

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年4月20日(20.04.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/064889 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 15/14 (2006.01) C30B 29/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/069113
- (22) 国際出願日: 2016年6月28日(28.06.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-203369 2015年10月15日(15.10.2015) JP
- (71) 出願人: 株式会社 S U M C O (SUMCO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 工藤 智司(KUDO, Satoshi); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 茨木 博美(IBARAGI, Hiromi); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 須田 正義(SUDA, Masayoshi); 〒1710014 東京都豊島区池袋2-13-2 金子園ビル6階 Tokyo (JP).

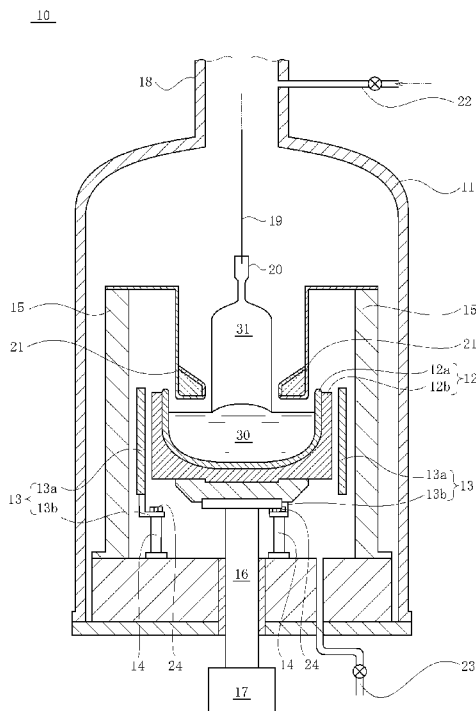
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: METHOD FOR SELECTING HEATER RELATED MEMBER PROVIDED IN SINGLE CRYSTAL PULLING DEVICE

(54) 発明の名称: 単結晶引上げ装置が備えるヒータ関連部材の選択方法



(57) Abstract: In growing a single crystal by the Czochralski method using a pulling device 10 that includes a heater 13 which, as a heater related member, melts crystal raw material filled inside a crucible 12 and controls temperature, and a carbon electrode 14 which connects the heater 13 and a power source, the heater 13 and the carbon electrode 14 are selected for which a coefficient of thermal expansion difference ΔC is equal to or less than a limit coefficient of thermal expansion difference ΔC_L , which is calculated by formula (1), where the coefficient of thermal expansion difference ΔC is the difference between the coefficient of thermal expansion of a leg portion 13b of the heater and the coefficient of thermal expansion of the carbon electrode 14. Limit coefficient of thermal expansion difference (ΔC_L)= $\sigma/(E \times A \times \Delta T)$ (1)

(57) 要約: ヒータ関連部材としてルツボ12内に充填した結晶用原料を溶融し温度制御を行うヒータ13と、ヒータ13及び電源を連結するカーボン電極14とを備えた引上げ装置10を用いて、単結晶をチョクラルスキー法により育成する際に、ヒータの脚部13bの熱膨張係数とカーボン電極14の熱膨張係数の差を熱膨張係数差 ΔC としたときの当該熱膨張係数差 ΔC が、下記式(1)より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるヒータ13及びカーボン電極14を選択する。 限界熱膨張係数差 (ΔC_L)= $\sigma/(E \times A \times \Delta T)$ (1)

明 細 書

発明の名称：

単結晶引上げ装置が備えるヒータ関連部材の選択方法

技術分野

[0001] 本発明は、CZ法により単結晶を引上げる際、引上げ装置が備える、特にヒータ関連部材の破損を防止し、装置の長期寿命化を図ることができるヒータ関連部材の選択方法に関するものである。本国際出願は、2015年10月15日に出願した日本国特許出願第2015-203369号に基づく優先権を主張するものであり、日本国特許出願第2015-203369号の全内容を本国際出願に援用する。

背景技術

[0002] 一般に、半導体デバイスの基板にはシリコン単結晶から切り出したシリコンウェーハが使用されており、シリコン単結晶等の単結晶は主にチョクラルスキー法（以下、CZ法という。）等の引上げ方法を利用して単結晶インゴットを引上げるにより製造される。CZ法による単結晶の引上げ方法では、例えば、図1に示す一般的な引上げ装置10等が用いられる。具体的には、先ず、チャンバ11内に設置されたルツボ12に多結晶シリコン等の結晶用原料を充填する。そして、このルツボ12内に充填された結晶用原料を、ルツボ12外周に設置された、例えば円筒状のヒータ13により加熱、溶融して溶融液30とする。次に、チャンバ11上部から種ホルダに保持した、単結晶からなる種結晶20を溶融液30に浸漬し、種結晶20を回転させながらゆっくりと引上げる。そして、種結晶20を溶融液30に浸したときに種結晶20に発生する転位を除去する（無転位化する）ため、ネッキングを行ってネック（絞り部とも言う。）を形成し、次いで、単結晶を所望の直径まで拡径することによりショルダ（拡径部、コーン部とも言う。）を形成する。そして、所望の直径に拡径後、引上げ速度及び溶融液の温度を制御しながらボディ（胴部とも言う。）、更にはテールを形成することにより、

略円柱形状の単結晶 31 が製造される。

[0003] 単結晶の育成中、ヒータ 13 の温度は 1000℃ 以上にも昇るため、チャンバ 11 内はヒータ 13 の熱によって高温状態に長時間晒される。そのため、単結晶の引上げを繰り返し行っていると、引上げ装置 10 内の各種部材等が高熱等により破損する不具合等が稀に発生する場合がある。

[0004] CZ 法で用いられる一般的な引上げ装置 10 は、ヒータ 13 と、チャンバ 11 外に設置されヒータ 13 に電力を供給する電源（図示しない）とが、カーボン材料を主に使用して形成されたカーボン電極 14 を介して連結された構造になっている。そのため、ヒータ 13 の脚部 13b は、例えばカーボン電極 14 の一端にナット 24 等を用いて固定されている。そして、ヒータ 13 やカーボン電極 14 といったヒーター関連部材が設けられている部分は、ヒータ発熱部近傍に位置するため、特に、単結晶育成中、高温状態に常に晒される。このため、図 2 に示すように、ヒータ 13 の脚部 13b とカーボン電極 14 との接合部位では部材の熱膨張等による不具合が起こりやすかった。例えば、図 2 (a) に示される加熱前のヒータ 13 の脚部 13b の厚さ L が加熱によって、図 2 (b) に示されるように厚さ L' に熱膨張し、カーボン電極 14 にヒビが入ったり、割れが生じる等の不具合が稀に発生していた。

[0005] このような問題に対して、反応容器と、反応容器内に設置され、基板を搭載する基板支持手段と、基板支持手段を加熱する加熱手段と、反応容器内にガスを供給するガス供給手段とを備えた半導体製造装置において、加熱手段が、加熱部と、当該加熱部を電源の電極部に接続するための端子部とを備え、この端子部が、電極部との接続部と加熱部との間に、加熱手段の変形を抑制する固定手段が固定されていることを特徴とする半導体製造装置が開示されている（例えば、特許文献 1 参照。）。この特許文献 1 に示された半導体製造装置では、電極部との接続部と加熱部との間に、加熱手段の変形を抑制するための固定手段を別途設けることにより、ヒーターの歪みを抑制することができ、これによって稼働中に温度分布が不均一になるのを防止でき、更

にはヒーターの劣化を防止し長寿命化を図ることができるとされている。

先行技術文献

特許文献

- [0006] 特許文献1：特開2013-135190号公報（請求項1、段落[0009]）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0007] しかしながら、上記従来の特許文献1に示された半導体製造装置では、固定手段として設置した部材の材質等によっては、ヒータが熱によって膨張した際に、固定手段がヒータを圧迫して破損させる場合がある。また、固定手段がヒータに比べて膨張し過ぎると、固定する効果が得られず、ヒータの歪み等が十分に抑制されない場合がある。このように、上記従来の特許文献1に示された固定手段を別途設けるという方法では装置の長寿命化が十分に図れない場合があった。
- [0008] また、近年、引上げられる単結晶の大口径化が進み、これに伴ってチャンバ内に設置されるヒータ等も大型化する傾向がみられる。また、装置の大型化により、引上げ中の単結晶とヒータ間の距離も大きくなるため、引上げ中のヒータ温度を、従来よりも高温に設定する必要がある。このような理由から、引上げ中のヒータ脚部等に掛かる熱応力が増大し、上述したヒーター関連部材の破損に関する問題が顕在化しつつある。また、従来は、ヒータとカーボン電極に、同じメーカーで製造された部材同士を組み合わせで使用していたことから、上述のヒータ関連部材の破損に関する問題は生じていなかったが、パーツ使用の自由度を上げるために、異なるメーカーで製造された部材や異なる材料の使用により、このような問題が発生するようになった。
- [0009] 本発明の目的は、CZ法により単結晶を引上げる際、引上げ装置が備える、特にヒーター関連部材の破損を防止し、装置の長期寿命化を図ることができるヒータ関連部材の選択方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明の第1の観点は、ヒータ関連部材としてルツボ内に充填した結晶用原料を熔融し温度制御を行うヒータと、ヒータ及び電源を連結するカーボン電極とを備えた引上げ装置を用いて、単結晶をチョクラルスキー法により育成する際に、ヒータの脚部の熱膨張係数とカーボン電極の熱膨張係数の差を熱膨張係数差 ΔC としたときの当該熱膨張係数差 ΔC が、下記式(1)より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるヒータ及びカーボン電極を選択するヒータ関連部材の選択方法である。

$$\text{限界熱膨張係数差} (\Delta C_L) = \sigma / (E \times A \times \Delta T) \quad (1)$$

但し、式(1)中、 σ は前記カーボン電極の引張り強度、 E は前記カーボン電極のヤング率、 A はカーボン電極の破断応力に対する安全率、 ΔT は発熱時の温度 T_1 と、前記ヒータの脚部を前記カーボン電極にナットで固定する際の温度 T_2 との温度差を示す。

[0011] 本発明の第2の観点は、第1の観点に基づく発明であって、更に熱膨張係数差 ΔC が $0.5 \times 10^{-6} / K$ 以内にあることを特徴とする。

発明の効果

[0012] 本発明の第1の観点では、ヒータ関連部材としてルツボ内に充填した結晶用原料を熔融し温度制御を行うヒータと、ヒータ及び電源を連結するカーボン電極とを備えた引上げ装置を用いて、単結晶をチョクラルスキー法により育成する際に、ヒータの脚部の熱膨張係数とカーボン電極の熱膨張係数の差を熱膨張係数差 ΔC としたときの当該熱膨張係数差 ΔC が、上記式(1)より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるヒータ及びカーボン電極を選択する。このように、熱膨張係数差 ΔC が上記限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるヒータとカーボン電極を選択すれば、単結晶育成中、ヒータの脚部がカーボン電極の一端にナットで固定された接合部位において、熱膨張差に起因する応力を低減でき、当該部位におけるヒビや割れ等の発生が大幅に防止され、装置の長期寿命化を図ることができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]C Z法で一般的に用いられている引上げ装置の一例を示す概略図である。

[図2]単結晶育成中の装置内でヒータ関連部材に破損が生じる原理を説明する模式図である。

発明を実施するための形態

[0014] 次に本発明を実施するための形態を図面に基づいて説明する。

[0015] 先ず、C Z法で一般的に用いられている引上げ装置について説明する。その一例として、本発明実施形態で使用する装置を図1に示す。なお、図1、図2において同一符号は同一部材又は同一部位を示す。

[0016] 引上げ装置10は、チャンバ11を有し、チャンバ11の中央に、結晶用原料を充填するためのルツボ12が配置される。ルツボ12は、一般に、有底円筒形状をした石英ルツボ12aと、その外周に配置された黒鉛ルツボ12bから構成される。ルツボ12は支軸16を介して駆動手段17に接続され、駆動手段17を駆動させるとルツボ12が所定速度で回転するとともに昇降する。

[0017] また、ルツボ12b内に充填した結晶用原料を溶融し、引上げ中の融液温度等の温度制御を行うためのヒータ13が、ルツボ12の側面外周を囲繞するように円筒状に設けられている。ヒータ13は、カーボン電極14を介して、図示しない電源と連結され、電源からヒータ13へ電力が供給される。このため、ヒータ13の脚部13bは、一般に、カーボン電極14の一端にナット24によって固定されており、また、図示しない電源の電源端子部がカーボン電極の他端に接合されている。電源から供給された電力は熱に変換されて、ヒータ13の発熱部13aから熱が発せられ、ルツボ12内に充填された結晶用原料は、このヒータ13から発せられた熱により融解されて溶融液30となる。また、単結晶引上げ中、融解された溶融液30は当該ヒータ13からの熱により所望の融液温度に制御される。

[0018] ヒータ13の外周は保温筒15により包囲される。また、チャンバ11の上端には円筒状のケーシング18が接続され、このケーシング18には引上

げ手段 19 が設けられる。また、引上げ手段 19 は、その先端に種結晶 20 が取り付けられ、棒状の単結晶 31 を回転させながら引上げるように構成される。また、熔融液 30 から引上げられた単結晶 31 へのヒータからの熱を遮蔽するために、単結晶 31 の外周面が所定の間隔をあけて熱遮蔽部材 21 により包囲される。チャンバ 11 上部にはガス供給管 22 が接続され、チャンバ 11 底部にはガス排出管 23 が接続される。このガス供給管 22 から Ar 等の不活性ガスが所定流量、チャンバ 11 内に供給され、ガス排出管 23 から排出される。

[0019] このような引上げ装置を用いてシリコン単結晶等の単結晶を育成する具体的な手順は、先ず、引上げ装置 10 のチャンバ 11 内に設置されたルツボ 12 内に結晶用原料を充填し、ヒータ 13 により加熱、融解して熔融液 30 とする。結晶用原料としては高純度のシリコン多結晶体が挙げられる。またシリコン多結晶体とともに必要に応じてドーパント不純物をルツボ 12 内に投入しても良い。

[0020] 次に、駆動手段 17 により支軸 16 を介してルツボ 12 を所定の速度で回転させる。そして図示しない引上げ用モータにより、引上げ手段 19 を繰出して種結晶 20 を降下させ、種結晶 20 の先端部を熔融液 30 に接触させる。その後、種結晶 20 とルツボ 12 を逆方向に所定の回転速度で回転させながら、種結晶 20 を引上げ手段 19 により徐々に引上げるることにより、種結晶 20 の下方に所定長さの棒状の単結晶 31 を育成させる。具体的には、熔融液 30 に接触させた種結晶 20 を融解した後、先ず、引上げを開始してネック（種絞り部）を形成し、その後、結晶径を徐々に増大させてショルダ（肩部）を形成する。次いで、定形のボディ（胴部）の引上げに移行する。なお、引上げ育成に従い減少する融液面の高さを考慮しながら、引上げ速度と融液温度を制御して結晶成長速度を最適化する。ボディを形成した後は、結晶径を徐々に小さくし、テールを形成する。このような単結晶を育成する一連の工程において、チャンバ 11 内は、ヒータ 13 からの熱によって終始高温状態に晒され、特にヒータ 13 の近傍に設置されているヒータ 13 やカ

ーボン電極 14 等のヒータ関連部材は、その熱による影響を受けやすい。

[0021] そして、本発明に係るヒータ関連部材の選択方法では、このような C Z 法によりシリコン単結晶等を育成する際に、上記引上げ装置 10 が備えるヒータ 13 と、ヒータ 13 及び電源端子部を連結するカーボン電極 14 として、両者の熱膨張係数の差、即ち熱膨張係数差 ΔC が下記式 (1) より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるものを選択する。このように、単結晶育成中、ヒータ 13 の脚部 13 b がカーボン電極 14 の一端にナット 24 で固定された接合部位において、従来は、図 2 に示すようにヒータ 13 の脚部 13 b とカーボン電極 14 の熱膨張差により大きな応力が掛かっていたが、上記熱膨張係数差 ΔC が下記式 (1) より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となるヒータ 13 とカーボン電極 14 を選択することにより当該応力が低減される。このため、上記条件を満たすヒータとカーボン電極を選択して単結晶の育成を実施すれば、上記接合部位が長時間高温状態に晒されたとしても、ヒビや割れ等の発生が大幅に防止され、装置の長期寿命化が図られる。また、この方法は、単に、熱膨張係数差が小さいもの同士を選択するという方法ではなく、ヒビ割れ等を起こす限界を予め下記式 (1) から割り出して両部材を選択するため、両部材の選択の幅をむやみに狭めることを防止できる。

[0022] 上記限界熱膨張係数差 ΔC_L は、下記式 (1) から算出される。

$$\text{限界熱膨張係数差 } (\Delta C_L) = \sigma / (E \times A \times \Delta T) \quad (1)$$

但し、式 (1) 中、 σ はカーボン電極 14 の引張り強度、 E はカーボン電極 14 のヤング率、 A はカーボン電極の破断応力に対する安全率、 ΔT は発熱時の温度 T_1 と、ヒータ 13 の脚部 13 b をカーボン電極 14 にナット 24 で固定する際の温度 T_2 との温度差を示す。

[0023] 上記式 (1) は次のように求められる。まず、室温状態におけるヒータ 13 の脚部 13 b の厚みを L とし、カーボン電極 14 の引張り強度を σ 、カーボン電極 14 のヤング率を E 、安全率を A とすると、カーボン電極 14 の限界のび X は、下記式 (2) で表される。

$$\text{カーボン電極の限界のび}(X) = \sigma \times L \times A / E \quad (2)$$

なお、カーボン電極 14 の限界のび X とは、カーボン電極が破断に至る限界のび量のことを意味する。また、式 (1)、式 (2) 中、カーボン電極の破断応力に対する安全率 A とは、カーボン電極が破断強度の理論値に対する安全マージン率を意味する。

[0024] 一方、ヒータ 13 の脚部 13b の厚みのび Y は、下記式 (3) で表される。

$$\text{ヒータ脚部の厚みのび}(Y) = L \times \Delta T \times \Delta C_L \quad (3)$$

[0025] なお、ヒータ脚部 13b の厚みのび Y とは、ヒータ脚部が加熱されてのびる量を意味する。また、式 (3) 中、 L 、 ΔT 、 ΔC_L は、上記式 (1) と同様である。 ΔT における発熱時の温度 T_1 とは、より具体的には、ヒータ発熱時における脚部の最高温度のことである。また、 ΔT におけるヒータ 13 の脚部 13b をカーボン電極 14 にナット 24 で固定する際の温度 T_2 とは、上記加熱を行う前の室温のことである。

[0026] そして、カーボン電極 14 の限界のび X と、ヒータ 13 の脚部 13b の厚みのび Y が等しくなった時、即ち $X = Y$ の時にカーボン電極 14 等に亀裂が生じるとすると、下記式 (1') が得られ、これを ΔC_L について解くことにより上記式 (1) が得られる。

$$\sigma \times L \times A / E = L \times \Delta T \times \Delta C_L \quad (1')$$

[0027] 本発明の選択方法では、このようにして導かれた式 (1) から限界熱膨張係数差 ΔC_L を求め、ヒータ 13 の脚部 13b とカーボン電極 14 の熱膨張係数の差分値、即ち上記熱膨張係数差 ΔC と、上記算出された限界熱膨張係数差 ΔC_L と対比し、 ΔC が ΔC_L 以下の値を示すヒータ 13 及びカーボン電極 14 を選択する。なお、上記熱膨張係数差 ΔC は、上記算出された限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下であって、更に $0.5 \times 10^{-6} / K$ 以内であることが好ましい。当該選択したヒータ 13 及びカーボン電極 14 を組み合わせて引上げ装置 10 に設置して単結晶の引上げを実施すれば、これらの接合部位においてカーボン電極等にヒビが入ったり、割れが生じる不具合が抑制され、装置の長

期寿命化を図ることができる。

実施例

[0028] 次に本発明の実施例を比較例とともに詳しく説明する。

[0029] <実施例 1 及び比較例 1, 2>

図 1 に示す引上げ装置 10 を用いて、以下の手順によりシリコン単結晶を育成した。その際、引上げ装置 10 に設置されるヒータ 13 及びカーボン電極 14 について、製造メーカーがそれぞれ異なるヒータ 13 及びカーボン電極 14 の組み合わせを、以下の表 1 に示すように各実施例及び比較例ごとに変更して行った。

[0030] 具体的には、先ず、引上げ装置 10 のチャンバ 11 内に設置されたルツボ 12 内に結晶用原料として多結晶シリコンを充填し、図示しない電源からヒータ 13 に電力を供給して、ヒータ 13 により加熱してシリコン融液（溶融液 30）とした。

[0031] 次に、駆動手段 17 により支軸 16 を介してルツボ 12 を回転させつつ、引上げ手段 19 を繰出して種結晶 20 を降下させ、種結晶 20 の先端部をシリコン融液に接触させた。その後、種結晶 20 とルツボ 12 を逆方向に所定の回転速度で回転させながら、種結晶 20 を引上げ手段 19 により徐々に引上げるにより、種結晶 20 の下方に所定長さの棒状のシリコン単結晶（単結晶 31）を育成させた。

[0032] なお、ルツボ 12 回転数や種結晶 20 の引上げ速度等の条件は、CZ 法による単結晶の育成方法において一般的に採用されている条件を採用した。これら、ヒータ及びカーボン電極の組み合わせ以外の温度条件や引上げ条件等に関しては、各実施例及び比較例ごとの変更は、ほぼ行わずに実施した。

[0033] <比較試験及び評価>

実施例 1 及び比較例 1, 2 で使用した引上げ装置 10 について、シリコン単結晶引上げ後、ヒータ 13 の脚部 13b とカーボン電極 14 との接合部位における破断の有無を評価した。また、各装置 10 に設置したヒータ 13 の脚部 13b とカーボン電極 14 の限界熱膨張係数差 ΔC_L を、それぞれ単結晶

の引上げを実施する前に、以下の方法により求めた。これらの結果を以下の表 1 に示す。なお、表 1 に示す熱膨張係数差 ΔC は、製造メーカーのカタログ値（ヒータの脚部の熱膨張係数、カーボン電極の熱膨張係数）から、その差を算出することにより求めた。

[0034] (i) 破断の有無：シリコン単結晶引上げ後、ヒータ 13 の脚部 13 b とカーボン電極 14 との接合部位を目視により観察し、ヒビ又は亀裂が生じていた場合を破断有りとして評価した。

[0035] (ii) 限界熱膨張係数差 ΔC_L ：下記式（1）より算出した。

$$\text{限界熱膨張係数差 } (\Delta C_L) = \sigma / (E \times A \times \Delta T) \quad (1)$$

なお、カーボン電極の破断応力に対する安全率 A は、本実施例では 2 とし、カーボン電極 14 の引張り強度 σ 及びヤング率 E は、製造メーカーのカタログ値を採用した。また、 ΔT を算出する際の発熱時の温度 T_1 は炉内の熱環境シミュレーション（使用ソフトウェア名：CGsim）より類推した。また、 ΔT におけるヒータ 13 の脚部 13 b をカーボン電極 14 にナット 24 で固定する際の温度 T_2 は、室温（25℃）とした。

[0036] [表1]

	ヒータ			カーボン電極				A	ΔT	ΔC [$\times 10^{-6}$ /K]	ΔC_L [$\times 10^{-6}$ /K]	評価 接合部位における 破断の有無
	製造 メーカー	熱膨張係数 [$\times 10^{-6}$ /K]	L [mm]	製造 メーカー	熱膨張係数 [$\times 10^{-6}$ /K]	σ [MPa]	E [GPa]					
実施例1	A社	4.7	40	a社	4.3	28	10	2.0	1770	0.4	0.8	無し
比較例1	B社	5.3	40	b社	4.4	28	10	2.0	1770	0.9	0.8	有り
比較例2	C社	5.3	40	c社	4.5	30	12	2.0	1770	0.8	0.7	有り

[0037] 表 1 から明らかなように、実施例 1 及び比較例 1, 2 を比較すると、ヒータの脚部の熱膨張係数とカーボン電極の熱膨張係数の差、即ち熱膨張係数差 ΔC が限界熱膨張係数差 ΔC_L を超えるヒータ及びカーボン電極を選択した比較例 1, 2 では、いずれもシリコン単結晶引上げ後、ヒータの脚部とカーボ

ン電極の接合部位に破断がみられた。一方、上記熱膨張係数差 ΔC が限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下のヒータ及びカーボン電極を選択した実施例1では、高温状態に長時間晒された単結晶引上げ後においても、上記接合部位に破断はみられなかった。このことから、ヒータの脚部とカーボン電極の熱膨張係数差 ΔC が、上記式(1)で定義される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下のヒータ及びカーボン電極を選択することにより、上記接合部位においてカーボン電極等に発生するヒビや割れ等を抑制する効果が得られることが確認された。

産業上の利用可能性

[0038] 本発明のヒータ関連部材の選択方法は、CZ法によりシリコン単結晶等を育成する際に用いられる引上げ装置の長期寿命化等に好適に利用することができる。

符号の説明

[0039] 1 2 ルツボ
 1 3 ヒータ
 1 3 b ヒータの脚部
 1 4 カーボン電極

請求の範囲

[請求項1] ヒータ関連部材としてルツボ内に充填した結晶用原料を溶融し温度制御を行うヒータと、前記ヒータ及び電源を連結するカーボン電極とを備えた引上げ装置を用いて、単結晶をチョクラルスキー法により育成する際に、

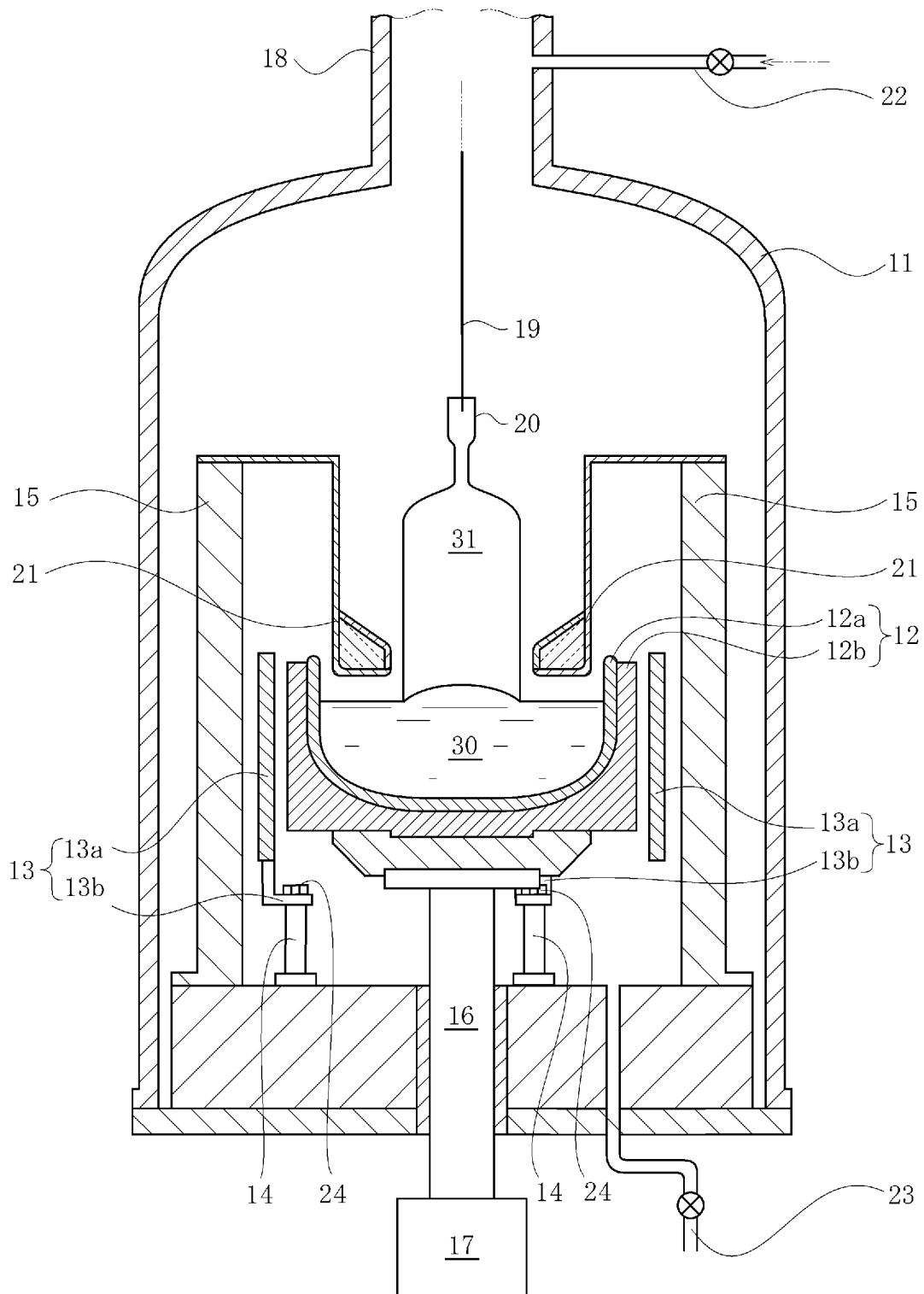
前記ヒータの脚部の熱膨張係数と前記カーボン電極の熱膨張係数の差を熱膨張係数差 ΔC としたときの前記熱膨張係数差 ΔC が、下記式(1)より算出される限界熱膨張係数差 ΔC_L 以下となる前記ヒータと前記カーボン電極を選択するヒータ関連部材の選択方法。

$$\text{限界熱膨張係数差 } (\Delta C_L) = \sigma / (E \times A \times \Delta T) \quad (1)$$

但し、式(1)中、 σ は前記カーボン電極の引張り強度、 E は前記カーボン電極のヤング率、 A はカーボン電極の破断応力に対する安全率、 ΔT は発熱時の温度 T_1 と、前記ヒータの脚部を前記カーボン電極にナットで固定する際の温度 T_2 との温度差を示す。

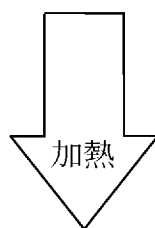
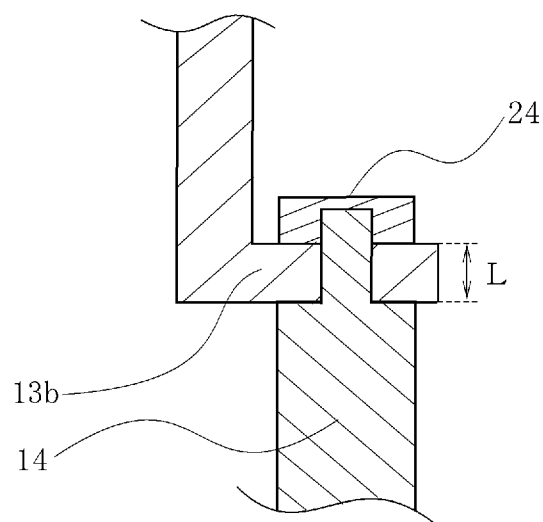
[請求項2] 前記熱膨張係数差 ΔC が $0.5 \times 10^{-6} / K$ 以内にある請求項1記載の選択方法。

[図1]

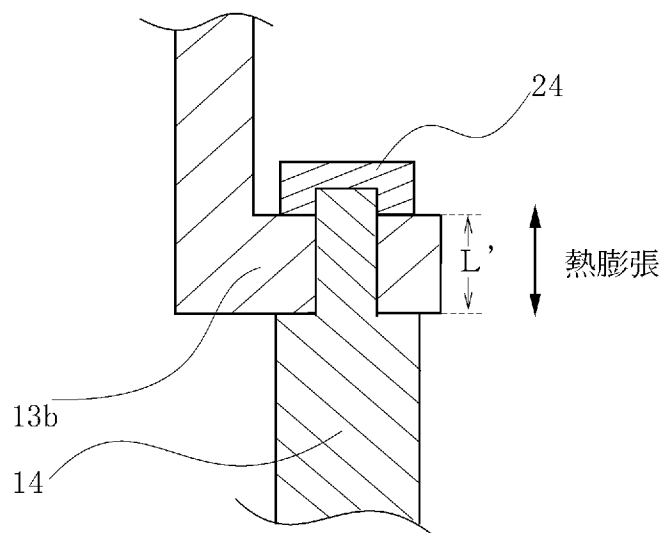
10

[図2]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/069113

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B15/14(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B15/14, C30B29/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 60-180992 A (Toshiba Corp.), 14 September 1985 (14.09.1985), page 2, upper left column; page 3, lower right column; fig. 3 (Family: none)	1, 2
A	JP 10-081594 A (Super Silicon Crystal Research Institute Corp.), 31 March 1998 (31.03.1998), claims; paragraphs [0001], [0013] to [0019]; fig. 1, 2 (Family: none)	1, 2
A	JP 2013-220954 A (Ibiden Co., Ltd.), 28 October 2013 (28.10.2013), entire text; all drawings & US 2013/0269601 A1	1, 2

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
14 September 2016 (14.09.16)

Date of mailing of the international search report
27 September 2016 (27.09.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/069113

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 11-014269 A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 22 January 1999 (22.01.1999), entire text; all drawings (Family: none)	1, 2

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C30B15/14(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C30B15/14, C30B29/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 60-180992 A（株式会社東芝）1985.09.14, 第2頁左上欄、第3頁右下欄、図3（ファミリーなし）	1, 2
A	JP 10-081594 A（株式会社スーパーシリコン研究所）1998.03.31, 特許請求の範囲、[0001]、[0013]-[0019]、図1, 2（ファミリーなし）	1, 2
A	JP 2013-220954 A（イビデン株式会社）2013.10.28, 全文、全図 & US 2013/0269601 A1	1, 2

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

14.09.2016

国際調査報告の発送日

27.09.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

國方 恭子

4G

9540

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 11-014269 A (三菱マテリアルシリコン株式会社) 1999. 01. 22, 全文、全図 (ファミリーなし)	1, 2