



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103459336 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201280017986. 2
 (22) 申请日 2012. 02. 15
 (30) 优先权数据
 2011-087083 2011. 04. 11 JP
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2013. 10. 11
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/JP2012/000975 2012. 02. 15
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02012/140816 JA 2012. 10. 18
 (73) 专利权人 信越半导体股份有限公司
 地址 日本东京都
 (72) 发明人 木村明浩 星亮二 三田村伸晃
 镰田洋之
 (74) 专利代理机构 隆天知识产权代理有限公司
 72003
 代理人 张永康 向勇

(51) Int. Cl.
C03B 20/00(2006. 01)
C30B 15/10(2006. 01)
C30B 29/06(2006. 01)
 (56) 对比文件
 JP 2004002082 A, 2004. 01. 08, 说明书第
 0011-0020 段.
 TW 592945 B, 2004. 06. 21, 对比文件3第8页
 第1段, 第26页第2段和图3.
 CN 101580339 A, 2009. 11. 18, 全文.
 CN 1662680 A, 2005. 08. 31, 全文.
 WO 0192609 A2, 2001. 12. 06, 全文.
 审查员 林中君

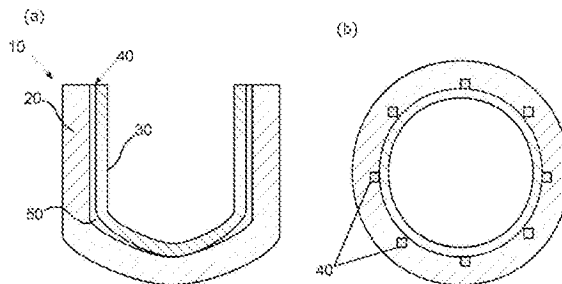
权利要求书2页 说明书10页 附图1页

(54) 发明名称

石英玻璃坩埚及其制造方法、以及单晶硅的制造方法

(57) 摘要

本发明是一种石英玻璃坩埚的制造方法, 其特征在于, 其包含: 步骤 a, 该步骤准备由石英玻璃所构成, 且具有坩埚形状的坩埚基材; 步骤 b, 该步骤利用直接法或火焰水解法 (SOOT) 制作合成石英玻璃材料; 步骤 c, 该步骤将前述合成石英玻璃材料不作粉碎而加工成坩埚形状; 及, 步骤 d, 该步骤进行热处理, 通过硅石粉末来粘结前述坩埚基材的内壁与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的外壁。由此, 提供一种石英玻璃坩埚及其制造方法、以及使用这种石英玻璃坩埚的单晶硅的制造方法, 所述石英玻璃坩埚可以防止制造单晶硅时单晶硅产生位错, 并且, 具有高耐热性, 可以抑制生产性、成品率的降低。



CN 103459336 B

1. 一种石英玻璃坩埚的制造方法,其特征在于,其包含:
步骤 a,该步骤 a 准备由石英玻璃所构成,且具有坩埚形状的坩埚基材;
步骤 b,该步骤 b 利用直接法或火焰水解法来制作合成石英玻璃材料;
步骤 c,该步骤 c 将前述合成石英玻璃材料不作粉碎而加工成坩埚形状;及,
步骤 d,该步骤 d 进行热处理,通过硅石粉末来粘结前述坩埚基材的内壁与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的外壁。
2. 如权利要求 1 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,在前述粘结步骤中,将前述坩埚基材与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料相重叠后,利用熔接前述坩埚基材的内壁上部与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的外壁上部的一部分,设置从坩埚外部与前述坩埚基材和前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的间隙相通的孔洞,自与该间隙相通的孔洞导入并填充硅石粉末,然后进行热处理。
3. 如权利要求 1 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并向该合成石英玻璃材料的内部填充多晶硅,利用在单晶硅提拉机内熔融该多晶硅时的加热,同时进行利用前述热处理的粘结。
4. 如权利要求 2 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并向该合成石英玻璃材料的内部填充多晶硅,利用在单晶硅提拉机内熔融该多晶硅时的加热,同时进行利用前述热处理的粘结。
5. 如权利要求 1 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并使用电炉来加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行利用前述热处理的粘结。
6. 如权利要求 2 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并使用电炉来加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行利用前述热处理的粘结。
7. 如权利要求 1 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并在单晶硅提拉机内,加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行利用前述热处理的粘结。
8. 如权利要求 2 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并在单晶硅提拉机内,加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行利用前述热处理的粘结。
9. 如权利要求 1 至 8 中的任一项所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,在前述合成石英玻璃材料的制造步骤中,制作厚度为 1mm 以上板状的前述合成石英玻璃材料。
10. 如权利要求 1 至 8 中的任一项所述的石英玻璃坩埚的制造方法,其中,在前述合成石英玻璃材料的坩埚形状的加工步骤中,由一个或二个以上的前述合成石英玻璃材料来构成前述坩埚形状。
11. 一种石英玻璃坩埚,其特征在于,其利用权利要求 1 至 8 中的任一项所述的石英玻璃坩埚的制造方法制造而成。
12. 一种石英玻璃坩埚,其特征在于,其具备由石英玻璃所构成且具有坩埚形状的坩埚

基材、和不作粉碎而加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料；

前述合成石英玻璃材料是利用直接法或火焰水解法所制作,实际上不含气泡;并且,前述坩埚基材的内壁与前述合成石英玻璃材料的外壁,通过硅石粉末而粘结。

13. 如权利要求 12 所述的石英玻璃坩埚,其中,前述合成石英玻璃材料的厚度为 1mm 以上。

14. 一种单晶硅的制造方法,其特征在于,在权利要求 12 所述的石英玻璃坩埚的内部保持硅熔液,并利用直拉法自该硅熔液提拉单晶硅,由此来制造单晶硅。

15. 一种单晶硅的制造方法,其特征在于,其利用权利要求 3 或 4 所述的石英玻璃坩埚的制造方法,在熔融前述多晶硅的同时制造前述石英玻璃坩埚,继而,利用直拉法,自前述多晶硅的熔融所产生的硅熔液提拉单晶硅,由此来制造单晶硅。

石英玻璃坩埚及其制造方法、以及单晶硅的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用直拉法所实行的单晶硅提拉中所使用的石英玻璃坩埚及其制造方法、以及使用这种石英玻璃坩埚的单晶硅的制造方法。

背景技术

[0002] 在单晶硅的制造中,广泛采用一种称为直拉法(CZ(Czochralski)法)的方法。在利用该直拉法的单晶硅制造中,一般来说,是向石英玻璃坩埚(也称为石英坩埚)的内部填充多晶硅(多晶硅(polysilicon)),利用加热而熔融后作为硅熔液,并在此硅熔液中浸渍籽晶后提拉,培养单晶硅锭。

[0003] 以往,认为在单晶硅的培养中,高温下石英玻璃坩埚中含有的气泡会膨胀,坩埚内表面剥离从而单晶硅产生位错(例如,请参照专利文献1);或石英玻璃坩埚表面由非晶体变为方晶石(cristobalite),由于该方晶石的剥离而导致单晶硅产生位错(例如,请参照专利文献2)。

[0004] 关于利用直拉法所实行的单晶硅的制造中,石英玻璃坩埚表面的方晶石化(结晶化),根据专利文献3或专利文献4,记载有“在结晶化的初期阶段,以晶核为基点而点状地产生结晶化,伴随着单晶提拉的进行,结晶化扩大为环状”;“通过这种结晶化的进展现象,生成结晶化斑点。由于该结晶化斑点的外周部呈现茶色,所以,又称为茶褐色斑点”;以及,“结晶化斑点,随着单晶提拉时间,即,硅熔液与石英坩埚的内表面直接接触的时间经过而增加,经过规定时间,结晶化斑点收敛变迁为一定密度”。并且,又记载有“此结晶化斑点一旦生成后即利用硅熔液开始溶解,结晶化斑点的尺寸会渐渐变小”。

[0005] 认为如果坩埚中的碱金属等杂质浓度较高,就会促进此石英玻璃坩埚表面的方晶石化。并且,考虑到对元件特性的影响,也是杂质浓度较低为好。因此,要求石英玻璃坩埚中没有气泡和杂质浓度较低。

[0006] 作为无气泡、且杂质浓度也极低的合成石英玻璃的制造方法,可以列举直接法和火焰水解法。直接法是指,通过在氢氧焰中水解四氯化硅(SiCl_4)等硅化合物,来使其直接沉积/玻璃化而合成的方法。此外,火焰水解法是指,利用如下程序制造合成石英玻璃的方法。首先,在相较于直接法为低温的约 1100°C 中,通过在氢氧焰中水解四氯化硅(SiCl_4)等硅化合物,来合成多孔质的硅石块(粉末);在氯化物等适当气体中对其进行热处理并去除水分;最后,在约 1500°C 以上的温度中,一边使其旋转一边降低粉末,自下端开始依次加热,进行玻璃化(请参照非专利文献1)。

[0007] 如果使用这些合成石英玻璃制作石英玻璃坩埚,可以防止单晶硅产生位错,但存在坩埚自身的耐热性(又称为耐热变形性、耐变形性)较低(即,在高温下易变形)的问题。作为解决此耐热性问题的方法,可以列举例如:方法(1),粉碎由硅烷化合物所合成的合成石英玻璃,在真空下加热熔融,成型为坩埚(专利文献5);及,方法(2),使利用硅烷化合物的直接火焰法制造的、氢分子含量为 1×10^{17} molecules/ cm^3 以上的合成石英玻璃构件,经过粉碎、粒度调整、及清洗的各步骤,成为合成石英玻璃粉后,在真空下以 $1500 \sim 1900^\circ\text{C}$ 电熔并

成型(专利文献6)。

[0008] 在专利文献5的方法中,粉碎合成石英玻璃,规定此时的粒度为600 μm 以下,通过以 10^{-1}Torr 、1500~1900 $^{\circ}\text{C}$ 将其真空加热熔融,来降低羟基/氯的含量,可以制作耐热性良好的合成石英玻璃坩埚。由于是真空加热熔融,因此在坩埚内无1mm以上的气泡。其相较于利用通常的电弧熔融法所制造的石英玻璃坩埚的气泡等级(例如,1个坩埚有3个左右1~2mm的气泡,无2mm以上的气泡),更为良好。还有,电弧熔融法是指,将原料粉供给至旋转中的模具内,形成坩埚状的原料粉体层,自其内侧电弧放电加热并熔融来制造石英玻璃坩埚的方法(例如,请参照专利文献7)。

[0009] 并且,根据专利文献6的方法,氢分子含量为 $1\times 10^{16}\text{molecules/cm}^3$ 以上、应变点为1130 $^{\circ}\text{C}$ 以上且OH基含量、氯含量均为1ppm以下的合成石英玻璃构件,为高纯度,且在高温下的粘度可以是例如1400 $^{\circ}\text{C}$ 时 10^{10} 泊以上,因此可以将其作为单晶硅提拉用坩埚材料。

[0010] 并且,在专利文献8中,公开了一种方法,所述方法是在惰性气体的环境下熔融石英原料粉,进一步在2000 $^{\circ}\text{C}$ 以上、0.05torr以上的真空度中保持5小时以上并精制而获得的石英玻璃片,贴合在石英玻璃坩埚的内表面,进行加热熔融来一体化。并且,作为此加热熔融方法,例示有使用电弧放电和氢氧焰燃烧器等的方法。

[0011] 现有技术文献

[0012] 专利文献

[0013] 专利文献1:日本特开平6-329493号公报

[0014] 专利文献2:日本特开2001-342029号公报

[0015] 专利文献3:日本特开2001-240494号公报

[0016] 专利文献4:日本特开平11-228291号公报

[0017] 专利文献5:日本特开平8-40735号公报

[0018] 专利文献6:日本特开平8-48532号公报

[0019] 专利文献7:日本特开2005-239533号公报

[0020] 专利文献8:日本特开2004-2082号公报

[0021] 非专利文献

[0022] 非专利文献1:非晶質シリカ材料応用ハンドブック(非晶质硅石材料应用手册),リアライズ社(Realize公司(Realize Inc.)),1999年

发明内容

[0023] [发明所要解决的课题]

[0024] 如上所述,为防止利用直拉法提拉单晶硅时单晶硅产生位错,要求石英玻璃坩埚为高纯度(即,杂质较少),且无气泡,进一步,同时也需要坩埚具有耐热性。

[0025] 由于专利文献5和专利文献6的任一种方法都粉碎了合成石英,所以虽然相较于电弧熔融法,坩埚内的气泡较少,但并非完全没有。因此,在近来的单晶硅大型化导致对石英玻璃坩埚的热负荷也增大的现状下,在单晶硅制造过程中坩埚内的气泡会产生膨胀。因而,存在单晶硅产生位错的情况较多的问题。

[0026] 并且,专利文献8的方法中所使用的石英材料,是将合成石英的粉末熔融并精制而成的石英玻璃片。因此,石英玻璃片中存在不少气泡。因此,存在以下问题:即使使用专

利文献 8 所揭示的石英玻璃坩埚来制造单晶硅,也不能充分抑制单晶硅产生位错。并且,即使使用加热熔融方法,利用氢氧焰燃烧器将玻璃片熔接于石英玻璃坩埚上,也无法很好地导热,且现实上实行起来非常困难。并且,如果坩埚大型化,那么利用氢氧焰燃烧器或电弧放电来局部加热,会产生较大的温度梯度,从而导致坩埚或石英玻璃片破裂的可能性较高,且现实上进行熔接非常困难。

[0027] 作为解决上述问题点的方法,创作出一种制造石英玻璃坩埚的方法,其利用直接法或火焰水解法来制作合成石英玻璃,将该合成石英玻璃不作粉碎而加工成坩埚形状,使该加工成坩埚形状的合成石英玻璃(以下,又称为内坩埚)熔接于由石英玻璃所构成的坩埚基材(以下,又称为外坩埚)的内面。

[0028] 如果是这种方法,那么可以制作实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的内坩埚。然后将此内坩埚熔接在外坩埚的内面上,因此可以制造一种石英玻璃坩埚,其可以防止因气泡或方晶石导致单晶硅产生位错,且耐热性优异。

[0029] 但是,在这种方法中,不易制作出具备与外坩埚的内面形状完全吻合的外面形状的内坩埚,内坩埚的外壁与外坩埚的内壁之间有时会产生间隙。如果此间隙因单晶制造时的加热而扩大,从而坩埚膨胀,将产生以下危险:因作业经过带来的坩埚上升,与坩埚上部的炉内零件产生干扰从而发生破损。因此,当确认到这种坩埚的膨胀时,将产生以下问题:不得不在中途停止作业,由此无法对提拉中的结晶按规定长度进行提拉,并且,当提拉多个单晶棒时,多次填充次数(指坩埚内多晶硅原料的再填充次数)减少,从而导致生产性、成品率降低。

[0030] [解决课题的方法]

[0031] 本发明是有鉴于这些问题点而完成的,其目的在于,提供一种石英坩埚及其制造方法、以及使用这种石英玻璃坩埚的单晶硅的制造方法,所述石英坩埚可以防止制造单晶硅时单晶硅产生位错,并且,具有高耐热性,可以抑制生产性、成品率的降低。

[0032] 本发明是为了解决上述课题而完成的,提供了一种石英玻璃坩埚的制造方法,其特征在于,其包含:步骤 a,该步骤 a 准备由石英玻璃所构成,且具有坩埚形状的坩埚基材;步骤 b,该步骤 b 利用直接法或火焰水解法来制作合成石英玻璃材料;步骤 c,该步骤 c 将前述合成石英玻璃材料不作粉碎而加工成坩埚形状;及,步骤 d,该步骤 d 进行热处理,通过硅石粉末来粘结前述坩埚基材的内壁与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的外壁。

[0033] 如果是这种方法,由于是将利用直接法或火焰水解法所制作的合成石英玻璃材料不作粉碎而加工成坩埚形状,因此可以成为在实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的状态下具有坩埚形状的合成石英玻璃材料。并且,由于是将此合成石英玻璃材料粘结于由石英玻璃构成的坩埚基材的内侧,因此在石英玻璃坩埚中,可以将由此合成石英玻璃材料所构成的部分,作为与制造单晶硅时的硅熔液接触的坩埚内面,并可以防止因气泡或方晶石导致单晶硅产生位错。

[0034] 而且,由于通过硅石粉末而粘结坩埚基材与合成石英玻璃材料,因此坩埚基材的内壁与合成石英玻璃的外壁的间隙被硅石粉末所填充。由此,可以抑制前述间隙因单晶硅提拉时的加热而扩大且因此坩埚膨胀,因而不会陷入因炉内装置或坩埚的破损而不得不停止作业的事态,从而可以制造能够抑制生产性、成品率降低的石英玻璃坩埚。

[0035] 而且此时,在前述粘结步骤中,前述坩埚基材与前述加工成坩埚形状的合成石英

玻璃材料相重叠后,可以利用熔接前述坩埚基材的内壁上部与前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的外壁上部的一部分,设置从坩埚外部与前述坩埚基材和前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料的间隙相通的孔洞,自与该间隙相通的孔洞导入并填充硅石粉末,然后进行热处理。

[0036] 这样一来,利用熔接坩埚基材的内壁上部与合成石英玻璃材料的外壁上部后,将硅石粉末填充于它们的间隙内,可以使合成石英玻璃材料以一定程度固定于坩埚基材上,因此可以稳定地填充硅石粉末。并且,作为如此将硅石粉末填充于间隙的方法,如果如上所述地设置与间隙相通的孔洞,并从与此间隙相通的孔洞导入硅石粉末,那么就可以更加有效且确实地填充硅石粉末。

[0037] 并且,在本发明的石英玻璃坩埚的制造方法中,可以向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并向该合成石英玻璃材料的内部填充多晶硅,利用在单晶硅提拉机内熔融该多晶硅时的加热,同时进行利用前述热处理的粘结。

[0038] 并且,本发明提供一种单晶硅的制造方法,其特征在于,利用这种石英玻璃坩埚的制造方法,在熔融前述多晶硅的同时制造前述石英玻璃坩埚,继而,利用直拉法,自前述多晶硅的熔融所产生的硅熔液提拉单晶硅,由此来制造单晶硅。

[0039] 这样一来,如果利用在单晶硅提拉机内熔融多晶硅时的加热,来同时进行合成石英玻璃材料与坩埚基材的粘结,并且,在其后继而自硅熔液提拉单晶硅,那么既可以在整体上减少步骤,又无需暂时冷却坩埚。因此,可以削减用以制造单晶硅所需要的总能源或制造时间。

[0040] 并且,在本发明的石英玻璃坩埚的制造方法中,也可以向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末来配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并使用电炉来加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行前述粘结。

[0041] 并且,在本发明的石英玻璃坩埚的制造方法中,也可以向前述坩埚基材的内部,通过前述硅石粉末来配置前述加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料,并在单晶硅提拉机内,加热前述坩埚基材和合成石英玻璃材料,以进行前述粘结。

[0042] 这样一来,也可以利用电炉或在提拉机内的加热,来进行合成石英玻璃材料与坩埚基材的粘结。并且,由于可以一次粘结整体,因此不会产生局部的温度梯度,也不会发生破裂。

[0043] 并且,在本发明的石英玻璃坩埚的制造方法中,在所述合成石英玻璃材料的制作步骤中,优选制作厚度为 1mm 以上板状的前述合成石英玻璃材料。

[0044] 如果以这种方式制作合成石英玻璃材料,那么就可以防止加工成坩埚形状时发生破损。并且,在加工成坩埚形状,并通过硅石粉末将所述合成石英玻璃材料配置于坩埚基材的内部后,或在其后粘结之后,可以防止填充单晶硅原料的多晶硅时发生破损。

[0045] 并且,在本发明的石英玻璃坩埚的制造方法中,在所述合成石英玻璃材料的坩埚形状的加工步骤中,可以由一个或二个以上的前述合成石英玻璃材料来构成前述坩埚形状。

[0046] 这样一来,合成石英玻璃材料的坩埚形状的加工,可以由一个合成石英玻璃材料来构成坩埚形状,也可以利用熔接等组合二个以上的合成石英玻璃材料来构成坩埚形状。

[0047] 并且,本发明提供一种石英玻璃坩埚,其特征在于,其利用上述任一种石英玻璃坩埚的制造方法制造而成。

[0048] 即,本发明提供一种石英玻璃坩埚,其特征在于,其具备由石英玻璃构成且具有坩埚形状的坩埚基材、和不作粉碎而加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料;前述合成石英玻璃材料是利用直接法或火焰水解法所制作,实际上不含气泡;并且,前述坩埚基材的内壁与前述合成石英玻璃材料的外壁,通过硅石粉末而粘结。

[0049] 如果是这种石英玻璃坩埚,那么由于它是一种将利用直接法或火焰水解法所制作的合成石英玻璃材料,即,实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的合成石英玻璃材料,粘结于坩埚基材的内侧的石英玻璃坩埚,因此,在制造单晶硅时,可以防止因气泡或方晶石导致单晶硅产生位错。并且,可以确保石英玻璃坩埚的耐热性。

[0050] 而且,由于坩埚基材与合成石英玻璃材料通过硅石粉末而粘结,因此坩埚基材的内壁与合成石英玻璃材料的外壁的间隙被硅石粉末所填充。据此也不会陷入因单晶制造时的加热导致坩埚膨胀而不得不停止作业的事态,因此成为可以抑制生产性、成品率降低的坩埚。

[0051] 并且,优选前述合成石英玻璃材料的厚度为 1mm 以上。

[0052] 如果是这种合成石英玻璃材料,那么可以在单晶硅的制造中,防止由于合成石英玻璃材料的熔解导致硅熔液与硅石粉末或坩埚基材接触。据此,可使硅熔液与实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的坩埚内表面始终接触,可更加有效地防止单晶硅产生位错。

[0053] 并且,本发明提供一种单晶硅的制造方法,其特征在于,通过在上述任一种石英玻璃坩埚的内部保持硅熔液,并利用直拉法自该硅熔液提拉单晶硅,来制造单晶硅。

[0054] 这样一来,如果是使用本发明的石英玻璃坩埚并利用直拉法的单晶硅的制造方法,那么可以防止因气泡或方晶石导致单晶硅产生位错,进一步可以一边抑制因坩埚的膨胀导致作业停止所引起的生产性、成品率降低,一边制造单晶硅。

[0055] [发明的效果]

[0056] 如上所述,如果是本发明的石英玻璃坩埚的制造方法,那么可以将由是利用直接法或火焰水解法所制作,且也未作粉碎,因此实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的合成石英玻璃材料,作为与制造单晶硅时的硅熔液接触的坩埚内面,来制造石英玻璃坩埚。另外,由于利用硅石粉末填充坩埚基材与合成石英玻璃材料的间隙,可以抑制单晶制造时的加热导致的坩埚膨胀。并且,如果使用这种石英玻璃坩埚来制造单晶硅,就可以防止气泡或方晶石导致单晶硅产生位错,进一步可以防止因炉内装置或坩埚的破损导致作业停止,并可以抑制生产性、成品率降低。

附图说明

[0057] 图 1 是表示本发明的石英玻璃坩埚的示意剖面图及俯视图的一个实例。

具体实施方式

[0058] 以下,更加详细地说明本发明,但本发明并不限于此。

[0059] 作为本发明的石英玻璃坩埚的一个实例,说明如图 1 所示的石英玻璃坩埚。

[0060] 本发明的石英玻璃坩埚 10,具备由石英玻璃所构成且具有坩埚形状的坩埚基材

20、及位于坩埚基材 20 的内侧的坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。此合成石英玻璃材料 30，是利用直接法或火焰水解法所制作，且实际上不含气泡。

[0061] 合成石英玻璃材料 30，是如后所述，将利用直接法或火焰水解法所制作的合成石英玻璃材料不作粉碎而加工并形成坩埚形状。

[0062] 即使使用易热变形的合成石英玻璃材料 30 作为构成石英玻璃坩埚 10 的材料，由于是位于坩埚基材 20 的内部，所以可以由坩埚基材 20 承担耐热性，从而可以确保石英玻璃坩埚 10 的耐热性。

[0063] 然后，在坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙内，填充有硅石粉末 50。坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 通过烧结、或熔解后经固化的硅石粉末 50 而粘结。

[0064] 利用填充这种硅石粉末 50，可以抑制坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙，因单晶制造时的加热而扩大，从而石英玻璃坩埚 10 产生膨胀。

[0065] 在此，硅石粉末 50 的纯度和粒度并无特别限定，由于并非直接接触硅熔液所以可以使用纯度较低天然粉，但为减少杂质污染，优选为含有杂质较少的合成粉。

[0066] 可以按如下所示，制造这种石英玻璃坩埚 10。

[0067] 首先，准备由石英玻璃构成，且具有坩埚形状的坩埚基材 20（步骤 a）。

[0068] 在此所准备的坩埚基材 20，可以使用通常的石英玻璃坩埚。但是，为了与利用本发明所制造的石英玻璃坩埚 10 加以区别，在本发明的说明中称为“坩埚基材”。本发明的坩埚基材 20，使用目前工业中所使用的石英玻璃坩埚即可，其制法也并无特别限定，例如，可以使用目前工业中所实施的电弧熔融法。电弧熔融法是指，例如如同专利文献 7 中所揭示的方法：将原料粉供给至旋转中的模具内，形成坩埚状的原料粉体层，自其内侧电弧放电加热并熔融，来制造石英玻璃坩埚。另外，可以利用溶胶-凝胶法或注浆成型法等来制造坩埚基材。此时，坩埚基材的内面，并不一定需要是高纯度层或无气泡层。

[0069] 一方面，如下所述准备用以通过硅石粉末 50 粘结于坩埚基材 20 内侧所需的坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。

[0070] 首先，利用直接法或火焰水解法来制作合成石英玻璃材料（步骤 b）。如果利用直接法或火焰水解法，那么可以制作实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的合成石英玻璃材料。

[0071] 此时，优选制作厚度为 1mm 以上板状的合成石英玻璃材料。如果合成石英玻璃材料的厚度为 1mm 以上，那么如后所述，可以防止加工成坩埚形状时产生破损。并且，如后所述，也可以防止在填充单晶硅原料的多晶硅时产生破损。另一方面，期望合成石英玻璃材料的厚度为 10mm 以下。如果为这种厚度，那么不会过度增加 R 加工等的工时。并且，板状的合成石英玻璃材料也用作光掩模等并在市面上有出售，较易于得到。

[0072] 继而，将合成石英玻璃材料不作粉碎而加工成坩埚形状（步骤 c）。据此，可以形成如图 1 所示的具有坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。

[0073] 在此步骤中，由于是将利用直接法或火焰水解法所制作的合成石英玻璃材料不作粉碎而进行加工，因此可以成为在实际上不含气泡并且杂质也极低的状态下为坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。并且，由于步骤数也变少，因此可以低成本地进行准备。

[0074] 而且，本发明的石英玻璃坩埚的制造中未进行的“合成石英玻璃材料的粉碎”是指，将合成石英玻璃材料加工成粉末（例如，平均粒径为 1mm 以下的粉末），即，并不包括将利

用直接法或火焰水解法所制造的合成石英玻璃材料,直接切割、加工成块状、板状等形状等情况。在本发明的石英玻璃坩埚的制造中,可以进行这种切割、加工等。

[0075] 在此步骤 c 中,将合成石英玻璃材料加工成坩埚形状即可,其具体方法并无特别限定。制作坩埚形状的合成石英玻璃材料 30 时,可以进行适当的消除应力热处理、或酸洗等,所述酸洗用于移除加工步骤中所导入的杂质。并且,在合成石英玻璃材料的坩埚形状的加工中,可以由一个合成石英玻璃材料构成坩埚形状,也可以由二个以上的合成石英玻璃材料构成坩埚形状。

[0076] 由一个合成石英玻璃材料构成坩埚形状时,例如,可以对碳制或合成石英制的夹具一边加热一边推压,或利用合成石英玻璃材料的自重一下子加工成坩埚形状。此时,如果合成石英玻璃材料为板状,那么将容易加工,且较为优选。

[0077] 由二个以上的合成石英玻璃材料构成坩埚形状时,各个合成石英玻璃材料可以为易加工成坩埚形状的合成石英玻璃片。这种合成石英玻璃片的各个的形状并无特别限定。

[0078] 二个以上的合成石英玻璃材料,可利用使用 R 加工等或氢氧焰燃烧器等进行的熔接,由二个以上的合成石英玻璃材料构成坩埚形状。这种加工和熔接等,在后述的粘结于坩埚基材的步骤(步骤 d)之前进行即可。

[0079] 经过如上所述的步骤 b 和步骤 c,准备了坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。

[0080] 而且,坩埚基材的准备(步骤 a)、合成石英玻璃材料的制作和坩埚形状的加工(步骤 b 和步骤 c)可独立进行,可先进行任一步骤,也可同时进行。

[0081] 继而,通过硅石粉末 50,将加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料 30 粘结于坩埚基材 20 的内侧(步骤 d),来制造石英玻璃坩埚 10。在此,需要在坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙内填充硅石粉末 50,但填充方法并无特别限定。

[0082] 例如,如图 1 所示,坩埚基材 20 与合成石英玻璃 30 相重叠后,可以利用熔接坩埚基材 20 的内壁上部与合成石英玻璃材料 30 的外壁上部的一部分(即,保留不熔接的部分),设置从石英玻璃坩埚 10 的外部(上部)与坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙相通的孔洞 40,自该孔洞 40 导入填充硅石粉末 50。如果根据这种方法,那么以一定程度固定坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 后,可以更加稳定地导入硅石粉末 50,因而优选。

[0083] 并且,如果将孔洞 40 设置于多处,那么可以更加有效地导入硅石粉末 50,因而优选。

[0084] 此粘结需要确实地进行。具体来说,例如,有以下 3 种方法。

[0085] (第 1 种粘结方法)

[0086] 在第 1 种粘结方法中,首先,向坩埚基材 20 的内部配置(设置)加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料 30。作为此时的坩埚形状的合成石英玻璃材料 30,可以由一个合成石英玻璃材料加工成坩埚形状,也可以是熔接二个以上的合成石英玻璃材料加工成坩埚形状。并且,预先向坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙填充硅石粉末 50,并将此配置在单晶硅提拉机内。继而,向合成石英玻璃材料 30 的内部填充多晶硅。此时,也可以在合成石英玻璃材料 30 的内部预先填充多晶硅,继而将填充了多晶硅的坩埚配置在单晶硅提拉机内。继而,在单晶硅提拉机内加热多晶硅,利用在单晶硅提拉机内熔融此多晶硅时的加热,在熔融多晶硅的同时,通过硅石粉末 50 进行坩埚基材 20 与坩埚形状的合成石英玻璃材料 30 的粘结。功率(加热所需的接通电力)和加热时间为任意,与通常的多晶硅熔融相同,

可以依据提拉机、坩埚的尺寸等来决定。

[0087] 如果利用此方法,在熔融多晶硅的同时,石英玻璃坩埚 10 制造而成。此时,可以通过在多晶硅的熔融和石英玻璃坩埚的制造之后,继而在提拉机内,利用直拉法自多晶硅的熔融所产生的硅熔液提拉单晶硅,来制造单晶硅。

[0088] 这样一来,在制造石英玻璃坩埚 10 之后直至制造单晶硅为止的期间,无需暂时冷却。因此,可以削减用以制造单晶硅所需要的总能量。并且,可将步骤数的增加控制在最低限度,且可抑制成本上升,除此之外,还存在以下优点:由于内侧有硅熔液,因此合成石英玻璃材料对坩埚基材的粘结可均一进行。

[0089] (第 2 种粘结方法)

[0090] 在第 2 种粘结方法中,向坩埚基材 20 的内部,配置加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料 30,并预先向坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙填充硅石粉末 50。其后使用电炉加热坩埚基材 20 和合成石英玻璃材料 30,通过硅石粉末 50 进行粘结。

[0091] (第 3 种粘结方法)

[0092] 在第 3 种粘结方法中,向坩埚基材 20 的内部,配置加工成坩埚形状的合成石英玻璃材料 30,并预先向坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙填充硅石粉末 50。其后在单晶硅提拉机内,加热坩埚基材 20 和合成石英玻璃材料 30,通过硅石粉末 50 进行粘结。

[0093] 使用第 2 种或第 3 种粘结方法时,可以是由一个合成石英玻璃材料加工成坩埚形状,或是由二个以上的合成石英玻璃材料在经过 R 加工等之后,熔接而成坩埚形状,来作为坩埚形状的合成石英玻璃材料 30,并将其配置在坩埚基材 20 的内部。

[0094] 并且,功率(加热所需的接通电力)或加热时间为任意,可根据需要来决定。

[0095] 而且,第 1 ~ 3 种粘结方法中的任一种方法,均优选设置排气孔,以防止大气气体密闭在坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 的间隙中。

[0096] 经过如上所述的步骤 a ~ d,可以制造图 1 所示的石英玻璃坩埚 10。

[0097] 如果使用这种本发明的石英玻璃坩埚 10 并利用直拉法来制造单晶硅,可以防止因气泡或方晶石导致单晶硅产生位错,来制造单晶硅。

[0098] 使用本发明的石英玻璃坩埚 10,除此以外,可以按通常的直拉法来制造单晶硅。即,通过在本发明的石英玻璃坩埚 10 的内部保持硅熔液,并利用直拉法自该硅熔液提拉单晶硅来制造单晶硅。并且,可以适当地进行一边施加磁场一边培养单晶硅等直拉法相关公知的方法。

[0099] 但是,使用上述的“第 1 种粘结方法”时,如前所述,利用在单晶硅提拉机内熔融多晶硅时的加热,在熔融多晶硅的同时,通过硅石粉末 50 将坩埚基材 20 与合成石英玻璃材料 30 粘结。使用这种方法时,其后自硅熔液进行单晶硅的提拉,可以与利用通常的直拉法来制造单晶硅时相同地进行。

[0100] 而且,构成石英玻璃坩埚 10 且粘结后的合成石英玻璃材料 30,优选厚度为 1mm 以上。为达到上述要求,可以通过以下等操作来进行:在例如合成石英玻璃材料的制造(步骤 b)中,制作厚度在 1mm 以上板状的合成石英玻璃材料,将其加工成坩埚形状,通过硅石粉末 50 粘结于坩埚基材 20。

[0101] 如果合成石英玻璃材料 30 的厚度为 1mm 以上,可以防止填充单晶硅原料的多晶硅时产生破损。并且,在单晶硅的制造中,可以防止由于合成石英玻璃材料 30 的熔解导致硅

熔液与硅石粉末 50 或坩埚基材 20 接触。据此,可使硅熔液与实际上不含气泡并且杂质浓度也极低的坩埚内表面始终接触,并可以更加有效地防止单晶硅产生位错。另一方面,从成本出发更期望为,合成石英玻璃材料 30 的厚度为 10mm 以下。

[0102] [实施例]

[0103] 以下,列举实施例和比较例具体地说明本发明,但本发明并不限于这些。

[0104] (实施例 1)

[0105] 如图 1 所示,将直径 26 英寸 (660mm) 的石英坩埚作为外坩埚,将用直接法所制作的厚度为 5mm 的合成石英玻璃板材,变形 / 加工成直径为 620mm 的坩埚形状后,作为内坩埚,并以形成 8 处长度为 20mm 的孔洞的方式,利用氢氧焰燃烧器熔接外坩埚的内壁上部与内坩埚的外壁上部。其后,自 8 处孔洞分别向外坩埚与内坩埚的间隙填充 15kg 硅石粉末,并将间隙填埋。向以这种方式所准备的内坩埚内填充 170kg 多晶硅原料,并在单晶硅提拉机内进行多晶硅原料的熔融。此时,在熔融多晶硅原料的同时,将填充于间隙的硅石粉末作成烧结体,来粘结坩埚。

[0106] 准备这种石英玻璃坩埚 10 个 (= 10 批),在各个坩埚中,提拉 2 根直径为 200mm 的单晶硅。其结果是,在所有坩埚中,提拉第 1 根和第 2 根时,内坩埚与外坩埚的间隙均未扩大,且内坩埚也未膨胀。而且被提拉的 2 根单晶硅均未产生位错,不进行再熔融就提拉全部 20 根 DF (无位错 (dislocation-free)) 结晶,可以按当初的预定来结束提拉 2 根结晶的作业。此时的结果示于下述表 1。

[0107] (比较例 1)

[0108] 将利用直接法所制作的厚度为 5mm 的合成石英玻璃板材,变形 / 加工成坩埚形状,并设置于直径 26 英寸 (660mm) 的石英坩埚的内侧,利用氢氧焰燃烧器熔接两者的上端。向其填充多晶硅原料,并进行多晶硅原料的熔融。即,不向内坩埚与外坩埚的间隙填充硅石粉末。而且,多晶硅的进料量为 170kg。

[0109] 准备这种坩埚 10 个 (= 10 批),在各个坩埚中,提拉 2 根直径为 200mm 的硅结晶。其结果是,在所有坩埚中,提拉第 1 根时内坩埚与外坩埚的间隙未膨胀,且内坩埚也未膨胀。并且,硅结晶未产生位错,不进行再熔融就可获得 10 根 DF (无位错) 结晶。但是提拉第 2 根时,2 个坩埚的内坩埚向内侧膨胀,不得不放弃提拉结晶。此时的结果示于下述表 1。

[0110] (比较例 2)

[0111] 向以往的直径为 26 英寸 (660mm) 的石英坩埚内填充多晶硅原料,进行多晶硅原料的熔融。而且,多晶硅的进料量为 170kg。

[0112] 准备这种坩埚 10 个 (= 10 批),在各个坩埚中,提拉 2 根直径为 200mm 的硅结晶。其结果是,在 10 个坩埚的合计中,提拉第 1 根时有 9 次、提拉第 2 根时有 5 次硅结晶产生位错。通过将这些进行再熔融最终获得全部 20 根 DF (无位错) 结晶,但由于再熔融导致生产性降低。此时的结果示于下述表 1。

[0113] 而且,由于在比较例 2 中使用的是以往的只由外坩埚所构成的石英坩埚,因此自然不会发生内坩埚与外坩埚的间隙因热量而扩大从而导致的坩埚膨胀。因此在下述表 1 中,为了与实施例 1 的结果加以区别,用斜线表示。

[0114] 表 1

[0115]

	实施例		比较例 1		比较例 2	
坩埚形态	内坩埚+外坩埚 间隙中填充硅石粉末		内坩埚+外坩埚 不填充硅石粉末		以往的石英坩埚 (只有外坩埚)	
多次填充次数	1	2	1	2	1	2
10 批中产生位 错的总次数	0	0	0	0	9	5
膨胀的坩埚数	0	0	0	2		

[0116] 从表 1 得知, 如果按照本发明的石英玻璃坩埚的制造方法, 将无气泡且杂质浓度也极低的合成石英玻璃材料, 作为坩埚内面部的构成材料, 那么就可以抑制单晶硅产生位错。并且此时, 向外坩埚与内坩埚的间隙填充硅石粉末, 并通过该硅石粉末来粘结这些坩埚彼此, 由此, 前述间隙因单晶制造时的加热而扩大, 从而可以抑制制造中的坩埚产生膨胀。

[0117] 而且, 在上述的比较例中, 当产生位错时, 其后进行再熔融, 并再次培养单晶硅, 最终获得了无位错的单晶硅。但是为了缩短制造时间并提高生产性, 要求防止产生位错, 因此本发明在提高生产性上, 极为有效。并且, 由于接触硅熔液的是高纯度的合成石英玻璃, 因此所获得的单晶硅也可以实现高纯度化。

[0118] 另外, 本发明并不限于上述实施方式。上述实施方式为例示, 具有与本发明的权利要求范围中所述的技术思想实质相同的结构, 并发挥相同作用效果的技术方案, 均包含在本发明的技术范围内。

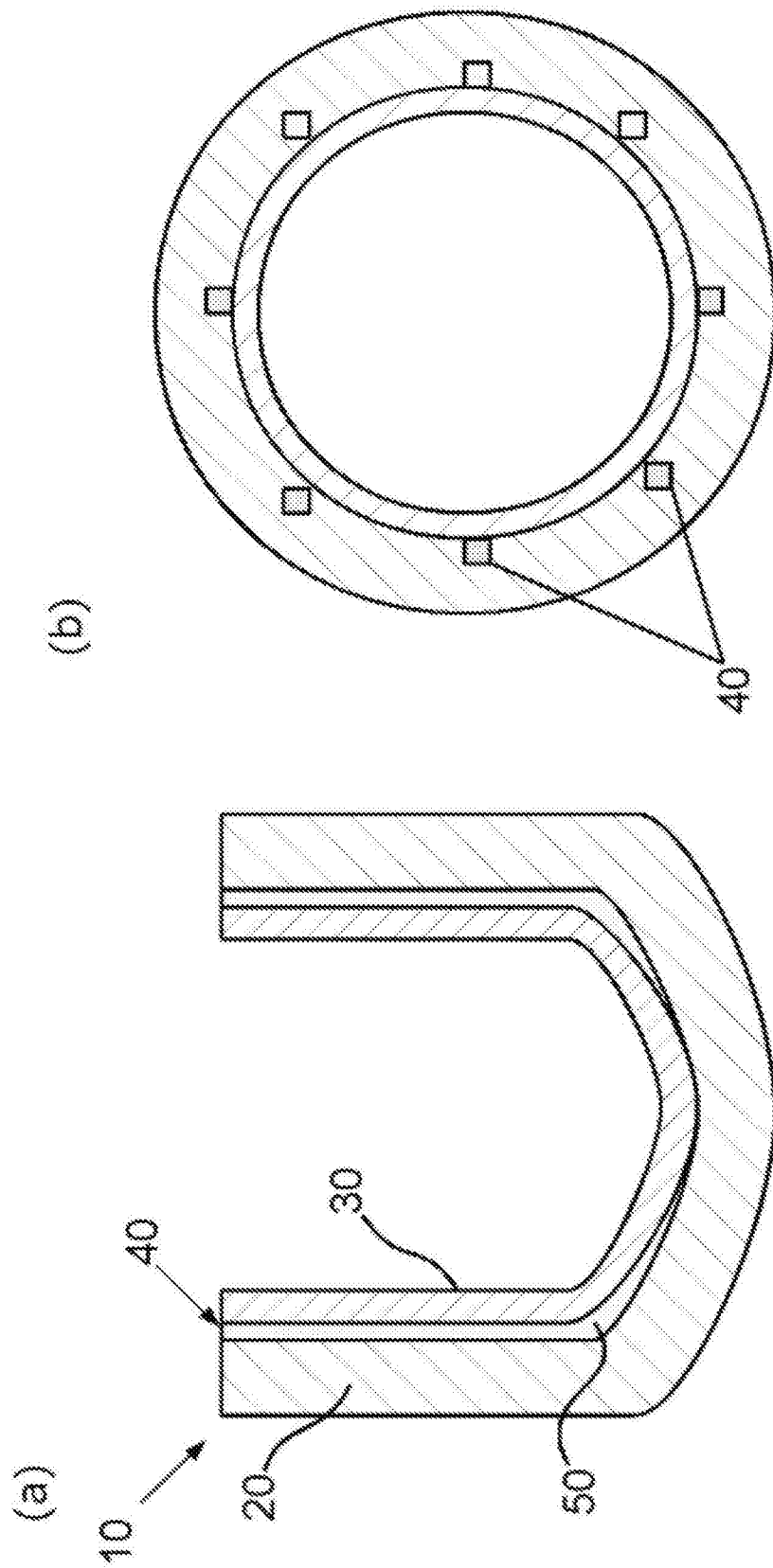


图 1