

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2014-527013

(P2014-527013A)

(43) 公表日 平成26年10月9日 (2014. 10. 9)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 3 0 B 29/06 (2006. 01)	C 3 0 B 29/06 5 0 1 Z	4 G 0 7 2
F 2 7 B 14/08 (2006. 01)	F 2 7 B 14/08	4 G 0 7 7
C 3 0 B 11/00 (2006. 01)	C 3 0 B 11/00 Z	4 K 0 4 6
C 0 1 B 33/02 (2006. 01)	C 0 1 B 33/02 E	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2014-523949 (P2014-523949)	(71) 出願人	508320321 ジーティーエイティー・コーポレーション アメリカ合衆国、03063 ニュー・ハ ンプシャー州、ナシュア、トラファルガー ・スクエア、20
(86) (22) 出願日	平成24年7月17日 (2012. 7. 17)	(74) 代理人	100102668 弁理士 佐伯 憲生
(85) 翻訳文提出日	平成26年3月31日 (2014. 3. 31)	(74) 代理人	100182486 弁理士 中村 正展
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/047061	(74) 代理人	100189131 弁理士 佐伯 拓郎
(87) 国際公開番号	W02013/019401	(74) 代理人	100147289 弁理士 佐伯 裕子
(87) 国際公開日	平成25年2月7日 (2013. 2. 7)	(74) 代理人	100158872 弁理士 牛山 直子
(31) 優先権主張番号	61/514, 019		
(32) 優先日	平成23年8月1日 (2011. 8. 1)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

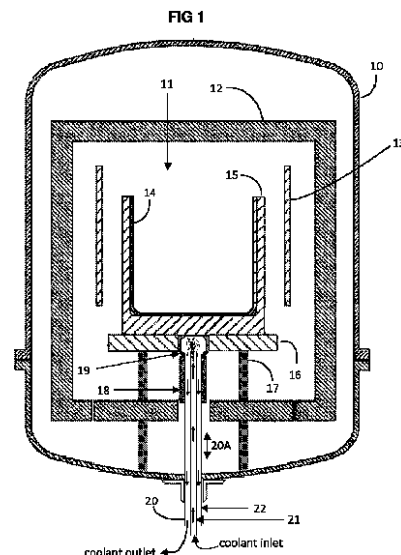
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液冷式熱交換機

(57) 【要約】

少なくとも原料物質を含んでいる坩堝及び結晶性インゴットの成長を促進するためにそれから熱を除去するための坩堝の下へ司直に移動可能な液冷式熱交換機を含んでいる結晶成長炉が開示されている。液冷式熱交換機は、冷却液を用いて坩堝から熱を除去するために、坩堝との熱伝達内へ垂直移動可能である高い熱伝導性物質で作られた熱除去バルブを含んでいる。封管外部ジャケット内に包まれている液冷式熱交換機も、垂直に移動できる液冷式熱交換機を用いる結晶性インゴットを製造するための一方法として開示されている。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

少なくとも原料物質を含んでいる坩堝；並びに

約 $200\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{k})$ より大きい熱伝導度を有している物質で作られた熱除去バルブ；及び

冷却液注入管及び冷却液排出管（ここで、冷却液注入管、冷却液排出管、又はその両方は冷却液がそこを通過して循環するように熱除去バルブに取り付けられている）：を含んでいる；

坩堝の下を垂直に移動可能な液冷式熱交換機：を含んでいる、
結晶性インゴットを成長させる結晶成長炉。

10

【請求項 2】

冷却液が水を含んでいる、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 3】

物質が、原料物質の融点未満の融点を有している、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 4】

原料の融点と物質の融点が 455 未満異なっている、請求項 3 に記載の結晶成長炉。

【請求項 5】

原料の融点と物質の融点が 330 未満異なっている、請求項 3 に記載の結晶成長炉。

【請求項 6】

物質が銅、銀又は金を含んでいる、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

20

【請求項 7】

冷却液注入管から冷却液を受け取って、冷却液排出管を通過して冷却液を放出する内部空洞を有している、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 8】

内部空洞の形状が球根状である、請求項 7 に記載の結晶成長炉。

【請求項 9】

冷却液注入管と冷却液排出管が同軸である、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 10】

冷却液注入管が冷却液排出管の内側にある、請求項 9 に記載の、結晶成長炉。

【請求項 11】

冷却液排出管が冷却液注入管の内側にある、請求項 9 に記載の、結晶成長炉。

30

【請求項 12】

冷却液注入管と冷却液排出管が炉内で断熱被膜に包まれている、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 13】

断熱被膜がグラファイト又はアルミナで作られている、請求項 12 に記載の結晶成長炉。

【請求項 14】

液冷式熱交換機が坩堝との熱接触内へ垂直に移動可能である、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

40

【請求項 15】

坩堝が坩堝支持体の上であって液冷式熱交換機が坩堝支持体との熱接触内垂直に移動する、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 16】

坩堝支持体が、熱除去バルブを受け取る大きさ及び形状の開口部を含んでいて、熱除去バルブが開口部内を垂直に移動可能である、請求項 15 に記載の結晶成長炉。

【請求項 17】

坩堝が、坩堝支持体の上にある坩堝ボックス内に収容され、そして液冷式熱交換機が坩堝支持体との熱接触内を垂直に移動可能である、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 18】

50

坩堝支持体が熱除去バルブを受け取る大きさ及び形状の開口部を含み、そして熱除去バルブが開口部内を垂直に移動可能である、請求項 17 に記載の結晶成長炉。

【請求項 19】

液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内にある、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 20】

液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内を坩堝との熱伝達内へ垂直移動可能である、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 21】

坩堝が坩堝支持体上にあり、そして液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内を坩堝支持体との熱伝達内へ垂直移動可能である、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

10

【請求項 22】

坩堝支持体が、封管外部ジャケットを受け取る大きさ及び形状の開口部を含んでいる、請求項 21 に記載の結晶成長炉。

【請求項 23】

坩堝が坩堝支持体の上にある坩堝ボックス内に収容され、そして液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内を坩堝支持体との熱伝達内へ垂直移動可能である、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 24】

坩堝支持体が、封管外部ジャケットを受け取る大きさ及び形状の開口部を含んでいる、請求項 23 に記載の結晶成長炉。

20

【請求項 25】

封管外部ジャケットがモリブデン又はグラファイトで作られている、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 26】

封管外部ジャケットが真空注入ポート、不活性ガス注入ポート及び過剰圧力放出弁を結晶成長炉の外部に含んでいる、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 27】

封管外部ジャケットが更に不活性ガスを含んでいる、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 28】

封管外部ジャケットが固定されている、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

30

【請求項 29】

封管外部ジャケットが垂直に移動可能である、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 30】

封管外部ジャケットが坩堝支持シャフトである、請求項 19 に記載の結晶成長炉。

【請求項 31】

原料物質が多結晶シリコンを含んでいる、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 32】

結晶性インゴットがシリコンである、請求項 1 に記載の結晶成長炉。

【請求項 33】

液冷式熱交換機が約 $200\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{k})$ より大きい熱伝導度を有している物質で作られた熱除去バルブ及び冷却液注入管及び冷却液排出管（ここで、冷却液注入管、冷却液排出管、又はその両方は、冷却液がその中を循環するように熱除去バルブに取り付けられていて、液冷式熱交換機は垂直に移動可能である）を含んでいる、液冷式熱交換機。

40

【請求項 34】

液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内にある、請求項 33 に記載の液冷式熱交換機。

【請求項 35】

少なくとも原料物質を含んでいる坩堝を結晶成長炉内に置くこと；

坩堝の下を垂直に移動可能な液冷式熱交換機の中に冷却液を循環させること（ここで、液冷式熱交換機は、約 $200\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{k})$ より大きい熱伝導度を有している物質で作られた熱除去バルブ、冷却液注入管及び冷却液排出管（ここで、冷却液注入管、冷却液排出

50

管、又はその両方は、冷却液がその中を循環するように熱除去バルブに取り付けられている)を含んでいる);

坩堝内の少なくとも原料物質を加熱及び溶融すること;及び

結晶性インゴットの成長を促進するために、液冷式熱交換機を坩堝との熱伝達内へ垂直に移動すること;

の工程を含んでいる、結晶成長炉で結晶性インゴットを製造する方法。

【請求項 36】

液冷式熱交換機を垂直に移動することが、少なくとも原料物質の溶融を観察して得られた原料によって制御される、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 37】

液冷式熱交換機が封管外部ジャケット内に包まれていて、方法が更に、坩堝内の少なくとも原料物質を加熱及び溶融する前に、封管外部ジャケットを空にして不活性ガスで埋め戻す工程を含んでいる、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 38】

不活性ガスを少なくとも約 5 ~ 15 p s i g まで埋め戻す、請求項 35 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、2011年8月1日出願された、米国仮特許出願第 61 / 514 , 019 号の優先権を主張する。

【0002】

(技術分野)

本発明は、坩堝の下へ垂直に移動できる液冷式熱交換機を含んでいる結晶成長炉に関する。

【背景技術】

【0003】

結晶成長炉は、溶融した原料物質から結晶物質を製造するために用いられている。原料は最初に坩堝内で溶融され、次いで、結晶物質、例えば、結晶性インゴットに再凝固される。溶融した原料から結晶性インゴットを製造するために幾つか方法が用いられている。例えば、チョクラルスキー (CZ)、直接凝固 (DSS) 及び熱交換法 (HEM) の炉の全ては、シリコン原料物質を溶融して結晶性シリコンインゴットを製造するために用いることができる。しかしながら、溶融した原料をインゴットに再凝固する方法はそれらの間で異なっている。CZ方法では、最初にシリコンの種を沈め、上から溶融物の中に、懸濁し、次いでゆっくり部分的に溶融した種を「引き」上げて引き出し、そしてシリコンが冷却し始めて「上から下に」凝固して、プールとしても知られている、シリコンインゴットを形成することによって、溶融した原料からシリコンインゴットが製造される。形成されたインゴットは自然に単結晶になり、半導体及び太陽電池への適用に非常に適している。しかしながら、CZ方法で製造されたシリコンインゴットの比較的小さいサイズは、製造コストの割に、この方法を大量生産のためには実施困難にし、そして太陽電池産業用のシリコンウェファーを作成するために大きいインゴットサイズが必要とされている。

【0004】

CZとは違って、DSS及びHEM方法は、一般に原料を溶融したのと同じ坩堝内で、坩堝の底から「上方」に溶融原料物質を結晶性インゴットに再凝固する。これらの方法はCZより大きいインゴットサイズを製造するために用いることができる。数種類の結晶性インゴット、例えば、シリコン及びサファイアインゴットをDSS及びHEM方法で製造できる。しかしながら、DSS及びHEM方法で溶融原料物質を再凝固する手段は、炉の構造に起因して異なっている。具体的にDSSシステムでは、原料を含んでいる四角い坩堝を加熱し、原料を十分に溶融して、次いで溶融原料からの熱を坩堝の底面全体から水冷された炉室壁の下へ放射可能にする。下から坩堝を冷却する方法は、インゴットを形

10

20

30

40

50

成する「上昇型」凝固を促進する温度勾配を生じる。

【0005】

DSS方法とは違って、HEM方法は、熔融物質から熱をより集中的に取り出すために坩堝の底との熱輸送路内に熱交換機を位置づけることによって熔融物質内に温度勾配を生じる。熱交換機の上部を循環している、冷却剤、例えば、ある特定の気体は取り出された熱を坩堝の底から取り除いて、結晶化を始めてインゴットが産生する「上昇型」凝固が促進する。ヘリウムは一般に、冷却剤として炉の熱交換に用いられる。しかしながら、ヘリウムは、他の冷却ガスと同様に、さほどの質量を有していないので、熔融物質を含んでいる坩堝から大量の熱を吸収する能力が小さい。その結果、結晶の成長を促進して保持するために坩堝を通して熱交換機内へ、熔融物から大量の熱の熱流路及び熱流を保持するために大量のガスを熱交換機を通して循環させなければならない。

10

【0006】

冷却ガスとは違って、冷却液はかなりの質量を有している。例えば、水はかなりの質量を有しているので坩堝から大量の熱を吸収する著しい能力を有しているために、非常に優れた冷却液である。しかしながら、液冷熱交換機から炉壁内への如何なる漏水も著しい量の蒸気圧を生ずる可能性があるので、結晶成長炉内の熱交換機における冷却液としてのその使用は警戒されている。

【0007】

このように、結晶物質を成長させるために熱交換機で用いられる冷却ガスを超える、水を含む冷却液の優れた冷却能力を生かすことが業界で必要とされている。

20

【発明の概要】

【0008】

本発明は、少なくとも熔融される原料を含んでいる坩堝の下に液冷式熱交換機を含んでいる結晶成長炉に関する。液冷式熱交換機は坩堝との熱輸送路へ坩堝の下を垂直に移動でき熔融した原料物質の結晶性インゴットへの再凝固を促進する。そしてこれは約200/W(m·k)より大きい熱伝導性値を有している物質で作られた熱除去バルブ及び冷却液注入管及び冷却液排出管を含んでいて、注入管、排出管、又は両方は冷却液がそこを通過して循環するように熱除去バルブに取り付けられている。材料が銅から成り、そして冷却液が水から成ることが好ましい。一実施態様では、液冷式熱交換機は坩堝との熱接点に垂直に移動する。別の実施態様では、坩堝支持体の上に位置していて、液冷式熱交換機は坩堝支持体との接点に垂直に移動する。別の実施態様では、少なくとも熔融される原料物質がシリコンである場合は、坩堝が坩堝支持体の上にある坩堝ボックス内にあって、液冷式熱交換機が坩堝支持体との熱接点に垂直に移動することが好ましい。別の実施態様では、結晶成長炉は、密封されて坩堝の下に封管外部ジャケット内を垂直に移動する液冷式熱交換機を含んでいる。

30

【0009】

本発明は更に、少なくとも原料物質を含んでいる坩堝を結晶成長炉内に入れる、坩堝の下を垂直に移動できる液冷式熱交換機を通して冷却液を循環させる、坩堝内の少なくとも原料物質を加熱して熔融する、そして結晶性インゴットの成長を促進するために液冷式熱交換機を坩堝との熱輸送路へ垂直に移動する工程から成る、結晶成長炉内で結晶性インゴットを製造する方法に関する。液冷式熱交換機は、約200/W(m·k)より大きい熱伝導性値を有している物質で作られた熱除去バルブ及び冷却液注入管及び冷却液排出管を含んでいて、注入管、排出管、又は両方は冷却液がそこを通過して循環するように熱除去バルブに取り付けられている。

40

【0010】

当然のことながら、前述の一般的な説明及び以下の詳細な説明の両方は例示的で説明的であって、特許請求されているように、本発明の更なる解釈を提供することを意図している。

【図面の簡単な説明】

【0011】

50

【図 1】図 1 及び図 2 は、本発明の結晶成長炉の異なった実施態様の断面図である。

【図 2】図 1 及び図 2 は、本発明の結晶成長炉の異なった実施態様の断面図である。

【図 3】図 3 は、図 2 の結晶成長炉の断面拡大図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明は、少なくとも溶融して結晶性インゴットに再凝固する原料を含んでいる坩堝の下へ垂直に移動できる液冷式熱交換機を含んでいる結晶成長炉、及び金属原料物質から結晶性インゴットを製造する方法に関する。

【0013】

本発明の結晶成長炉は、これに限定されないが、シリコンを包含する原料物質を、一般に約 1000 以上の温度で加熱及び/又は溶融して結晶性インゴット、例えば、多結晶シリコンインゴットを形成することができる高温の炉である。例えば、結晶成長炉は直接凝固システム(DSS)又は熱交換(HEM)結晶成長炉であってよい。原料物質は形態が固体又は液体であってよい。種結晶、例えば、単結晶又は実質的に単結晶である結晶性物質が望ましい場合に、単結晶種シリコン、を原料物質と共に用いることができるとしても、溶融する物質は少なくとも原料物質、例えば、ポリシリコン原料である。例えば、ゲルマニウム、フッ化カルシウム及びフッ化マグネシウムを包含する、その他の結晶性インゴットを本発明の結晶成長炉を用いて製造できる。

【0014】

本発明の結晶成長炉は、炉のホットゾーンにある溶融する原料物質を含んでいる坩堝、及び坩堝の下を垂直に移動できる液冷式熱交換機を含んでいる。結晶成長装置のホットゾーンはそこで坩堝内の原料物質を溶融及び再凝固するために熱を供給して制御する炉の内部領域である。ホットゾーンは断熱材によって囲まれて定義され、これは低い熱伝導性を有して熱及び高温の結晶成長炉内の条件に耐えることができる当該技術分野で公知の任意の物質である。例えば、ホットゾーンはグラファイトの絶縁体で取り囲むことができる。ホットゾーンの形状及び大きさは、複数の固定した或いは可動式の断熱パネルで形成できる。例えば、上面、側面、及び底面の断熱パネルから形成されて、上面及び側面断熱パネルはホットゾーン内に置かれた坩堝へ相対的に垂直に移動するように形状が決められている。その他の断熱材形状を炉ホットゾーンの形状に従って用いることができ、例えば、円筒状の断熱材は円筒状のホットゾーンを典型的に取り囲む。

【0015】

ホットゾーンは、坩堝に置かれた固体原料を溶融するために熱を供給する複数の発熱体のような、少なくとも 1 つの加熱システムも含んでいる。例えば、ホットゾーンは、坩堝上のホットゾーンの上部領域に水平に位置している、上部発熱体、及び上部発熱体の垂直下に及びホットゾーンと坩堝の側面に沿って位置している少なくとも 1 つの側面発熱体を含むことができる。ホットゾーン内の温度は、原料物質を溶融するために上げて、次いで個々の発熱体に供給される電力を制御することによって、その再凝固を助けるために下げることができる。

【0016】

ホットゾーンは更に、坩堝支持体の上に、坩堝ボックスに入っているもよい、坩堝を含んでいる。坩堝は回転不可能であって、固定されていることが好ましい。坩堝は多種の耐熱材料、例えば、石英(シリカ)、グラファイト、モリブデン、炭化ケイ素、窒化ケイ素、シリコン炭素又は窒化ケイ素とシリカの混合物、熱分解窒化ホウ素、アルミナ、又はジルコニアで作ることができ、窒化ケイ素のようなもので、コーティングして凝固後のインゴットの亀裂を保護してもよい。坩堝は、少なくとも 1 つの側面と底面を有している、例えば、円筒、立方体又は直方体(四角の横断面を有している)、或いは先細形状を包含している、多種の異なった形状を有することもできる。原料がシリコンの場合は、坩堝はシリカで作り立方体又は直方体の形状を有することが好ましい。

【0017】

坩堝は任意に坩堝ボックス内に収容することができ、これは坩堝の側面及び底面の支持

10

20

30

40

50

及び固定をもたらして、特に加熱すると損傷、亀裂又は軟化の何れかをする傾向がある物質で作られた坩堝に対して特に好ましい。例えば、坩堝ボックスはシリカ坩堝に対しては好ましいが、炭化ケイ素、窒化ケイ素、或いは炭化ケイ素又は窒化ケイ素のシリカとの混合物で作られた坩堝に対しては不要である。坩堝ボックスは、熱伝導性で高密度のグラファイトのような、各種耐熱性物質で作ることができ、典型的には少なくとも1つの側板及び底板から成り、任意に更に蓋を含んでいる。例えば、立方体又は直方体形状の坩堝に対しては、坩堝ボックスも、任意に蓋と共に、4つの壁及び底を有している、立方体又は直方体の形状であることが好ましい。

【0018】

坩堝及び任意に坩堝ボックスは更に、ホットゾーン内の坩堝支持体の上に設置することができ、そしてそのようにして、熱が一方から他方へ、好ましくは直接熱接触によって、伝達できるように互いに熱交換することができる。坩堝を結晶成長炉の中央部に置くために、坩堝支持体は複数の台座の上に持ち上げることができる。坩堝支持体は任意の耐熱性物質で作ることができ、もし用いるならば、坩堝ボックスと同じ物質が好ましい。例えば、坩堝ボックス及び坩堝支持体は具体的に、熱伝導性である高密度のグラファイト物質で作られる。坩堝支持体は特にその中央に、以下に記載する液冷式交換機の熱除去バルブを受け入れる大きさ及び形状の開口部を含むこともでき、そうしてバルブは坩堝ボックスと熱交換できそこを通して熱を除去する。本発明は、液冷式熱交換機を含んでいる封管外部ジャケット、これも以下に記載する、を受け入れる大きさ及び形状の坩堝支持体内の開口部も目論んでいる。

10

20

【0019】

結晶成長炉は更に、坩堝の下に液冷式熱交換機を含んでいる。液冷式熱交換機は坩堝底面、特にその中央との熱流路内を垂直に移動して、溶融原料から熱を、熱交換機を循環している冷却液内へ伝達するように作られている。液冷式熱交換機は回転可能ではないことが好ましい。冷却液は液冷式熱交換機内を流れること及び坩堝内で形成された液体原料溶融物を含んでいる坩堝から熱を除去することができる液体物質の何れかである。冷却が水を含んでいることが好ましい。

【0020】

液冷式熱交換機は特に選ばれた物質で作られた熱除去バルブを含み、そして更に冷却液注入管及び冷却液放出管を含んでいる。冷却液注入管、冷却液放出管、又は両方の管は冷却液がそこを通して循環するように熱除去バルブに取り付けられている。熱除去バルブは物質、特に約 $200\text{ W / (m} \cdot \text{k)}$ より大きい熱伝導度を有している金属物質で作られる。例えば、熱除去バルブは銅で作られ、高い熱伝導性を有する他の金属物質の中で、銀又は金のようなものも用いることができる。物質が原料の融点より下の融点を有していることが好ましい。特に有用な物質は、原料の融点と熱除去バルブの金属物質の融点との差が最高で455 まで、特に最高で330 までのものである。物理的に、熱除去バルブは坩堝の底面に平行である平らな外部上面を有している。例えば、外部上面は約4インチの外径を有している。内部で、熱除去バルブは注入管から冷却剤を受け取って坩堝の底から引き出した熱を運んでいる冷却剤を放出管から排出するための内部空洞を有している。内部空洞は外部上面と同じか又は異なった形状を有していて、例えば、球体又は球状の形態であってよい。空洞のサイズは熱除去バルブの厚さによって決まる。例えば、約4インチの外径を有しているバルブは、角のあるコーナーがない、球状形態である約2.5インチ幅くらいの内部空洞を有することができる。内部空洞上の熱除去バルブの導電性金属表面は約0.25インチくらいの厚さであることが好ましい。熱除去バルブの幅、空洞サイズ又は内径が適切な水圧及び水流が、熱除去バルブの効果的な冷却をもたらす限り、その他の幅及び駆動形態及び内のり寸法が本発明によって目論まれている。

30

40

【0021】

冷却液は、冷却液注入管及び冷却液排出管によって、それぞれ、熱除去バルブに供給されてこれから排出される。注入及び排出管は、これらが曝される炉の温度に耐えられる限り、多種の物質で作ることができる。好ましい実施態様では、冷却液注入管と冷却液排出

50

管は同軸であって、冷却液注入管が冷却液排出管の内部にあるか、又は冷却液排出管が冷却液注入管の中にある。好ましい実施態様では、冷却液注入管は熱除去バルブ内に伸びて冷却液をバルブに送達し、熱除去バルブの底面に密封されている冷却液排出管を通して炉から出る。本発明の好ましい実施態様は冷却液を熱除去バルブに送達するために同軸の管を用いているのに対して、その他の送達形態も当業者は認識でき、これは別々に熱除去バルブに密封されていて互いに外側にある冷却液注入管及び冷却液排出管を含んでいる。冷却液注入及び排出管は当該技術分野における多種の公知手段、例えば、銀蝋付けによって熱除去バルブに取り付けることができる。

【0022】

冷却液注入及び排出管は更に、熱除去バルブを循環している冷却液を、冷却効率及び熱負荷容量を減少するホットゾーンから過剰の周囲熱を吸収することを防ぐために1つ又はそれ以上の断熱皮膜で覆うことができる。断熱皮膜はホットゾーンに存在していて熱除去バルブの底面から垂直に下に伸びている注入及び排出管の部分の覆って、熱除去バルブに入る冷却剤の温度を保持できる。低い熱伝導率を有していることが当該技術分野で知られているその他の物質も本発明で目論まれているが、断熱被膜はアルミナ又は低密度グラファイトのフェルトを含んでいることが好ましい。炉の下又は外側の従来のO-リング又はベローズシールを、結晶成長炉の外側に伸びている液冷式熱交換機の冷却液注入及び排出管の周りを密閉して、炉内環境を保持するために用いることができる。

【0023】

液冷式熱交換機は更に封管外部ジャケットの中に含まれていてもよく、これはこれを包み込んで内部炉環境から隔離する働きをする。封管外部ジャケットは、グラファイトのような、当該技術分野で公知の他の物質も、これらの物質が想定される炉の温度に耐えられる限り用いることができるが、モリブデンを含むことができる。このジャケットは並列に位置できる外部及び内部上面を有していて坩堝の底に近接している密閉した坩堝側末端、及び炉の底に伸びている炉外末端を有している。内部的には、ジャケットは液冷式熱交換機が坩堝にむかって垂直に移動するときこれがジャケットの内面に沿ってなめらかに移動できるように水冷式熱交換機を収容して水平に保持するのに適している形態及び大きさである。封管外部ジャケットは固定されているか又は水平に移動可能であるかの何れかであってよい。例えば、封管外部ジャケットは炉の外部から炉壁を通して坩堝の底の下の点まで伸びる水平位置に固定できる。別の実施態様では、ジャケットは坩堝の下へ移動可能である。外部ジャケットは回転不可能であることが好ましい。特定の例として、封管外部ジャケットは回転不能な坩堝支持軸であってよい。炉の外の封管外部ジャケットの周りを封印して炉内部の環境を保持するために、従来のOリング又はベローズシール又は当該技術分野で公知のその他の封印手段を用いることができる。同様に、ジャケットの炉外末端を、封管外部ジャケットの外側に伸びている冷却液注入及び排出管を封印して制御されているジャケット内環境を保持するように構成できる。

【0024】

炉の外部で、封管外部ジャケットは更に、それぞれジャケットを空にしてジャケットを不活性ガスで埋め戻すために真空ポート及び不活性ガス注入ポートを含むことができ、これはジャケットの内部表面及び液冷式熱交換機構要素の熱導入酸化を最小にするように働く。例えば、ジャケットの容量をアルゴンガスで埋め戻して圧力を5~15 psigに保持することができる。更に、炉の外部に過剰圧力放出弁を含むこともできる。液冷式熱交換機を高い炉温度で操作中に冷却剤、例えば、水の漏出が起こったとしても、漏出は封管外部ジャケットの内部に封じ込められて、結果として起こるかもしれない蒸気圧は炉の外部へ放出されるだろう。

【0025】

液冷式熱交換機は坩堝との熱輸送路へ坩堝の下を垂直に移動でき溶融した原料物質から熱を除去して結晶性インゴットの成長を促進する。例えば、液冷式熱交換機は電動式にしてよく、結晶性物質を成長させるのに用いられる原料観察システムと連動して多くの段階において坩堝の下へ移動することができる。坩堝がホットゾーン内の坩堝支持体上の坩堝

10

20

30

40

50

ボックスに入っているときは、坩堝、坩堝ボックス及び坩堝支持体は互いに熱伝達しているので熱は一方から他方へ、好ましくは直接熱接触によって伝達できる。同様に、結晶成長炉がホットゾーン内の坩堝支持体上に坩堝を含んでいるときは、坩堝は坩堝支持体と熱伝達しているので、一方から他方へ熱を伝達できる。このように、液冷式熱交換機が坩堝支持体の底面との熱接触内へ垂直に移動すると、熱流路が確立されて熱除去バルブが坩堝との熱伝達内へ置かれる。同様に、液冷式熱交換機が坩堝支持体の底面との熱接触内にある封管外部ジャケット内に含まれているときは、熱除去バルブがジャケットの内部上面との熱接触内に垂直移動して、ジャケットの外部上面が坩堝支持体の底面と熱接触すると、熱流路が確立される。上記のように、坩堝支持体が、熱除去バルブ又は封管外部ジャケットがそこを通過して受け入れる形状及び大きさの開口部を有しているときは、熱除去場得る部は、好ましくは直接熱接触によって、坩堝又は坩堝を入れている坩堝ボックスとの熱伝達内におかれて熱除去を促進する。開口ができたが、坩堝支持体を通過していないときは、坩堝又は坩堝を入れた坩堝ボックスが互いにそして熱除去バルブと熱交換しない限り、熱交換は未だ確立しない。本発明は、液冷式熱交換機の熱除去バルブが坩堝底面と直接熱接触、又は封管外部ジャケットの内部上面を間接的に介して坩堝底面と直接熱接触できるようにする開口工程リング上に保持されている坩堝も目論んでいる。

10

【0026】

図1、図2及び図3は、本発明の結晶成長炉の幾つかの実施態様の断面図である。しかしながら、これらは実際に単なる例示であって、限定しおらず、実施例のみを目的として示していることは当業者には明確であろう。多数の改変及びその他の実施態様は当業者の範囲内であって、本発明の範囲内に入ることが目論まれている。また、当業者には当然なことながら、具体的な形態は例示であって、実際の形態は特定のシステムに従っている。当業者は示された特定の要素の均等物を、通常の実験より多くを用いずに、認識及び確認することもできるだろう。

20

【0027】

図1に示した結晶成長炉は、路殻(10)及び断熱材(12)によって包まれて規定されるホットゾーン(11)を含んでいる。ホットゾーン(11)内側に、少なくとも溶融する原料(示していない)、例えば、シリコン原料を含んでいる坩堝(14)が、台座(17)上の坩堝支持体(16)上に載っている坩堝支持体(16)の上にある坩堝ボックス(15)に収容されている。少なくとも側面発熱体(13)を坩堝(14)の周辺で用い、原料物質を溶融して、結晶性シリコンインゴットを製造する。更に、上部発熱体(示していない)も側面発熱体(13)と同時に用いて坩堝内の原料を溶融することができる。断熱材(12)は通常、示したように坩堝(14)上の上部断熱材、側面発熱体(13)と炉殻(10)の間の側面発熱剤及び底面断熱材を含んでいる。本発明の一実施態様では、上部、側面及び底面断熱材は、ホットゾーンから下の水冷した炉殻(10)へ熱を放出して、溶融した原料の再凝固を支援するために、坩堝(14)に関連して一緒に又は個々に移動できる。

30

【0028】

図1に示した結晶成長炉は更に、坩堝(14)の下中央に液冷式熱交換機(20)を含んでいて、これは矢印(20A)で示されるように垂直に移動可能である。液冷式熱交換機は互いに同軸の冷却液注管(21)及び冷却液排出管(22)を含んでいて、冷却剤注入管は、熱交換機バルブ(19)に封入されている冷却剤排出管の中にある。断熱被覆(18)が冷却剤注入管と冷却液排出管のホットゾーン(11)環境に曝されている部分を取り囲むことによって、原料の加熱及び溶融の間中に液冷式熱交換機をホットゾーンの下奥寄りの位置に置くことができる。図1に示した実施態様では、液冷式熱交換機(20)は水平に移動できるので、熱除去バルブ(19)は、坩堝ボックス(15)と熱接触しているバルブを受け入れるような大きさ及び形態の坩堝支持体(16)の開口部を通過して伸びている。接触すると、坩堝(14)から坩堝ボックス(15)を通過して熱交換機バルブ(19)への熱経路が確立して、坩堝(14)と熱交換機バルブ(19)を互いに熱伝達状態にして熱交換機バルブ(19)が坩堝(14)の底から熱を除去できるようにする

40

50

。

【 0 0 2 9 】

図 2 は、液冷式熱交換機 (2 0) が坩堝 (2 3) の下の封管外部ジャケット (2 9) 内に包まれている本発明の別の実施態様を示す。ここで、封管外部ジャケット (2 9) は坩堝支持体 (2 5) の開口部を通して坩堝 (2 3) を含んでいる坩堝ボックス (2 4) 内の部分開口部内へ伸びていて、断熱被覆 (2 2) がジャケットの外側に用いられている。また、別の実施態様では、断熱被覆 (2 2) を封管外部ジャケットの内部に用いることができる。本発明は、坩堝ボックス (2 4) と坩堝支持体 (2 5) を、熱流を保持するために高い熱伝導度を有する高密度のグラファイトで作ることを目論んでいる。封管外部ジャケットを受け入れるために用いられる坩堝ボックス (2 4) と坩堝支持体 (2 5) 内の開口部の深さが本発明によって想定されている。図 2 に示したように、液冷式熱交換機 (2 0) は矢印 (2 2 B) で示したように封管外部ジャケット内を垂直だけで移動する。封管外部ジャケット (2 9) の頂部まで完全に移動すると、熱除去バルブ (2 6) はジャケットの内部上面と接触して、坩堝 (2 3) から坩堝ボックス (2 4) を通って熱交換機バルブ (2 6) への熱経路が確立して、坩堝 (2 3) と熱交換機バルブ (2 6) を互いに熱伝導状態にして熱交換機バルブ (2 6) が溶融した原料を含んでいる坩堝 (2 3) の底から熱を、そこを通冷却液の流れに除去する。

10

【 0 0 3 0 】

封管外部ジャケットのより詳細な描写を図 2 に示した本発明の実施態様の拡大図である図 3 に示し、ここでは液冷式熱交換機 (3 6) が封管外部ジャケット (3 9) に包まれて、坩堝から熱を除去する位置までジャケット内を移動する。ジャケットは、炉内の環境を保持するために、従来の O - リング、ペローズシール又は当該技術分野で公知のその他の封印手段であってよい封印 (3 1) で封印されている炉壁 (3 0) を通り、ホットゾーン断熱材を通して、坩堝 (3 3) を含んでいる坩堝ボックス (3 4) との熱接触へジャケットを受け入れる大きさ及び形態の坩堝支持体 (3 5) の開口部内まで伸びている。示した実施態様では、断熱被覆 (4 0) は封管外部ジャケット内部の冷却液注入管 (3 7) 及び冷却液排出管 (3 8) を包んでいる。ここで、断熱皮膜は、ジャケットによって生じた奥よりのスペースの増大のために注入及び排出管上のより大きい表面積を物理的に覆うことができる。示したように、封管外部ジャケット (3 9) の坩堝末端は坩堝 (3 3) の底と接触できず、むしろ、ジャケットの外部上面が坩堝ボックス (3 4) と直接熱接触する。しかし、液冷式熱交換機 (3 6) が矢印 (3 6 A) で示したように上方に垂直移動すると、熱除去バルブ (4 1) は、坩堝ボックスと既に熱接触にある封管外部ジャケット (3 9) の上部の内部表面と熱接触して、熱経路を確立して熱除去バルブ (4 1) を坩堝 (3 3) と熱伝達状態にする。熱除去バルブ (4 1) が 1 つ又はそれ以上の熱伝導性中間構造、例えば、互いに熱接触している坩堝ボックス (3 4) 及び / 又は坩堝支持体 (3 5) 並びに坩堝 (3 3) と熱伝達、好ましくは直接熱接触して、熱交換バルブ (4 1) が坩堝 (3 3) と熱伝達可能な熱経路を確立する限り、液冷式熱交換機 (3 6) を単独で、或いは封管外部ジャケット内に包んで用いて坩堝から熱を除去する別の実施態様も想定される。本発明は、坩堝がシャフトに対して移動不可能でシャフトが回転不可能な別の結晶成長炉形態での潜在的用途のために、封管外部ジャケットを液冷式熱交換機と共に水平移動可能な坩堝支持シャフトとして用いることも目論んでいる。

20

30

40

【 0 0 3 1 】

本発明は、これに限定されないが、シリコンを包含する溶解した原料から経済的にそして安全に様々な結晶物質を成長させる結晶成長炉で用いるための液冷式熱交換機に関する。この液冷式熱交換機は、水のような冷却液によって生ずる高い熱負荷能力を有する、銅のような高い熱伝導性物質で作られた熱除去バルブの、坩堝の下から熱を効果的に除去して結晶核形成及びインゴット成長を促進する望ましい特性を兼ね備えている。本発明の熱除去バルブは、高い熱伝導特性を有している、金属物質のような様々な種類の物質で作ることができる。表 1 は一般に知られている 3 つの最も高い熱伝導性金属を示し、銀が最も高い熱伝導率を保持し、銅及び金が続く。銅は、その高い熱伝導率及び銀及び金と比べて

50

比較的低い価格のために望ましい。

【 0 0 3 2 】

【 表 1 】

表 1

物質	熱伝導率 [メートルケルビン当りワット(W/m·k)]	融点 (°C)
銀	430	961.78
銅	400	1084.62
金	320	1064.18
アルミニウム	235	660.32
タングステン	170	3422
モリブデン	139	2623
ステンレス鋼	16	1325-1530 (一般的なステンレス鋼 等級の溶融範囲)

10

【 0 0 3 3 】

シリコンのような、溶融原料を含んでいる坩堝から熱を効率的に除去するために、銅の熱除去バルブのような、約 $200\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{k})$ より大きい熱伝導度を有している物質で作られた熱除去バルブを、特にバルブが原料のそれより低い融点を有している場合に水のような冷却液と共に用いることが可能であることが意外にも見出された。例えば、銅の融点(約 1085)はシリコンの溶融温度より約 330 低い。しかし、冷却剤としての水が循環している銅の熱除去バルブは効率的に熱を除去して損傷なしにシリコンインゴットの成長を促進することが見出された。銅の高い熱伝導特性は、銅の熱除去バルブを通して循環している水の高い熱負荷運搬能力と共に、その融点以上の表面と熱接触させたときであっても、銅の熱除去バルブの構造的完全性を保持する要因である高い熱除去効果をもたらすと考えられる。高い熱伝導性金属と冷却剤としての水との組み合わせが、銀の融点より約 450 高い溶融シリコンを含んでいる坩堝から熱を除去するために用いられる水冷銀熱除去バルブの構造的安定性を同様に保持すると期待されたときに、同様な熱除去効果が実現した。冷却液注入及びアウトラインラインが炉の内部を断熱するので、熱除去バルブにおいて冷却のみが生じると坩堝内で核形成、続いて結晶成長が始まる。内部の液漏れに起因する蒸気圧を排出するように設計された管外部ジャケットに包まれている場合、液冷式熱交換機は水のような冷却液によって冷却される熱除去バルブの高い熱伝導特性を生かす安全手段をさらに提供する。

20

30

【 0 0 3 4 】

本発明は更に、坩堝から熱を除去して結晶インゴット成長を促進するために坩堝の下で液冷式熱交換機を用いる、上で詳細に説明した、結晶成長炉内で結晶性インゴットを製造する方法に関する。方法は、少なくとも原料を含んでいる坩堝を結晶成長炉内に置くこと、冷却液を液冷式熱交換機内に循環させること、坩堝内の少なくとも原料物質を加熱及び溶融すること、結晶性インゴットの成長を促進するために、液冷式熱交換機を坩堝との熱伝達内へ垂直移動させること、の工程を含んでいる。本発明が管外部ジャケットに包まれた液冷式熱交換機を用いる場合は、結晶性インゴットを製造する方法は、少なくとも原料を含んでいる坩堝を結晶成長炉内に置くこと、冷却液を液冷式熱交換機内に循環させること、封管外部ジャケットを空にして空にしたジャケットを不活性ガス、好ましくはアルゴンガスで $5 \sim 15\text{ psig}$ の圧力に埋め戻すこと、坩堝内の少なくとも原料物質を加熱及び溶融すること、結晶性インゴットの成長を促進するために、液冷式熱交換機を下方及び坩堝との熱伝達内へ垂直移動させること、の工程を含んでいる。

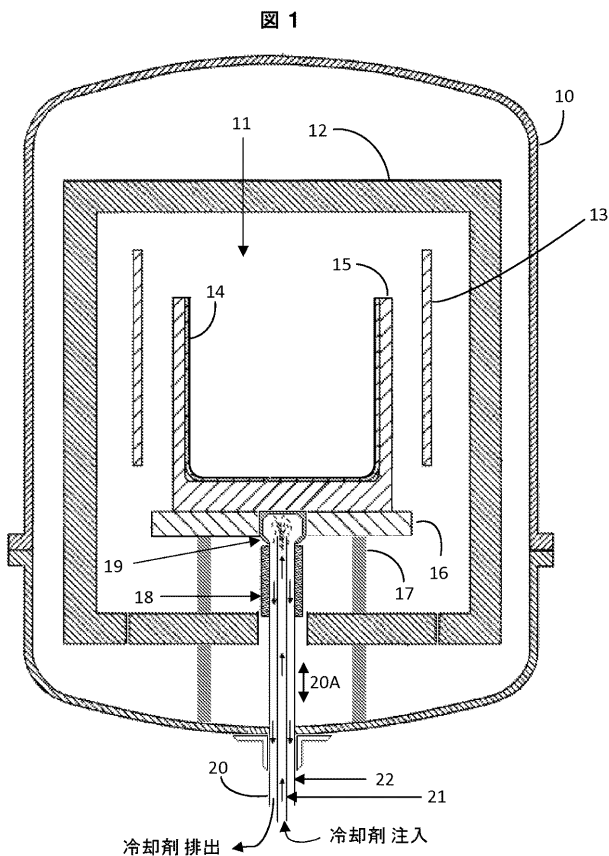
40

【 0 0 3 5 】

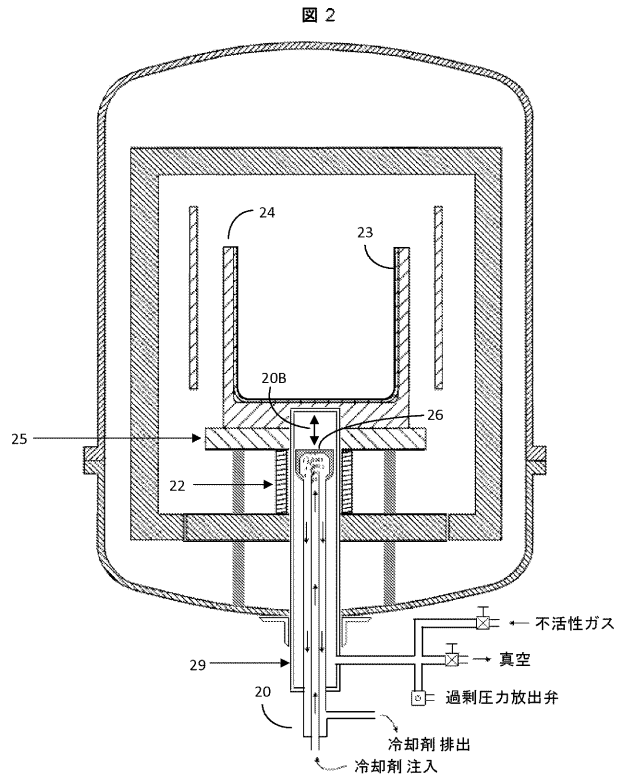
50

本発明の好ましい実施態様の前記記載は説明及び記述の目的で示されている。網羅的にすること、又は本発明を開示そのものに限定することを意図していない。修正及び改変は上記の教示を考慮すると可能であり、或いは本発明の実施から得ることができるだろう。実施態様は本発明の本質を説明するために選択され、記載されていて、当業者が多種実施態様及び各種修正を有する本発明を利用できるようにするその実際の適用は意図した特定の使用に適している。本発明の範囲は本明細書に添付されている特許請求の範囲、及びその均等物によって定義されていることが意図されている。

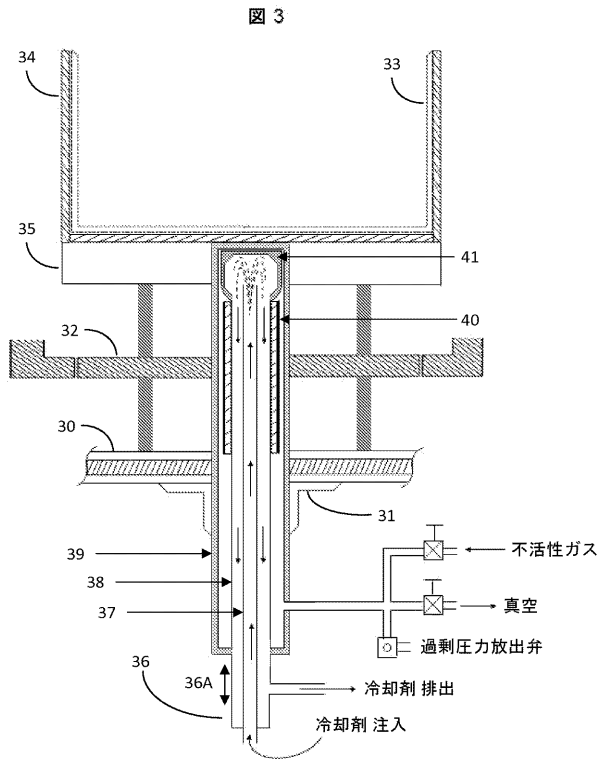
【図 1】





【図 2】



【図 3】



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2012/047061
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C30B 15/14(2006.01)i, C30B 15/10(2006.01)i, C30B 29/06(2006.01)i, C30B 11/00(2006.01)i</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) C30B 15/14; C30B 15/00; C30B 11/00; C01B 33/02; C30B 15/30		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eCOMPASS(KIPO internal) & Keywords:coolant, heat exchange, movable, vertically, crucible, bulb		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 09-183606 A (SHARP CORP) 15 July 1997 See the abstract, paragraph [18],[32] and fig. 1, 2	1-38
A	JP 09-255484 A (SUMITOMO SITIX CORP) 30 September 1997 See the abstract, paragraph [15] and fig. 1,2	1-38
A	JP 06-345585 A (SUMITOMO METAL IND LTD) 20 December 1994 See the abstract and fig. 1	1-38
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 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 17 JANUARY 2013 (17.01.2013)		Date of mailing of the international search report 17 JANUARY 2013 (17.01.2013)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office 189 Cheongsu-ro, Seo-gu, Daejeon Metropolitan City, 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer JO Soo Ik Telephone No. 82-42-481-5893 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2012/047061

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 09-183606 A	15.07.1997	DE 69623585 D1	17.10.2002
		DE 69623585 T2	15.05.2003
		EP 0781865 A2	02.07.1997
		EP 0781865 A3	20.05.1998
		EP 0781865 B1	11.09.2002
		JP 03-388664 B2	17.01.2003
		JP 3388664 B2	24.03.2003
		US 05849080A A	15.12.1998
JP 09-255484 A	30.09.1997	None	
JP 06-345585 A	20.12.1994	None	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(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), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA

(72)発明者 シャルティエ, カール

アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03104 マンチェスター, メーブルハースト ア
ベニュー 152

Fターム(参考) 4G072 AA01 BB01 BB12 GG04 HH01 LL03 MM38 NN01 RR21 UU01
UU02
4G077 AA02 BA04 CD08 EG18 HA01 HA12 MB14 MB26
4K046 AA07 BA05 CA03 CD03 CE09 DA03 DA05 EA01