

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第3部門第1区分
 【発行日】平成20年1月24日(2008.1.24)

【公開番号】特開2006-347792(P2006-347792A)
 【公開日】平成18年12月28日(2006.12.28)
 【年通号数】公開・登録公報2006-051
 【出願番号】特願2005-173438(P2005-173438)
 【国際特許分類】

C 3 0 B 29/12 (2006.01)

C 3 0 B 15/00 (2006.01)

G 0 2 B 1/02 (2006.01)

【F I】

C 3 0 B 29/12

C 3 0 B 15/00 Z

G 0 2 B 1/02

【手続補正書】

【提出日】平成19年11月30日(2007.11.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】請求項2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【請求項2】

原料フッ化金属の熔融液面に種結晶を接触させるに先立ち、成長炉内の圧力を0.5～70kPaとする請求項1記載のフッ化金属単結晶体の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0026】

図1に記載した単結晶成長炉では、チャンバー(1)内において、回転可能な支持軸(2)に支えられた受け台(3)上には、後述するような機能を備えた外坩堝(4)と内坩堝(5)とからなる二重構造坩堝(6)が載置されており、その各々の坩堝の内部には、原料フッ化金属の熔融液(7)が収容される。そして、該外坩堝(4)の周囲には、加熱ヒーター(8)が設けられ、さらに、加熱ヒーター(8)を環囲して断熱材壁(9)が設けられている。断熱材壁(9)は、二重構造坩堝(6)の下方にも設けられている。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

さらに、加熱ヒーター(8)と外坩堝(4)の外端との間には、ヒーターよりの輻射熱を均一化する目的で、隔離壁(18)を周設しても良い。そして、該加熱ヒーター(8)の熱が上方に逃失するのを防止するために、隔離壁(18)の上端を、加熱ヒーター(8)の上端よりも高くし、該上端と断熱材壁(9)との間に、隔離壁(18)と断熱材壁(9)との間隙を閉塞するリッド材(19)を横架し、この間隙を閉塞させるのが好ましい。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

この二重構造坩堝(6)は、その代表的態様における、この部分の拡大図である図2(図1の単結晶引上げ用装置とは、該二重構造坩堝の内坩堝が別の態様のもの)に示すように、内坩堝(5)の壁部に少なくとも一個の連通孔(14)が設けられる等して、外坩堝(4)と内坩堝(5)の両内空部が一部連通させてある。このため、上記構造の坩堝では、単結晶の成長に伴って内坩堝(5)内に収容された原料フッ化金属の熔融液(7)が減少すると、その減少量に応じて、外坩堝(4)に対する内坩堝(5)の収納深さを深くして、該外坩堝(4)から内坩堝(5)内に熔融液(7)を補給することができる。その結果、この成長炉では、単結晶を成長させるための引上げの開始から終了までを、原料フッ化金属の熔融液(7)の深さを内坩堝(5)内において、一定に保ちながら行うことができ、該結晶成長の全期間を、熔融液(7)の深さを、前記散乱体の形成を高度に抑制可能な浅い状態に保てる。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0034

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0034】

ここで、二重構造坩堝(6)において、内坩堝(5)内に収容する原料フッ化金属の熔融液(7)の深さは、引上げるアズグロウン単結晶の直胴部直径の0.65倍以下の深さにするのが好ましい。そして、引上げの開始から終了までの可能な限りの多くの期間、好適には全期間中、上記深さが保たれるように、外坩堝(4)から内坩堝(5)への熔融液(7)の補給を行えばよい。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

一方、内坩堝(5)は、外坩堝(4)内に収容可能なように、該外坩堝(4)よりも小口径で底が浅いものが使用される。内坩堝(5)の具体的深さは、外坩堝直径の1/2倍以下の深さにするのが、前記した熔融液の浅い状態での引上げを実現するのに好都合である。さらに、前記した収容する原料フッ化金属の熔融液(7)の深さの好適な下限値(引上げるアズグロウン単結晶の直胴部直径の0.1倍以上の深さ)以上にするのが好ましい。あまり深すぎても、引上げの操作性が低下するため、内坩堝(5)内に収容する原料フッ化金属の熔融液(7)の深さの好適な上下値(引上げるアズグロウン単結晶の直胴部直径の0.65倍以下の深さ)を若干上回る深さであるのが好ましい。また、内坩堝(5)の口径は、後述する原料フッ化金属の熔融液(7)に含有される固体不純物の除去効果を勘案すると、上部開口面において、該内坩堝(5)の側壁外面と外坩堝(4)の側壁内面とにより形成される空間の間隙が、外坩堝(4)の内直径の1/10~1/3の距離、より好適には1/8~1/4の距離であるのが望ましい。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

底壁(15)面の、水平面に対する下方向への傾斜角度が5～45度、好適には8～35度である下に凸形状が、散乱体の抑制効果のより優れたものになるために好ましい。逆円錐台状をしている場合、中央の水平面の直径は、内坩堝(5)の内直径の1/5以下であるのが好ましい。なお、このように内坩堝(5)の底壁(15)面の形状が下凸形状である場合、該坩堝に収容した原料フッ化金属の熔融液(7)の深さと、熔融液の液面から、該坩堝内空部の底壁(15)面における最も深い部分までの深さをいう。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

さらに以上のような二重構造坩堝においては、これら外坩堝の側壁内面と内坩堝の側壁外面とにより形成される間隙空間の開口部(20)に、開口部遮蔽部材(21)が設けることが好ましい。前述した通り、外坩堝の側壁内面と内坩堝の側壁外面とにより形成される空間の間隙を、外坩堝(4)の内直径の1/10～1/3とすることが好ましいが、一方で、該間隙からフッ化金属が揮発し、さまざまな問題を生じる可能性があるため、上記のような開口部遮蔽部材(21)を設ける。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0071】

上記外坩堝(4)および内坩堝(5)内に、十分な精製処理及び水分除去処理を施した原料フッ化カルシウム塊を計40kg投入し、さらに、内坩堝(5)内にスカベンジャーとして高純度フッ化亜鉛4gを投入し、チャンバー(1)内に設置した。そして、チャンバー(1)内を真空引き(6.7×10^{-3} Pa以下)し、加熱ヒーター(8)に通電し原料の加熱を開始し、250℃まで昇温し、この温度に2時間保持した。上記保持後、再び昇温を開始し、1200℃に達した時点で、真空排気ラインを遮断し、高純度アルゴンをチャンバー(1)内に供給し、内圧(炉内雰囲気圧力)を19kPaに保った。この後、引上げが終了し、さらに室温付近に降温するまで排気およびガス導入は行わなかった。なお、以下の昇温により内圧は約20kPaまで上昇し、引上げ中の内圧はこの圧力に維持されていた。