

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-144379

(P2012-144379A)

(43) 公開日 平成24年8月2日(2012.8.2)

(51) Int.Cl. F I テーマコード(参考)
C30B 29/06 (2006.01) C30B 29/06 502K 4G077
C30B 15/00 (2006.01) C30B 15/00 Z

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2011-1357(P2011-1357)
 (22) 出願日 平成23年1月6日(2011.1.6)

(71) 出願人 000190149
 信越半導体株式会社
 東京都千代田区大手町二丁目6番2号
 (74) 代理人 100102532
 弁理士 好宮 幹夫
 (72) 発明者 矢島 渉
 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平1
 50番地 信越半導体株式会社白河工場内
 (72) 発明者 熊耳 豊
 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平1
 50番地 信越半導体株式会社白河工場内
 Fターム(参考) 4G077 AA02 BA04 CF10 EA06 EG21
 EG28 HA12 PA03 PA16

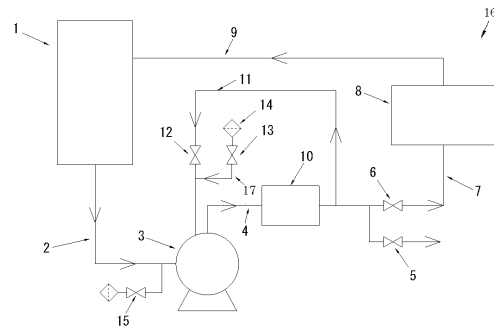
(54) 【発明の名称】 単結晶の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 機器破損等を防止しながら、堆積したSiO₂微粉の燃焼を行い、安定して単結晶の製造を実施できる単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー(CZ)法により、単結晶製造装置1内からドライ真空ポンプ3により不活性ガスを排出しながら、単結晶インゴットを引き上げる単結晶の製造方法であって、前記ドライ真空ポンプ3以降のラインに、1~2日に一回の頻度で大気を導入して前記ライン内のSiO₂微粉を燃焼させる単結晶の製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

CZ法により、単結晶製造装置内からドライ真空ポンプにより不活性ガスを排出しながら、単結晶インゴットを引き上げる単結晶の製造方法であって、

前記ドライ真空ポンプ以降のラインに、1～2日に一回の頻度で大気を導入して前記ライン内のSiO₂微粉を燃焼させることを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 2】

前記排出した不活性ガスを、前記ドライ真空ポンプの後段の回収装置により回収して精製し、該精製した不活性ガスを前記単結晶製造装置内に導入することを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

10

【請求項 3】

前記大気の導入は、前記単結晶インゴットを前記単結晶製造装置からの取り出しの都度行うことを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 4】

前記一回の大気の導入を、10分以上行うことを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ドライ真空ポンプにより不活性ガスを排出しながら単結晶インゴットを引き上げる単結晶の製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0002】

チョクラルスキー法(CZ法)により、シリコン等の単結晶を製造する際には、単結晶製造装置を用い、不活性ガス雰囲気下の単結晶製造装置内で、種結晶をルツボ内のシリコン融液に接触させ、回転させながら引き上げることで、単結晶を育成する。このような単結晶製造装置内の不活性ガスを、ドライ真空ポンプにて排出し、回収装置で回収して循環させる技術が、例えば特許文献1等に示されている。

【0003】

また、ここで使用するドライ真空ポンプの内部を冷却する為に、ドライ真空ポンプで排出された不活性ガスの一部を熱交換器等を通して冷却し、この冷却された不活性ガスをドライ真空ポンプの内部冷却ラインに送り込む技術が、例えば特許文献2等に示されている。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開平7-33581号公報

【特許文献2】特開平11-199388号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

40

【0005】

このような、ドライ真空ポンプにより回収される不活性ガスの一部を熱交換器等のガス冷却用機器により冷却する際、単結晶製造装置内から排出される不活性ガスには、多量のSiO₂(一酸化ケイ素)微粉が同伴される。このため、ドライ真空ポンプの後段の配管、及び構成機器の内部にはSiO₂微粉が酸素と反応していない不安定な状態で堆積する。

このような系内の掃除の際に、SiO₂微粉の燃焼、安定化を目的として大気を導入すると、SiO₂微粉と酸素が急激に反応して、発火や急激な圧力上昇が生じ、機器破損等につながる可能性がある。これは、従来、大気導入を操業終了時に実施していたため、大気を導入するタイミングが不定期かつ長期化し、長いもので1～2週間の間隔になり、大量のSiO₂微粉が堆積していたためである。

50

【0006】

本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであって、機器破損等を防止しながら、操業中に堆積したSiO₂微粉の燃焼を行い、安定して単結晶の製造を実施できる単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記目的を達成するために、本発明は、CZ法により、単結晶製造装置内からドライ真空ポンプにより不活性ガスを排出しながら、単結晶インゴットを引き上げる単結晶の製造方法であって、前記ドライ真空ポンプ以降のラインに、1～2日に一回の頻度で大気を導入して前記ライン内のSiO₂微粉を燃焼させることを特徴とする単結晶の製造方法を提供

10

【0008】

このように、単結晶引き上げの操業中であっても上記頻度で大気導入を行って、ライン内のSiO₂微粉を燃焼させることで、SiO₂微粉が大量に堆積する前に燃焼させることができるため、過剰に温度が上昇することを防止できる。これにより、操業終了時の装置の掃除、解体の際にも機器破損等のトラブルが無く、効率的に単結晶を製造することができる。

【0009】

このとき、前記排出した不活性ガスを、前記ドライ真空ポンプの後段の回収装置により回収して精製し、該精製した不活性ガスを前記単結晶製造装置内に導入することが好ましい。

20

このような、回収装置により不活性ガスを循環させる場合には、回収循環時にはエアの導入は許されないことから、ライン内へのSiO₂微粉の堆積が顕著になるため、定期的に回収を中断して大気の導入を行う本発明の方法が好適である。また、大気導入時以外は不活性ガスを循環させることで、単結晶の製造コストを低減できる。

【0010】

このとき、前記大気の導入は、前記単結晶インゴットを前記単結晶製造装置からの取り出しの都度行うことが好ましい。

このようなタイミングで大気の導入を行うことで、操業中でも、比較的容易に大気をラインに導入することができる。また、一本の単結晶インゴットの育成、取り出しまでの期間が1～2日の範囲に入るため、本発明の大気導入が、1～2日に一回の頻度で確実に実施可能である。さらに、不活性ガスを回収循環させる場合も、このタイミングで中断するのであれば回収を容易に実施できる上に、操業上の問題も生じない。

30

【0011】

このとき、前記一回の大気の導入を、10分以上行うことが好ましい。

このように、10分以上大気導入することで、SiO₂微粉を十分に燃焼させて、不活性にすることができる。

【発明の効果】

【0012】

以上のように、本発明によれば、ドライ真空ポンプで排出された不活性ガスにより堆積したSiO₂微粉を、機器破損等のトラブル無く燃焼することができるため、安定した単結晶製造を行うことができる。

40

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】本発明の単結晶の製造方法に用いることができる単結晶引き上げ装置の一例を示す構成図である。

【図2】実施例、比較例における燃焼前後の温度差と、大気導入したタイミングを示すグラフである。

【図3】実施例、比較例における大気導入による温度変化を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

50

【 0 0 1 4 】

以下、本発明について、実施態様の一例として、図を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【 0 0 1 5 】

本発明の製造方法では、例えば図 1 に構成図として示す C Z 法による単結晶製造設備 16 を用いることができる。

単結晶製造設備 16 は、単結晶インゴットを引き上げるための単結晶製造装置 1 と、単結晶製造装置 1 にチャンバー排気ライン 2 で接続され、単結晶製造装置 1 内の不活性ガスを排出するドライ真空ポンプ 3 と、ドライ真空ポンプ 3 に真空ポンプ排気ライン 4 で接続された除熱 / 除塵機器 10 と、除熱 / 除塵機器 10 に回収ライン 7 で接続され、不活性ガスを回収、精製する回収装置 8 とを有し、回収装置 8 で精製された不活性ガスを精製ガス供給ライン 9 を通じて単結晶製造装置 1 内に導入する。これにより、単結晶製造装置 1 内に導入する不活性ガスを循環させながら再利用することができる。

10

【 0 0 1 6 】

また、除熱 / 除塵機器 10 を通った不活性ガスの一部を、冷却用にドライ真空ポンプ 3 に送り込むためのポンプ冷却ガスライン 11 も設けられる。これらのラインには、大気導入切替弁 15、ガス回収切替弁 6、大気開放切替弁 5、ポンプ冷却ガス切替弁 12、ポンプ冷却エア切替弁 13 が設けられている。

さらに、新たな不活性ガスを供給するための不図示のタンクからのラインも単結晶製造装置 1 に接続されている。

20

【 0 0 1 7 】

ドライ真空ポンプ 3 を冷却するためのポンプ冷却ガスライン 11 には、ドライ真空ポンプ 3 内部の温度上昇時に破損することを防止する目的で、ポンプ冷却エア導入ライン 17 が設けられており、ポンプ冷却ガス切替弁 12、ポンプ冷却エア切替弁 13、除塵用のポンプ冷却エアフィルター 14 が設置されている。このポンプ冷却エア導入ライン 17 は急激に大流量の大気が導入されないようにポンプ冷却ガスライン 11 の半分以下の直径の配管サイズが望ましい。さらに、ポンプ冷却エア切替弁 13 のバルブを徐々に開く機構を付加すれば、大気の導入流量の調節により効果的である。

【 0 0 1 8 】

冷却エア導入時に導入された大気が回収装置 8 に流れ込まないように、ガス回収切替弁 6 及び大気開放切替弁 5 を設けている。また、大気導入切替弁 15 は、従来から行われていた操業終了時の排気系内の掃除、及び、SiO₂微粉の燃焼を目的として大気を導入するラインに設置される。

30

【 0 0 1 9 】

このような単結晶製造設備 16 を用いて、単結晶製造装置 1 内で、ルツボに收容された例えばシリコン融液に種結晶を接触させ、その後種結晶を回転させながら引き上げることで、シリコン単結晶インゴットを C Z 法により育成することができる。その際、不活性ガスとして、例えば Ar ガスを単結晶製造装置 1 内に供給しながら、一方で単結晶製造装置 1 内から不活性ガスをドライ真空ポンプ 3 により排出して回収、精製する。

【 0 0 2 0 】

そして、本発明は、ドライ真空ポンプ 3 以降のラインに、1 ~ 2 日に一回の頻度で大気を導入してライン内の SiO₂ 微粉を燃焼させる。この大気の導入は、操業中であっても、また不活性ガス回収装置を具備するものであっても行うようにする。

40

ライン内部等に堆積した SiO₂ 微粉は、装置の解体、掃除等の前に予め燃焼させて酸化することにより安定化させる必要がある。従来では、操業終了時 (1 バッチ毎)、装置の掃除前に大気導入を行っていたため、操業の 1 ~ 2 週間の間堆積した大量の SiO₂ 微粉の燃焼により、装置が破損する可能性があった。しかし、本発明では、1 ~ 2 日に一回の頻度で大気導入を行うことで、大気導入の一回当たりの燃焼度合が緩和され、急激な温度上昇や圧力上昇等は防止することができる。これにより、装置の掃除、解体の際の大気導入による機器破損等も発生しない。従来、2 週間経過時に大気を導入した場合には燃焼前

50

(大気導入前)の温度に対し約300 上昇したが、本発明において1.5日経過時に大気導入した場合は、20~70 の温度上昇にまで緩和された。

ただし、このような大気導入を1日未満の間隔で行うと、生産性が悪化し、また、引き上げる単結晶の結晶性にも影響が出てくる可能性もある。また、不活性ガスの回収効率が低下してコストアップにもつながる。一方、大気導入を2日より長い間隔をあけて行うと、SiO₂微粉の堆積量が多くなり、燃焼による温度変化が大きくなって、機器破損が生じやすくなる。従って、1~2日に一回の頻度が適切である。

【0021】

また、上記したような回収装置8を有し、不活性ガスを回収、精製して循環させ、さらに、不活性ガスの一部をドライ真空ポンプ3の冷却用に循環させる装置では、原則として操業中はエアーを導入できないことからSiO₂微粉の堆積が顕著であり、本発明の方法を用いるのが好適である。すなわち、大気を導入する時だけ、ガス回収切替弁6を閉じ、大気開放切替弁5を開けることで、大気が混入したガスが回収装置8、精製ガスライン9に入らないようにする。これにより、操業中であってもライン内のSiO₂微粉を燃焼させることができるし、大気導入が完了したら、弁の切替をすることで再び不活性ガスの回収を行うことができる。従って、本発明であれば、不活性ガスを回収、精製して循環させることによりコストを低減でき、かつ安定した操業を実施できる。

【0022】

このような、大気導入は、単結晶インゴットを単結晶製造装置からの取り出しの都度行うことが好ましい。

一本の単結晶インゴットの取り出しまでに要する期間は平均約1.5日前後であるため、取り出しの都度行うことで、確実に本発明の方法を実施できる。そして、単結晶インゴット取り出しの際であれば、操業中であっても、製造する単結晶の結晶性等に影響はなく、安全かつ効率的に大気導入を行うことができる。

【0023】

また、一回の大気の導入を、10分以上行うことが好ましい。

このように、10分以上大気を導入することで、SiO₂微粉を十分に燃焼、酸化させることができる。ただし、長すぎても無駄であるので、2時間以下とするのが好ましい。

【0024】

以下、上記した本発明の方法において、図1の装置を用いて大気を導入する際の動作を説明する。

まず、本発明は操業中に大気を導入するため、単結晶製造装置1内の真空度に影響を及ぼす大気導入切替弁15ではなく、例えばポンプ冷却エア切替弁13より大気を導入することが好ましい。ただし、これらは、装置の構成等により適宜決定することができる。

【0025】

まず、単結晶製造装置1からシリコン単結晶インゴットを取り出した際に、ポンプ冷却ガス切替弁12を閉め、かつ、ポンプ冷却エア切替弁13を開けることで、ドライ真空ポンプ3以降のラインに大気を導入して、ライン内のSiO₂微粉を燃焼させる。このとき回収装置8へは大気が入り込まないようにガス回収切替弁6を閉め、かつ、大気開放切替弁5を開けて、導入された大気を含む排ガスを回収ライン外に排出する。

この際、ドライ真空ポンプ3内部の温度が上昇した場合にはポンプ冷却エア切替弁13より大気を導入し、ドライ真空ポンプ3の故障を避けるようになっている。

【0026】

また、操業終了時に大気導入を行う場合には、大気導入切替弁15を開けてライン内に大気を導入し、大気開放切替弁5により排出することができる。この場合も、ドライ真空ポンプ3内部の温度が上昇した場合には、ポンプ冷却エア切替弁13より大気を導入し、ドライ真空ポンプ3の故障を避けることができる。

【実施例】

【0027】

以下、実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに

10

20

30

40

50

限定されるものではない。

(実施例、比較例)

図1に示す単結晶製造装置を用いて、単結晶を製造した。製造条件は、真空ポンプ排気能力9000L/min、Arガス量40~300L/min、炉内圧20~180hPa、ルツボ口径36インチ(91cm)、チャージ量350kg、結晶直径300mmとした。

この際、大気を導入するタイミング(経過時間)を変えて、大気導入の際の温度変化を調べた。調べた結果を図2に示す。図2のグラフの縦軸は、大気導入直前の温度を0とした相対温度(温度変化量)で、横軸は前の大気導入時を0とした経過時間(大気導入の間隔)である。

【0028】

図2に示すように、70時間以上大気を導入しない場合、燃焼温度差が大きくなる傾向となった。逆に、40時間以内、最長でも2日以内に大気を導入すれば、燃焼温度差はおおよそ40以下に安定している。この結果より大気導入の頻度は最長2日に一回とすれば安全であると判断した。

また、24時間未満で大気を導入する場合には、上記条件ではシリコン単結晶インゴット一本の取り出しのタイミングよりも早いため、大気の導入が困難で結晶性に影響がでてしまい、かつ、生産性も悪化した。

【0029】

また、35時間後に大気導入した際と、120時間後に大気導入した際の温度変化を図3に示す。図3のグラフの縦軸は、大気導入直前の温度を0とした相対温度(温度変化量)で、横軸は、大気導入時を0とした経過時間である。図3に示すように、120時間後の場合には、大きな温度変化が急激に生じ、35時間後の場合には、温度変化が40以下で、SiO微粉は緩やかに燃焼していることが分かる。

【0030】

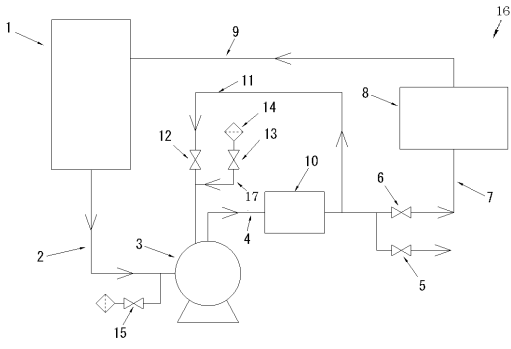
なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態では、ドライ真空ポンプの後段に回収装置が接続されている場合について説明したが、回収装置が接続されていない場合についても本発明に含まれる。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【符号の説明】

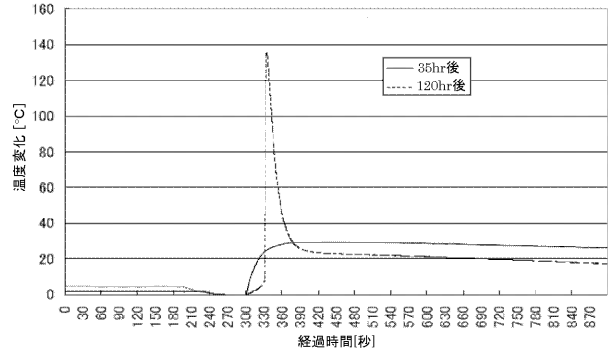
【0031】

- 1 ... 単結晶製造装置、 2 ... チャンバー排気ライン、 3 ... ドライ真空ポンプ、
- 4 ... 真空ポンプ排気ライン、 5 ... 大気開放切替弁、 6 ... ガス回収切替弁、
- 7 ... 回収ライン、 8 ... 回収装置、 9 ... 精製ガス供給ライン、
- 10 ... 除熱/除塵機器、 11 ... ポンプ冷却ガスライン、
- 12 ... ポンプ冷却ガス切替弁、 13 ... ポンプ冷却エア切替弁、
- 14 ... ポンプ冷却エアフィルター、 15 ... 大気導入切替弁、
- 16 ... 単結晶製造設備、 17 ... ポンプ冷却エア導入ライン。

【 図 1 】



【 図 3 】



【 図 2 】

