(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년12월22일
(11) 등록번호 10-2342039
(24) 등록일자 2021년12월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C30B 15/10 (2006.01) *C30B 29/06* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C30B 15/10 (2013.01)
C30B 29/06 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0169722
(22) 출원일자 2019년12월18일
심사청구일자 2019년12월18일
(65) 공개번호 10-2020-0076636
(43) 공개일자 2020년06월29일
(30) 우선권주장
JP-P-2018-237641 2018년12월19일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020060049676 A
KR1020060129107 A
KR1020120087430 A
US20130174777 A1

(73) 특허권자
가부시키가이샤 사무코
일본국 도쿄토 미나토쿠 시바우라 1초메 2반 1고
(72) 발명자
나카오 토시유키
일본 0100065 아키타켄 아키타시 바라지마 5-14-3 가부시키가이샤 사무코 제이에스큐 디비젼 내
키타하라 에리코
일본 0100065 아키타켄 아키타시 바라지마 5-14-3 가부시키가이샤 사무코 제이에스큐 디비젼 내
키시 히로시
일본 0100065 아키타켄 아키타시 바라지마 5-14-3 가부시키가이샤 사무코 제이에스큐 디비젼 내
(74) 대리인
남승희

전체 청구항 수 : 총 22 항 심사관 : 강민구

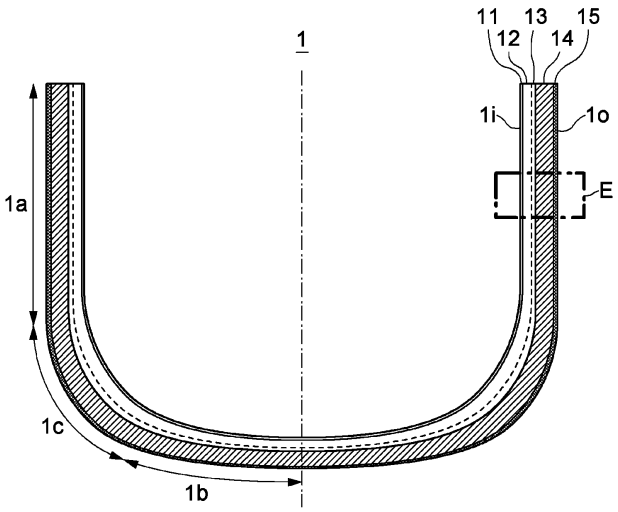
(54) 발명의 명칭 **석영 유리 도가니**

(57) 요 약

실리콘 단결정 중의 전위 발생을 방지하면서 저산소의 단결정을 제조하는 것이 가능한 석영 유리 도가니를 제공한다.

석영 유리 도가니(1)는, 기포를 함유하는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 석영 유리 도가니(1)의 내면을 구성하는 실링층(11)과, 기포를 함유하지 않는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 실링층(11)의 외측에 형성된 합성 투명층(12)과, 기포를 함유하지 않는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 합성 투명층(12)의 외측에 형성된 천연 투명층(13)과, 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 천연 투명층(13)의 외측에 형성된 천연 기포층(14)을 구비하고, 실링층(11)의 기포 함유율은 합성 투명층(12)보다 높다.

대 표 도 - 도1



명 세 서

청구범위

청구항 1

실리콘 단결정 인상용 석영 유리 도가니로서,

기포를 함유하는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 석영 유리 도가니의 내면을 구성하는 실링층과,

기포를 함유하지 않는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 실링층의 외측에 형성된 합성 투명층과,

기포를 함유하지 않는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 합성 투명층의 외측에 형성된 천연 투명층과,

다수의 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 천연 투명층의 외측에 형성된 천연 기포층을 구비하고,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 합성 투명층의 기포 함유율보다 높은 것을 특징으로 하는 석영 유리 도가니.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 실링층의 두께는 0.1 ㎜ 이상 2.0 ㎜ 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 0.1 vol% 이상 5.0 vol% 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 4

청구항 2에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 0.1 vol% 이상 5.0 vol% 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 5

청구항 3에 있어서,

상기 실링층의 기포 수 밀도는 15 개/cm^3 이상 300 개/cm^3 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 6

청구항 4에 있어서,

상기 실링층의 기포 수 밀도는 15 개/cm^3 이상 300 개/cm^3 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 7

청구항 3에 있어서,

상기 실링층의 평균 기포 지름은 0.2 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 8

청구항 4에 있어서,

상기 실링층의 평균 기포 지름은 0.2 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 9

청구항 5에 있어서,

상기 실링층의 평균 기포 지름은 0.2 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 10

청구항 6에 있어서,

상기 실링층의 평균 기포 지름은 0.2 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인, 석영 유리 도가니.

청구항 11

청구항 1에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 12

청구항 2에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 13

청구항 3에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 14

청구항 4에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 15

청구항 5에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 16

청구항 6에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 17

청구항 7에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 18

청구항 8에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 19

청구항 9에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 20

청구항 10에 있어서,

상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은, 석영 유리 도가니.

청구항 21

청구항 1 내지 20 중 어느 한 항에 있어서,

다수의 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 천연 기포층의 외측에 형성된 결정 경화층을 더 구비하고,

상기 결정 경화층에 포함되는 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속 또는 토류 금속의 원소의 농도는 상기 천연 기포층보다 높은, 석영 유리 도가니.

청구항 22

청구항 1 내지 20 중 어느 한 항에 있어서,

원통형상의 측벽부와, 만곡된 바닥부와, 상기 측벽부와 상기 바닥부 사이에 위치하고 상기 바닥부보다 큰 곡률을 갖는 코너부를 가지며,

상기 코너부의 두께는 상기 측벽부 및 상기 바닥부보다 두껍고,

상기 코너부의 상기 합성 투명층의 두께는 상기 측벽부 및 상기 바닥부의 상기 합성 투명층보다 두꺼운, 석영 유리 도가니.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 석영 유리 도가니에 관한 것으로서, 특히, 초크랄스키법(CZ법)에 의한 실리콘 단결정의 인상에 사용되는 석영 유리 도가니에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] CZ법에 의한 실리콘 단결정의 제조에는 석영 유리 도가니(실리카 유리 도가니)가 사용된다. CZ법에서는, 석영 유리 도가니 내에서 다결정 실리콘 원료를 가열하여 실리콘 융액을 생성하고, 실리콘 융액에 종결정(種結晶)을 침지하고, 도가니를 회전시키면서 종결정을 서서히 인상함으로써, 종결정보다 큰 단결정을 성장시킨다. CZ법에 의하면, 대구경의 단결정을 육성할 수 있고, 실리콘 단결정의 양산성(量産性)을 향상시킬 수 있다.

[0003] 석영 유리 도가니에 관하여, 예를 들면 특허 문헌 1에는, 합성 석영 유리 내면층의 최대 층두께가 코너부의 최대 두께의 20~80%이고, 이에 따라 직동부(直胴部) 및 바닥부의 내면층이 코너부의 내면층보다 얇게 형성되고, 코너부의 합성 석영 유리 내면층이 가장 두꺼운 석영 유리 도가니가 기재되어 있다.

[0004] 특허 문헌 2에는, 실리콘 융액(融液) 내의 열 대류를 억제하고, 융액 표면의 진동이 발생되지 않도록 하기 위하여, 천연 석영 유리로 이루어지고 기포를 다수 포함하는 반투명의 외층과 합성 석영 유리로 이루어지고 실질적으로 무기포의 투명한 내층 사이에 합성 석영 유리로 이루어지고 기포를 다수 포함하는 반투명의 중간층을 마련하여 3층 구조로 한 석영 유리 도가니가 기재되어 있다.

[0005] 특허 문헌 3에는, 코너부의 불투명층의 두께가 불투명층 및 투명층의 총 두께의 25% 이상 80% 이하이고, 스트레이트부 및 바닥부의 불투명층의 두께가 불투명층 및 투명층의 총 두께의 10% 이상 25% 미만이며, 또한 코너부의 불투명층의 두께가 스트레이트부 및 바닥부보다 큰 석영 유리 도가니가 기재되어 있다.

[0006] 특허 문헌 4에는, 도가니의 벽체의 내면측이 투명층으로 이루어지고, 벽체의 외면측이 불투명층으로 이루어지며, 도가니의 만곡부의 투명층의 두께가 다른 부분의 투명층보다 0.5 ㎜ 이상 두껍고, 반대로 만곡부의 불투명층의 두께가 다른 부분의 불투명층보다 0.5 ㎜ 이상 얇은 실리콘 단결정 인상용 석영 도가니가 기재되어 있다.

[0007] 특허 문헌 5에는, 도가니 내면측으로부터 합성 무기포층, 천연 무기포층, 천연 기포층, 미용융 입자층이 순서대로 형성된 석영 유리 도가니가 기재되어 있다. 또한 석영 도가니의 제조 방법에 있어서, 도가니 용융 프로세스

의 제1 단계에서 도가니의 내면에 형성되는 피막층을 승화(昇華)에 의해 제거하는 것이 기재되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) (특허 문헌 1) 일본 특허 제5252157호 공보

(특허문헌 0002) (특허 문헌 2) 일본 특허 공개 2001-348294호 공보

(특허문헌 0003) (특허 문헌 3) 일본 특허 공개 2016-193809호 공보

(특허문헌 0004) (특허 문헌 4) 일본 특허 공개 평 8-301693호 공보

(특허문헌 0005) (특허 문헌 5) 일본 특허 공개 2010-143818호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 최근, 실리콘 단결정의 대구경화 및 결정 인상 공정의 장시간화에 따라, 석영 유리 도가니는 장시간의 사용에 견딜 필요가 있다. 또한 인상로(引上爐) 내 부품의 단열 성능이 높아짐으로써 도가니의 열 부하가 높아지고 있다.

[0010] 그러나, 종래의 석영 유리 도가니는 실리콘 단결정 인상 시의 1400℃ 이상의 열 환경 하에서 그 형상을 유지할 수 없어, 좌굴(坐屈)이나 안쪽으로 쓰러짐 등의 도가니의 변형이 발생되고, 이에 따라 실리콘 융액의 액면 레벨의 변동이나 도가니의 파손, 로(爐) 내 부품과의 접촉 등이 문제가 된다. 또한, 도가니의 내면 중 실리콘 융액과 접촉한 부위에는 크리스토발라이트(cristobalite)가 석출되고, 그 외주가 갈색 석출물(브라운 링)이 된다. 이 브라운 링이 박리되어 육성 중인 실리콘 단결정에 도입된 경우에는 유전위화(有轉位化)의 요인이 된다. 특히, 도가니의 변형에 의해 브라운 링의 박리가 촉진되고, 전위가 발생되기 쉬워지기 때문에, 도가니의 변형을 가능한 한 방지할 것이 요구되고 있다.

[0011] 또한 단결정 인상 공정 중에 실리콘 융액과 접촉하는 도가니의 내면은 서서히 용손(溶損)되기 때문에, CZ법으로 육성되는 실리콘 단결정에는 도가니로부터 공급되는 다량의 산소가 포함되어 있다. 한편, 반도체 디바이스의 품질 향상을 위하여, 최근에는 실리콘 단결정 중의 산소 농도(특히 인상 축 방향의 산소 농도)를 균일하게 할 것이 요구되고 있으며, 그러한 요구를 충족시킬 수 있는 석영 유리 도가니가 요망되고 있다. 또한 도가니와 실리콘 융액 간의 반응에 의해 융액 면이 진동할 수 있고, 탕면 진동이 일어나면 종결정을 착액(着液)시킬 수 없고, 착액할 수 있었다고 해도 결정 직경이 안정되지 않아, 단결정 중에 전위가 발생할 확률이 높아진다.

[0012] 따라서, 본 발명의 목적은, 잘 변형되지 않고, 전위 발생률을 낮추는 것이 가능한 석영 유리 도가니를 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 과제를 해결하기 위하여, 본 발명에 따른 실리콘 단결정 인상용 석영 유리 도가니는, 기포를 함유하는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 석영 유리 도가니의 내면을 구성하는 실링층(sealing layer)과, 기포를 함유하지 않는 합성 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 실링층의 외측에 형성된 합성 투명층과, 기포를 함유하지 않는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 합성 투명층의 외측에 형성된 천연 투명층과, 다수의 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 천연 투명층의 외측에 형성된 천연 기포층을 구비하고, 상기 실링층의 기포 함유율은 상기 합성 투명층의 기포 함유율보다 높은 것을 특징으로 한다.

[0014] 아크 용융을 수행한 도가니의 최표면에는 브라운 링이 발생되기 쉽고, 결정 인상 중에는 브라운 링의 성장과 융해(融解)가 동시에 일어나고 있으며, 브라운 링이 박리되면 단결정 중에 전위(dislocation)가 발생될 확률이 높아진다. 그러나, 본 발명에 따른 석영 유리 도가니는, 도가니 내면에 실링층이 형성되어 있고, 실링층 중에 기포가 있음으로써 실링층의 용손이 진행되기 쉬우므로, 융액의 탕면 진동과 함께 브라운 링의 성장을 억제할 수 있고, 이에 따라 전위 발생률을 저감시킬 수 있다.

[0015] 본 발명에 있어서, 상기 실링층의 두께는 0.1 ㎜ 이상 2.0 ㎜ 이하인 것이 바람직하다. 실링층의 두께가 상기 범위 내이면, 결정 인상 공정의 초기에 있어서 융액의 탕면 진동 및 브라운 링의 성장을 억제할 수 있다. 또한 단결정의 직동부 육성 공정을 시작하기 전에 실링층이 녹아 소멸되므로, 실링층을 원인으로 하는 단결정의 유전위화를 방지할 수 있다.

[0016] 본 발명에 있어서, 상기 실링층의 기포 함유율은 0.1 vol% 이상 5.0 vol% 이하인 것이 바람직하고, 0.1 vol% 이상 3.0 vol% 이하인 것이 더 바람직하다. 이 경우에 있어서, 상기 실링층의 기포 수 밀도는 15 개/cm^3 이상 300 개/cm^3 이하이고, 상기 실링층의 평균 기포 지름은 0.2 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인 것이 더 바람직하다. 실링층의 기포 함유율, 기포 수 밀도 및 평균 기포 지름이 상기 범위 내이면, 도가니의 내면이 결정화(크리스토발라이트가 석출)되어 박리됨에 따른 단결정의 유전위화를 방지하면서 탕면 진동을 억제할 수 있다.

[0017] 상기 실링층의 기포 함유율은 상기 천연 기포층의 기포 함유율보다 낮은 것이 바람직하다. 이에 따라, 핀홀(pinhole)의 발생을 억제할 수 있다. 또한 실링층의 적외선 투과율이 크게 저하되어 도가니의 내면의 온도가 과도하게 저하되는 것을 방지할 수 있다. 덧붙여, 핀홀이란, 실리콘 융액 중의 가스 등이 실리콘 단결정 중에 도입됨으로써 발생되는 결정 중의 미소한 공동으로서, 디바이스 불량을 야기하는 원인이 되는 것을 말한다.

[0018] 본 발명에 따른 석영 유리 도가니는 다수의 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리로 이루어지고, 상기 천연 기포층의 외측에 형성된 결정 경화층을 더 구비하고, 상기 결정 경화층에 포함되는 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속 또는 토류 금속의 원소의 농도는 상기 천연 기포층보다 높은 것이 바람직하다. 이 경우, 결정 경화층에 포함되는 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속 또는 토류 금속의 원소의 농도는 천연 기포층보다 10 ppm 이상 높은 것이 바람직하고, 20 ppm 이상 높은 것이 특히 바람직하다. 이 구성에 따르면, 도가니의 외면의 결정화를 촉진시켜 도가니의 강도를 향상시킬 수 있고, 도가니의 변형에 따른 단결정의 유전위화를 억제할 수 있다. 또한 도가니의 외면의 결정화에 의해 적외선 투과율을 작게 하여 도가니의 내면의 고온화를 억제할 수 있고, 도가니의 용손에 의한 산소의 공급을 억제할 수 있다.

[0019] 본 발명에 따른 석영 유리 도가니는, 원통형상의 측벽부와, 만곡된 바닥부와, 상기 측벽부와 상기 바닥부 사이에 위치하고 상기 바닥부보다 큰 곡률을 갖는 코너부를 가지며, 상기 코너부의 두께는 상기 측벽부 및 상기 바닥부의 두께보다 두껍고, 상기 코너부의 상기 합성 투명층의 두께는 상기 측벽부 및 상기 바닥부의 상기 합성 투명층의 두께보다 두꺼운 것이 바람직하다. 특히, 코너부의 최대 두께는 측벽부의 평균 두께의 1.1배 이상이 바람직하고, 1.5배 이상인 것이 더 바람직하다. 코너부(1c)의 두께를 다른 부위보다 충분히 두껍게 함으로써 도가니 전체의 강도를 향상시키고, 도가니의 좌굴, 가라앉음 등의 변형을 억제할 수 있다. 또한 도가니의 내면은 코너부의 온도가 가장 높아지고, 또한 실리콘 융액과의 접촉 시간도 길므로, 다른 부위보다 용손량이 많아진다. 그러나, 코너부의 두께를 두껍게 하고, 나아가 코너부의 합성 투명층의 두께를 충분히 두껍게 함으로써, 천연 기포층의 노출을 방지할 수 있고, 단결정의 불순물 오염과 유전위화를 방지할 수 있다. 나아가, 합성 투명층이 두꺼우면 천연층 내의 불순물이 도가니의 내면까지 확산되는 거리를 충분히 유지할 수 있다. 따라서, 천연층 내의 불순물이 도가니의 내면까지 확산되는 것에 따른 크리스토발라이트의 박리나 실리콘 단결정의 오염을 방지할 수 있다.

발명의 효과

[0020] 본 발명에 따르면, 잘 변형되지 않고, 단결정의 전위 발생률을 낮추는 것이 가능한 석영 유리 도가니를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 본 발명의 실시 형태에 따른 석영 유리 도가니의 구조를 나타낸 개략 단면도이다.

도 2는 도 1의 석영 유리 도가니의 측벽부의 일부(E 부분)를 확대하여 나타낸 개략 단면도이다.

도 3은 석영 유리 도가니의 제조 방법을 설명하기 위한 모식도이다.

도 4(a)~(d)는 석영 유리층의 형성 과정을 설명하기 위한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 이하, 첨부 도면을 참조하면서, 본 발명의 바람직한 실시 형태에 대하여 상세하게 설명한다.

[0023] 도 1은 본 발명의 실시 형태에 따른 석영 유리 도가니의 구조를 나타낸 개략 단면도이다. 또한 도 2는 도 1의 석영 유리 도가니의 측벽부의 일부(E 부분)를 확대하여 나타낸 개략 단면도이다.

[0024] 도 1에 나타낸 바와 같이, 석영 유리 도가니(1)는, 실리콘 융액을 지지하기 위한 바닥 있는 원통형상의 용기로서, 원통형상의 측벽부(1a)와, 완만하게 만곡된 바닥부(1b)와, 측벽부(1a)와 바닥부(1b) 사이에 위치하고 바닥부(1b)보다 큰 곡률을 갖는 코너부(1c)를 가지고 있다.

[0025] 본 발명은 14인치(약 350 ㎜)의 작은 지름의 도가니를 포함한 모든 구경의 도가니에 적용 가능한데, 24인치(600 ㎜) 이상인 것이 바람직하고, 32인치(약 800 ㎜) 이상인 것이 더 바람직하다. 이러한 대구경의 도가니는 직경 300 ㎜ 이상의 대형의 실리콘 단결정 잉곳의 인상에 사용되며, 장시간 사용하여도 잘 변형되지 않을 것이 요구되기 때문이다. 최근, 실리콘 단결정의 대형화에 따른 도가니의 대형화, 인상 공정의 장시간화에 따라, 도가니의 열 환경이 가혹해지고 있으며, 대형 도가니에 있어서 내구성의 향상은 중요한 과제이다.

[0026] 도가니의 두께는 그 부위에 따라 다소 다른데, 14인치 이상의 도가니의 측벽부의 두께는 6 ㎜ 이상, 24인치 이상의 도가니의 측벽부(1a)의 두께는 7 ㎜ 이상, 32인치 이상의 대형 도가니의 측벽부(1a)의 두께는 10 ㎜ 이상, 40인치(약 1000 ㎜) 이상의 대형 도가니의 측벽부(1a)의 두께는 13 ㎜ 이상인 것이 바람직하다. 대용량의 도가니에는 다량의 실리콘 융액으로부터의 압력에 의해 변형되는 경우가 없는 충분한 두께가 필요하기 때문이다. 도가니의 측벽부(1a)의 두께는 대체로 일정한데, 하단부보다 상단부 쪽이 조금 얇아지는 경향이 있다.

[0027] 석영 유리 도가니(1)의 코너부(1c)의 두께는 측벽부(1a)나 바닥부(1b)보다 두꺼운 것이 바람직하다. 특히, 코너부(1c)의 최대 두께는 측벽부(1a)의 평균 두께의 1.1배인 것이 바람직하고, 1.5배 이상인 것이 더 바람직하다.

[0028] 석영 유리 도가니(1)는 결정 인상 중에 가열되어 연화되고, 실리콘 융액으로부터의 압력과 도가니의 자중(自重)에 의해 변형되기 쉬운 상태로 되어 있다. 특히, 실리콘 융액의 액면보다 하방의 부위의 연화의 정도가 크고, 코너부의 내면의 부풀어오름(스웰링)이 발생되기 쉽다. 도가니가 변형되면 도가니 내면에 형성된 브라운 링이 박리되어 실리콘 단결정의 유전위화의 원인이 된다. 또한 도가니의 내면은 코너부의 온도가 가장 높아지고, 또한 실리콘 융액과의 접촉 시간도 길므로, 다른 부위보다 용손량이 많아지기 때문에, 단결정 중의 산소 농도를 증가시키는 원인이 된다.

[0029] 그러나, 코너부(1c)의 두께를 다른 부위보다 두껍게 함으로써 도가니 전체의 강도를 향상시킬 수 있고, 도가니의 좌굴, 가라앉음 등의 변형을 억제할 수 있고, 특히 코너부의 내면의 스웰링을 억제할 수 있다. 나아가, 도가니의 코너부(1c)의 두께가 두꺼움으로써 도가니의 내표면의 온도가 비교적 저온이 되기 때문에, 도가니의 용손을 억제할 수있다.

[0030] 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 실시 형태에 따른 석영 유리 도가니(1)는 5층 구조로서, 도가니의 내측으로부터 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13), 천연 기포층(14), 결정 경화층(15)이 차례로 마련된 구조를 가지고 있다.

[0031] 실링층(11)은, 기포를 함유하는 합성 석영 용융 유리층으로서, 실리콘 단결정의 인상 공정의 초기(착액 공정~네킹(necking) 공정)에 있어서, 도가니 내면에 발생되는 브라운 링의 성장을 억제함과 함께, 실리콘 융액의 탕면 진동을 방지하는 역할을 하는 것이다. 아크 용융을 수행한 도가니의 최표면(最表面)에는 브라운 링이 발생되기 쉽고, 브라운 링이 박리되면 단결정 중에 전위가 발생될 확률이 높아진다. 또한 종결정의 착액(着液) 공정에서 탕면 진동이 일어나면 종결정을 융액에 융합시킬 수 없다. 또한 결정 직경을 가늘게 수축시키는 네킹 공정에서 탕면 진동이 일어나면 결정 직경이 안정되지 않아, 단결정 중에 전위가 발생할 우려도 있다. 나아가 탕면 진동이 일어나면 진동으로 도가니 표면에 발생된 브라운 링이나 도가니 표면의 석영편(石英片)이 박리되기 쉬워진다. 그러나, 도가니의 내면에 실링층(11)을 마련한 경우에는, 실리콘 융액의 탕면 진동을 억제하면서 도가니의 내면의 용손을 촉진시킬 수 있고, 도가니의 내면의 브라운 링이 크게 성장하기 전에 실링층(11)과 함께 브라운 링을 소멸시킬 수 있다.

[0032] 합성 석영 용융 유리층이란, 합성 석영 원료(합성 실리카 원료)를 사용하여 형성된 석영 유리층을 말한다. 합성 석영은, 예를 들면 규소 알콕사이드의 가수 분해에 의해 합성된 실리카 원료이다. 일반적으로 합성 석영은 천연 석영에 비하여 금속 불순물의 농도가 낮고, OH기의 농도가 높다. 예를 들면, 합성 석영에 포함되는 각 금속 불순물의 함유량은 0.05 ppm 미만이고, OH기의 함유량은 30 ppm 이상이다. 합성 석영인지 여부는, OH기 및 복수개의 금속 불순물의 농도로부터 종합적으로 판단할 수 있다. 이와 같이, 합성 석영은 천연 석영과 비교하여 불순물이 적으므로, 도가니로부터 실리콘 융액 중으로의 불순물의 용출을 방지할 수 있다.

[0033] 실링층(11)은 실리콘 단결정의 직동부의 인상 시작 전에 녹아 합성 투명층(12)이 노출되도록 설계되어 있다. 직동부의 인상 시작 시에 실링층(11)이 소멸되지 않는 경우, 브라운 링이 단결정 중에 도입되어 전위가 발생할 우려가 있기 때문이다. 그 때문에, 실링층(11)의 두께는 0.1~2.0 mm인 것이 바람직하다. 실링층(11)이 0.1 mm보다 작은 경우에는 실링층(11)이 곧바로 소멸되어 버리고, 실링층(11)을 마련한 것에 따른 효과를 얻을 수 없다. 또한 실링층(11)이 2.0 mm보다 큰 경우에는 직동부의 인상 시작 전에 실링층(11)이 소멸되지 않을 우려가 있다. 실링층(11)은 적어도 측벽부(1a)에 있으면 되며, 이에 따라 도가니 내면의 결정화 및 실리콘 융액의 탕면 진동을 억제할 수 있다.

[0034] 실링층(11)의 기포 함유율은 합성 투명층(12)이나 천연 투명층(13)보다 높고 또한 천연 기포층(14)보다 낮은 것이 바람직하고, 특히 실링층(11)의 기포 함유율은 0.1~5.0 vol%인 것이 바람직하고, 0.1~3.0 vol%인 것이 더 바람직하다. 이 경우에 있어서, 기포 수 밀도는 15~300 개/cm^3인 것이 바람직하다. 또한, 평균 기포 지름은 0.2~100 μm인 것이 바람직하고, 0.2~50 μm인 것이 바람직하다. 실링층(11) 내의 기포 함유율, 기포 수 밀도 및 평균 기포 지름이 상기 범위 내인 경우에는, 도가니의 내면의 용손 속도를 크게 할 수 있고, 실링층(11)의 표면에 발생된 크리스토발라이트가 성장하여 박리되기 전에 실링층(11)째 크리스토발라이트를 소멸시켜 단결정의 유전위화를 방지할 수 있다. 실링층(11)의 기포 함유율은 측벽부의 하부보다 측벽부의 상부 쪽이 높은 것이 바람직하다.

[0035] 실링층(11)의 기포 함유율, 기포 수 밀도 및 평균 기포 지름이 상기 범위를 초과하는 경우, 결정 중에 핀홀이 발생될 우려가 있다. 즉, 도가니의 내면의 용융 시에 많은 기포가 도가니 내의 실리콘 융액에 들어가고, 이 기포가 융액 대류에 올라타서 고액 계면(固液界面)에 도입됨으로써 단결정 중에 핀홀이 발생된다. 또는, 기포가 도가니 내면에 부착된 후, 직동부 인상 중에 도가니 내면으로부터 박리되는 등 하여 단결정 중에 도입된 경우에는, 단결정 중에 핀홀이 발생된다.

[0036] 두 번째 층인 합성 투명층(12)은 기포를 함유하지 않는 합성 석영 용융 유리층이고, 실링층(11)의 외측에 위치되어 있다. 합성 투명층(12)은 기포의 영향에 의한 실리콘 단결정의 유전위화나 단결정 중의 핀홀의 발생을 방지함과 함께, 실리콘 단결정의 불순물 오염을 방지하기 위하여 마련되어 있다. 합성 투명층(12)은 실링층(11)이 녹아 소멸된 후에 도가니 벽의 내면을 구성하고, 실리콘 융액과 접하는 층이기 때문에, 실리콘 융액의 오염을 방지하기 위하여 고순도일 것이 요구된다.

[0037] 합성 투명층(12)의 두께는 0.1~10 mm인 것이 바람직하고, 0.5~10 mm인 것이 특히 바람직하다. 단결정의 인상 공정 중에 완전히 소실되어 천연 투명층(13)이 노출되는 경우가 없도록, 합성 투명층(12)은 도가니의 부위마다 적절한 두께로 설정된다. 예를 들면, 14인치 이상의 도가니의 합성 투명층의 두께는 0.5 mm 정도 존재시키고 있다. 합성 투명층(12)은 천연 투명층(13)과 함께 도가니의 측벽부(1a)부터 바닥부(1b)까지의 도가니 전체에 마련되어 있는 것이 바람직하다. 단, 실리콘 융액과 접촉하지 않는 도가니의 상단부(림(rim)부)에 있어서 투명층의 형성을 생략하는 것도 가능하다.

[0038] 합성 투명층(12)이 기포를 함유하지 않는다란, 언뜻보면 투명하게 보일 정도까지 기포가 제거되어 있다는 의미이다. 합성 투명층(12)은 기포가 파열되었을 때의 도가니 파편이 원인으로 단결정 수율이 저하되지 않을 정도의 기포 함유율을 가지고 있으면 되며, 기포 함유율은 0.1 vol% 미만이고, 기포 수 밀도는 15 개/cm^3 이하이며, 평균 기포 지름은 50 μm 이하인 것이 바람직하다.

[0039] 세 번째 층인 천연 투명층(13)은 기포를 함유하지 않는 천연 석영 용융 유리층으로서, 합성 투명층(12)의 외측에 위치해 있다. 즉, 두 번째 층인 합성 투명층(12)과 세 번째 층인 천연 투명층(13)은 동일한 투명층인데, 사용하는 원료가 천연 원료인 점에서 합성 원료를 사용하는 합성 투명층(12)과 상이하며, 이에 따라 천연 투명층(13)에 포함되는 불순물의 농도는 합성 투명층(12)보다 높아져 있다. 천연 투명층(13)은 합성 투명층(12)보다 점성이 높기 때문에, 도가니의 외면 측에 마련된 천연 기포층(14)의 열 팽창이 도가니의 내면 측에 전파되는 것을 억제할 수 있다. 또한 합성 석영 용융 유리층과 천연 석영 용융 유리층 간의 경계를 투명층 내에 마련함으로써, 열 부하에 의한 합성 석영 용융 유리층의 박리를 방지할 수 있다. 천연 투명층(13)이 기포를 갖지 않는다란, 언뜻보면 투명하게 보일 정도까지 기포가 제거되어 있다는 의미이며, 천연 투명층(13)은 합성 투명층(12)과 동등한 투명성을 가지고 있으면 된다.

[0040] 천연 석영 용융 유리층이란, 천연 석영 원료를 사용하여 형성된 석영 유리층을 말한다. 천연 석영은, 천연 수정, 규석 등의 천연질 원료이다. 일반적으로 천연 석영은 합성 석영에 비하여 금속 불순물의 농도가 높고, OH기의 농도가 낮다. 예를 들면, 천연 석영에 포함되는 Al의 함유량은 1 ppm 이상, 알칼리 금속(Na,K 및 Li)의 함

유량은 각각 0.05 ppm 이상, OH기의 함유량은 80 ppm 미만이다. 천연 석영인지 여부는 OH기 및 복수 개의 금속 불순물의 농도로부터 종합적으로 판단할 수 있다. 천연 석영은 합성 석영에 비하여 고온에 있어서의 점성이 높으므로, 도가니 전체의 내열 강도를 높일 수 있다. 또한 천연 석영은 합성 석영에 비해 저렴하여, 비용 면에서도 유리하다.

[0041] 결정 인상의 초기 단계(숄더(shoulder)부 육성 시작까지)에서는 브라운 링도 아직 작고, 실링층이 도가니 내면을 구성하고 있음으로써 도가니 내면의 용해가 진행되기 쉬우므로, 브라운 링의 대부분은 그 사이즈가 아직 작은 동안에 박리 또는 용해에 의해 소멸된다. 이와 같이, 결정 인상의 중반에 있어서 브라운 링의 수는 적어지는데, 브라운 링의 일부는 소멸되지 않고 성장하고 있으며, 소멸되지 않은 브라운 링이 직동부 육성 중에 박리됨으로써 단결정이 유전위화되는 것으로 추측된다. 브라운 링의 박리는 도가니 내면이 변형되었을 때 발생되기 쉽다. 그러나, 합성 투명층(12)과 천연 기포층(14) 사이에 천연 투명층(13)이 개재됨으로써 합성 투명층(12)의 내면의 변형을 억제할 수 있고, 브라운 링의 박리를 방지할 수 있다.

[0042] 네 번째 층인 천연 기포층(14)은 다수의 기포를 함유하는 천연 석영 용융 유리층이다. 천연 기포층(14)은 도가니의 외측에 배치된 히터로부터의 복사 열을 분산시켜 도가니 내의 실리콘 융액을 가능한 한 균일하게 가열하기 위하여 마련되어 있다. 천연 기포층(14)은 투명층에 비해 열 용량이 크므로, 실리콘 융액의 온도를 안정적으로 제어할 수 있다. 또한, 도가니의 단열성을 향상시킬 수 있고, 도가니의 내면의 온도가 과도하게 높아짐에 따른 도가니 내면의 처짐, 브라운 링의 발생·성장, 도가니의 용손에 의한 단결정의 산소 농도의 증가를 억제할 수 있다. 나아가, 도가니의 승하강이나 히터 파워 온, 단결정이 숄더부로부터 직동부로 프로세스 이행 등을 할 때 히터로부터 받는 열의 급격한 변화를 완화하여 도가니 내면의 열화를 억제하고, 실리콘 단결정 중에 도입되는 산소의 급격한 변화를 억제할 수 있다. 천연 기포층(14)은 도가니의 측벽부(1a)부터 바닥부(1b)까지의 도가니 전체에 마련되어 있는 것이 바람직하다.

[0043] 천연 기포층(14)의 기포 함유율은 실링층(11), 합성 투명층(12) 및 천연 투명층(13)의 기포 함유율보다 크며, 0.2~5 vol%인 것이 바람직하고, 1~4 vol%인 것이 더 바람직하다. 천연 기포층(14)의 기포 함유율이 1 vol% 이하에서는 천연 기포층(14)의 기능을 발휘할 수 없고, 보온성이 불충분해지기 때문이다. 또한, 천연 기포층(14)의 기포 함유율이 5 vol%를 초과하는 경우에는 기포의 팽창에 의해 도가니가 크게 변형되어 단결정 수율이 저하될 우려가 있고, 나아가 열 전달성(傳熱性)이 불충분해지기 때문이다. 특히, 천연 기포층(14)의 기포 함유율이 1~4%이면, 도가니의 변형을 더 방지할 수 있고, 또한 열 전달성을 더 높일 수 있다.

[0044] 다섯 번째 층인 결정 경화층(15)은 결정화 촉진제를 많이 포함하는 천연 석영 용융 유리층이다. 결정화 촉진제는 알칼리 금속, 알칼리 토류 금속 또는 토류 금속의 원소로서, Li, Na, K, Mg, Ca, Sr, Ba, Al, Ga 등을 예로 들 수 있다. 결정화 촉진제를 많이 포함하는 경우에는, 도가니 외면의 결정화를 촉진시켜 도가니의 강도를 높일 수 있고, 혹은 고온 하에서 연화된 석영 유리의 점성을 높여 도가니의 좌굴, 쓰러짐 등의 변형을 방지할 수 있다. 또한 결정 경화층(15)에는 도가니의 적외선 투과율을 내리는 효과가 있고, 히터로부터 받는 급격한 열 변화를 완만하게 하고, 이에 따라 실리콘 단결정 중의 산소 농도의 급격한 변화를 억제할 수 있다. 천연 기포층(14) 및 결정 경화층(15)의 합계 두께는 도가니의 두께에서 실링층(11), 합성 투명층(12) 및 천연 투명층(13)의 합계 두께를 뺀 값으로서, 도가니의 부위에 따라 상이하다.

[0045] 합성 투명층(12) 및 천연 투명층(13)의 합계 두께가 최대가 되는 부위는 코너부(1c)에 형성되어 있으며, 코너부(1c)의 합성 투명층(12)의 두께는 측벽부(1a) 및 바닥부(1b)의 합성 투명층(12)의 두께보다 두꺼운 것이 바람직하다. 도가니의 코너부(1c)는 도가니의 내면의 온도가 가장 높아지는 부위이며, 또한 실리콘 융액과의 접촉 시간도 길므로, 다른 부위보다 용손량이 많아진다. 그러나, 코너부(1c)의 두께를 두껍게 하고, 나아가 코너부(1c)의 합성 투명층(12)의 두께를 충분히 두껍게 함으로써, 천연 기포층(14)의 노출을 방지할 수 있고, 단결정의 불순물 오염과 유전위화를 방지할 수 있다.

[0046] 도 3은 석영 유리 도가니의 제조 방법을 설명하기 위한 모식도이다. 또한 도 4(a)~(d)는 석영 유리층의 형성 과정을 설명하기 위한 도면이다.

[0047] 도 3에 나타낸 바와 같이, 본 실시 형태에 따른 석영 유리 도가니(1)는 소위 회전 몰드법에 의해 제조할 수 있다. 회전 몰드법에서는, 회전하는 몰드(30)의 내면(30i)에 결정화 촉진제가 첨가된 천연 석영 가루(21), 통상의 천연 석영 가루(22) 및 합성 석영 가루(23)를 차례로 퇴적시켜 원료 석영 가루의 퇴적층(20)을 형성한다(도 4(a) 참조). 원료 석영 가루는 원심력에 의해 몰드(30)의 내면(30i)에 달라붙은 채 일정한 위치에 머물고, 도가니의 형상이 유지되고 있다.

[0048] 다음, 몰드(30) 내에 아크 전극(31)을 설치하고, 몰드(30)의 내면(30i) 측으로부터 원료 석영 가루의 퇴적층(20)을 아크 용융한다. 가열 시간, 가열 온도 등의 구체적 조건은 도가니의 원료나 사이즈 등의 조건을 고려하여 적당히 결정할 필요가 있다. 이 때, 몰드(30)의 내면(30i)에 마련된 다수 개의 통기 홀(孔)(32)로부터 원료 석영 가루의 퇴적층(20)을 진공화함으로써 용융 석영 유리 중의 기포량을 제어한다.

[0049] 아크 열은 원료 석영 가루의 퇴적층(20)의 내측으로부터 외측을 향하여 서서히 전달되어 원료 석영 가루를 융해해 가므로, 원료 석영 가루가 융해되기 시작하는 타이밍에서 감압 조건을 바꿈으로써, 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13), 천연 기포층(14), 결정 경화층(15)을 각각 구별하여 만들 수 있다. 석영 가루가 융해되는 타이밍에서 감압을 강하게 하는 감압 용융을 수행하면, 아크 분위기 가스가 유리 중에 갇히지 않아, 기포를 포함하지 않는 석영 유리가 된다. 또한, 석영 가루가 융해되는 타이밍에서 감압을 약하게 하는 통상 용융(대기압 용융)을 수행하면, 아크 분위기 가스가 유리 중에 갇혀, 많은 기포를 포함하는 석영 유리가 된다.

[0050] 구체적으로는, 아크 용융의 시작 시에 통기 홀(32)로부터의 흡인력을 조금 약하게 하는 등을 수행함으로써 기포를 함유하는 실링층(11)을 형성하고(도 4(b) 참조), 이어서 흡인력을 강하게 함으로써 합성 투명층(12) 및 천연 투명층(13)을 차례로 형성한다(도 4(c) 참조). 그 후, 흡인력을 약하게 함으로써 천연 기포층(14) 및 결정 경화층(15)을 차례로 형성한다(도 4(d)).

[0051] 그 후, 아크 가열을 종료하고, 도가니를 냉각한다. 이상에 의해, 도가니 벽의 내측으로부터 외측을 향하여 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13), 천연 기포층(14), 결정 경화층(15)이 차례로 마련된 석영 유리 도가니(1)가 완성된다.

[0052] 이상 설명한 바와 같이, 본 실시 형태에 따른 석영 유리 도가니(1)는, 도가니의 내면 측으로부터 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13), 천연 기포층(14) 및 결정 경화층(15)이 차례로 마련된 구조를 가지며, 실링층(11)의 기포 함유율이 합성 투명층(12)보다 높고 또한 천연 기포층(14)보다 낮으므로, 실리콘 융액의 탕면 진동을 억제하면서 도가니의 내면의 용손을 촉진시킬 수 있다. 따라서, 도가니의 내면이 결정화되어 박리됨에 따른 단결정의 유전위화를 방지할 수 있고, 이에 따라 단결정의 전위 발생률을 저감시킬 수 있다. 또한 실링층(11)의 두께가 0.1 ㎜ 이상 2.0 ㎜ 이하이고, 실리콘 단결정의 직동부 육성 공정을 시작하기 전에 실링층이 녹아 소멸되고, 합성 투명층이 노출되어 도가니의 내면을 구성하므로, 단결정의 유전위화와 불순물 오염을 방지할 수 있다.

[0053] 이상, 본 발명의 바람직한 실시 형태에 대하여 설명하였으나, 본 발명은 상기한 실시 형태에 한정되지 않으며, 본 발명의 주요 요지를 벗어나지 않는 범위에서 다양한 변경이 가능하며, 그들도 본 발명의 범위 내에 포함되는 것임은 물론이다.

[0054] 예를 들면, 상기 실시 형태에 있어서는 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13), 천연 기포층(14) 및 결정 경화층(15)의 5층 구조로 하였으나, 가장 외측의 결정 경화층(15)을 생략하여 실링층(11), 합성 투명층(12), 천연 투명층(13) 및 천연 기포층(14)의 4층 구조로 하는 것도 가능하다.

[0055] (실시 예)

[0056] <고찰 1: 층 구조가 상이한 도가니의 고찰>

[0057] 구경 32인치의 석영 유리 도가니를 사용하여 CZ법에 의한 실리콘 단결정의 인상을 수행한 후, 단결정 수율 및 사용 후의 도가니의 변형의 정도를 평가하였다. 이 평가 시험에서는 층 구조가 상이한 3종류의 도가니 샘플 A1~A3를 각각 복수 개 준비하고, 이들 도가니를 사용하여 복수 개의 실리콘 단결정의 인상을 수행하였다. 그 결과를 표 1에 나타내었다.

표 1

[0058]

도가니 샘플	도가니 구조	도가니 변형	결정 수율
A1	3층 도가니(합성 투명층+천연 투명층+천연 기포층)	작음	60% 이하
A2	3층 도가니(실링층+합성 투명층+천연 기포층)	중간	70% 이하
A3	4층 도가니(실링층+합성 투명층+천연 투명층+천연 기포층)	작음	80% 이상

[0059] 표 1에 나타낸 바와 같이, 합성 투명층/천연 투명층/천연 기포층의 3층 구조를 가지며, 실링층이 없는 샘플 A1에서는 탕면 진동이 심하기 때문에 결정 인상을 실시할 수 없었거나, 할 수 있었다고 해도 단결정의 유전위화에 의해 결정 수율이 60% 이하가 되었다.

[0060] 또한 실링층/합성 투명층/천연 기포층의 3층 구조를 갖는 도가니 샘플 A2에서는 실링층의 작용에 의해 탕면 진동 및 브라운 링의 증가를 억제할 수 있었으나, 결정 수율이 70% 이하가 되었다. 이러한 결정 수율의 악화는 천연 투명층이 없음으로써 천연 기포층의 열 팽창에 의한 변형이 합성 투명층에 전파되고, 내표면의 변형을 일으켜 브라운 링의 박리가 일어났기 때문이라고 생각된다.

[0061] 나아가 실링층/합성 투명층/천연 투명층/천연 기포층의 4층 구조를 갖는 샘플 A3에서는 결정 수율이 80% 이상이 되었다. 샘플 A3에서는 실링층의 작용에 의해 탕면 진동 및 브라운 링의 증가를 억제할 수 있고, 나아가 천연 투명층의 작용에 의해 천연 기포층의 팽창에 따른 합성 투명층의 변형을 억제하고, 합성 투명층의 변형에 의한 브라운 링의 박리를 억제할 수 있다고 생각된다.

[0062] <고찰 2: 4층 도가니의 실링층의 두께의 고찰>

[0063] 실링층의 두께가 상이한 4층 도가니의 샘플 B1~B5를 각각 복수 개 준비하고, 이들 도가니를 사용하여 실리콘 단결정의 인상을 수행하였다. 그 결과를 표 2에 나타내었다.

표 2

[0064]

도가니 샘플	실링층 두께	결정 수율
B1	0.05 ㎜	65% 이하
B2	0.1 ㎜	80% 이상
B3	0.5 ㎜	80% 이상
B4	2.0 ㎜	80% 이상
B5	2.5 ㎜	70% 이하

[0065] 표 2에 나타낸 바와 같이, 실링층의 두께가 0.05 ㎜인 샘플 B1에서는 실링층이 없는 샘플 A1와 동일하게, 탕면 진동이 심하기 때문에 결정 인상을 실시할 수 없었거나, 할 수 있었다고 해도 단결정의 유전위화에 의해 결정 수율이 65% 이하가 되었다. 또한 실링층의 두께가 2.5 ㎜인 샘플 B5에서도 유전위화가 발생되었고, 결정 수율이 70% 이하가 되었다. 한편, 실링층의 두께가 0.1~2.0 ㎜인 도가니 샘플 B2~B4에서는 유전위화가 발생되지 않았다. 이들 결과로부터, 실링층의 두께가 0.1~2.0 ㎜인 범위 내라면, 실링층에 의해 단결정의 유전위화를 억제하는 효과를 얻을 수 있음을 알 수 있었다. 실링층이 과도하게 두꺼운 경우에는, 단결정의 직동부 육성 중에 실링층의 잔류 불용해물이 있어, 브라운 링이 박리되기 쉬운 상태이기 때문에, 결정 수율이 저하되는 것으로 생각된다.

[0066] <고찰 3: 실링층의 기포 함유율, 기포 수 밀도, 평균 기포 지름의 고찰>

[0067] 실링층에 포함되는 기포의 조건이 상이한 4층 도가니의 샘플 C1~C3을 각각 복수 개 준비하고, 이들 도가니를 사용하여 실리콘 단결정의 인상을 수행하였다. 그 결과를 표 3에 나타내었다.

표 3

[0068]

도가니 샘플	실링층의 기포 조건	결정 수율	핀홀 발생률
C1	기포 함유율: 0.1~5.0 vol%, 기포 수 밀도: 15~300 개/cm^3, 평균 기포 지름: 0.2~100 ㎛	80% 이상	0.1% 이하

C2	기포 함유율: 0.1 vol% 미만, 기포 수 밀도: 15 개/cm^3미만, 평균 기포 지름: 0.2 μm 미만	70% 이하	0.1% 이하
C3	기포 함유율: 5.0 vol% 초과, 기포 수 밀도: 300 개/cm^3 초과, 평균 기포 지름: 100 μm 초과	80% 이상	3% 이상

[0069] 표 3에 나타낸 바와 같이, 기포 함유율이 0.1~5.0 vol%, 기포 수 밀도가 15~300 개/cm^3, 평균 기포 지름이 0.2~100 μm인 샘플 C1에서는 결정 수율이 80% 이상이 되었다. 한편, 기포 함유율이 0.1 vol% 미만, 기포 수 밀도가 15 개/cm^3 미만, 평균 기포 지름이 0.2 μm 미만인 샘플 C2에서는 실링층이 없는 샘플 A1과 동일하게, 탕면 진동이 심하기 때문에 결정 인상을 실시할 수 없었거나, 할 수 있었다고 해도 단결정의 유전위화에 의해 결정 수율이 70% 이하가 되었다.

[0070] 또한, 기포 함유율이 5.0 vol% 초과, 기포 수 밀도가 300 개/cm^3 초과, 평균 기포 지름이 100 μm 초과인 샘플 C3에서는 유전위화가 억제되었고 결정 수율이 80% 이상이 되었으나, 단결정에서 잘라낸 웨이퍼를 검사하였더니 핀홀이 발생되어 있었다. 샘플 C1, C2의 핀홀 발생률이 0.1% 이하였던 것에 대해, 샘플 C3의 핀홀 발생률은 3% 이상이 되었다. 덧붙여 핀홀 발생률은 핀홀 불량 웨이퍼 수/(핀홀 합격 웨이퍼 수+핀홀 불량 웨이퍼 수)를 계산함으로써 구할 수 있다. 실링층에 포함되는 기포가 과도하게 많은 경우에는 단결정의 유전위화는 방지할 수 있으나, 단결정 중에 핀홀이 발생되기 쉬워지는 것으로 생각된다. 이상의 결과로부터, 기포 함유율이 0.1~5.0 vol%, 기포 수 밀도가 15~300 개/cm^3, 평균 기포 지름이 0.2~100 μm인 범위 내라면, 실링층에 의해 단결정의 유전위화를 억제할 수 있는 효과를 얻을 수 있음을 알 수 있었다.

[0071] <고찰 4: 결정 경화층의 유무의 고찰>

[0072] 결정 경화층을 갖지 않는 4층 도가니의 샘플 D1과 결정 경화층을 갖는 5층 도가니의 샘플 D2를 각각 복수 개 준비하고, 이들 도가니를 사용하여 실리콘 단결정의 인상을 수행하였다. 그 결과를 표 4에 나타내었다.

표 4

[0073]

도가니 샘플	도가니 구조	도가니 변형	결정수율
D1	4층 도가니(실링층+합성 투명층+천연 투명층+천연 기포층)	작음	80% 이상
D2	5층 도가니(실링층+합성 투명층+천연 투명층+천연 기포층+결정 경화층)	매우 작음	85% 이상

[0074] 표 4에 나타낸 바와 같이, 실링층/합성 투명층/천연 투명층/천연 기포층의 4층 구조를 가지며, 결정 경화층이 없는 샘플 D1에서는 도가니의 변형이 작았고, 결정 수율은 80% 이상이었다. 한편, 실링층/합성 투명층/천연 투명층/천연 기포층/결정 경화층의 5층 구조를 갖는 샘플 D2에서는 도가니의 변형이 매우 작았고, 결정 수율은 85% 이상이었다. 결정 경화층을 추가로 마련한 샘플 D2에서는 도가니의 변형이 충분히 억제됨으로써 브라운 링의 박리 억제 효과가 더 높아지는 것으로 생각된다.

[0075] <고찰 5: 코너부 최대 두께(최대/측벽 평균)의 고찰>

[0076] 도가니의 코너부의 최대 두께 비율(코너부의 최대 두께/측벽부의 평균 두께)이 상이한 4층 도가니의 샘플 E1~E8을 준비하고, 이들 도가니를 사용하여 실리콘 단결정의 인상을 수행하였다. 그 결과를 표 5에 나타내었다.

표 5

[0077]

도가니 샘플	코너부 최대 두께 비율	합성 투명층의 두께	천연 투명층의 노출	변형 & 스웰링	결정 수율
E1	0.5	측벽부, 바닥부>코너부	있음	있음	60% 이하
E2	0.5	측벽부, 바닥부<코너부	없음	있음	70% 이하
E3	1	측벽부, 바닥부>코너부	있음	있음	60% 이하
E4	1	측벽부, 바닥부<코너부	없음	있음	70% 이하
E5	1.1	측벽부, 바닥부>코너부	있음	없음	70% 이하
E6	1.1	측벽부, 바닥부<코너부	없음	없음	80% 이상
E7	1.5	측벽부, 바닥부>코너부	있음	없음	70% 이하
E8	1.5	측벽부, 바닥부<코너부	없음	없음	80% 이상

[0078] 표 5에 나타낸 바와 같이, 코너부 최대 두께 비율이 0.5이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 큰 샘플 E1에서는 합성 투명층의 소실 및 불순물 확산에 의한 크리스토발라이트의 박리에 의해 천연 투명층이 노출되었고, 또한 도가니의 변형(스웰링)에 의해 브라운 링이 박리되었으며, 결정 수율이 60% 이하가 되었다. 또한, 코너부 최대 두께 비율이 0.5이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 작은 샘플 E2에서는 천연 투명층은 노출되지 않았으나, 도가니의 변형(스웰링)에 의해 브라운 링이 박리되었고, 결정 수율이 70% 이하가 되었다.

[0079] 코너부 최대 두께 비율이 1이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 큰 샘플 E3은 샘플 E1과 동일한 결과가 되었다. 코너부 최대 두께 비율이 1이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 작은 샘플 E4는 샘플 E2와 동일한 결과가 되었다.

[0080] 코너부 최대 두께 비율이 1.1이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 큰 샘플 E5는 샘플 E1, E3과 동일한 결과가 되었고, 결정 수율이 70% 이하가 되었다. 한편, 코너부 최대 두께 비율이 1.1이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 작은 샘플 E6에서는 천연 투명층이 노출되지 않았고, 도가니의 변형도 발생되지 않았다. 이에 따라, 샘플 E6의 결정 수율은 80% 이상이 되었다.

[0081] 코너부 최대 두께 비율이 1.5이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 큰 샘플 E7은 샘플 E5와 동일한 결과가 되었고, 결정 수율이 70% 이하가 되었다. 또한, 코너부 최대 두께 비율이 1.5이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 작은 샘플 E8은 샘플 E6과 동일한 결과가 되었고, 결정 수율은 80% 이상이 되었다.

[0082] 이상의 결과로부터, 코너부 최대 두께 비율이 1.1 이상이고, 측벽부 및 바닥부의 합성 투명층의 두께가 코너부보다 작은 샘플 E6, E8 결정 수율이 80% 이상이 되었고, 천연 투명층의 노출이나 도가니의 변형(스웰링)에 기인하는 유전위화를 억제할 수 있음을 알 수 있었다.

부호의 설명

[0083]

1 석영 유리 도가니

1a 측벽부

1b 바닥부

1c 코너부

11 실링층

12 합성 투명층

13 천연 투명층

14 천연 기포층

15 결정 경화층

20 원료 석영 가루의 퇴적층

21 결정화 촉진제가 첨가된 천연 석영 가루

22 천연 석영 가루(통상의 천연 석영 가루)

23 합성 석영 가루

30 몰드

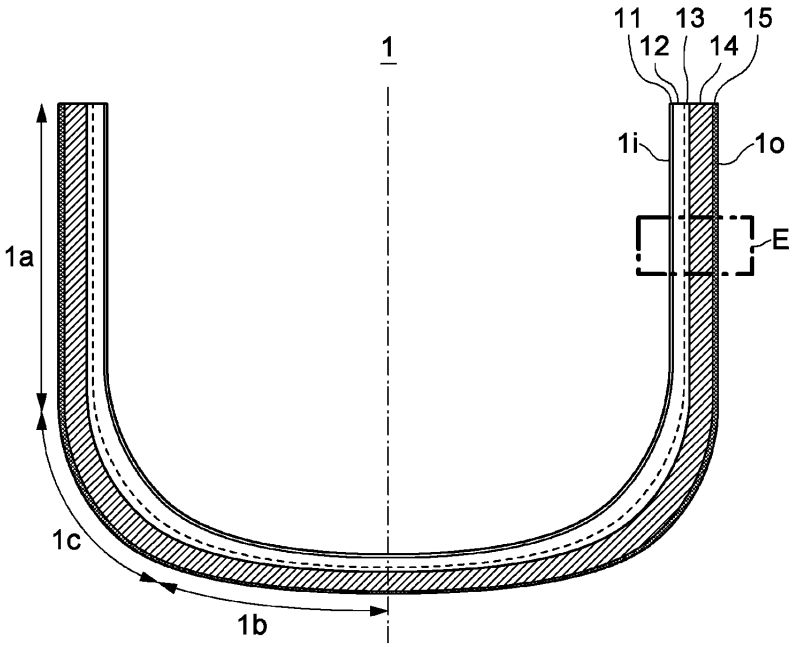
30i 몰드의 내면

31 아크 전극

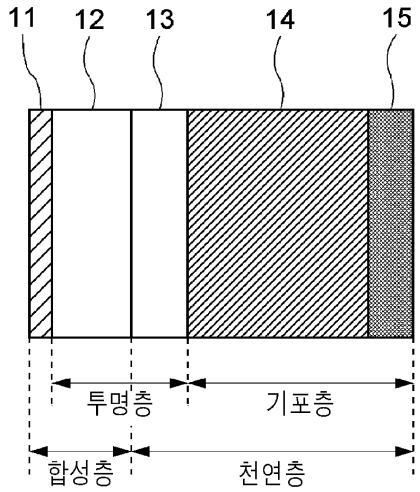
32 통기 홀

도면

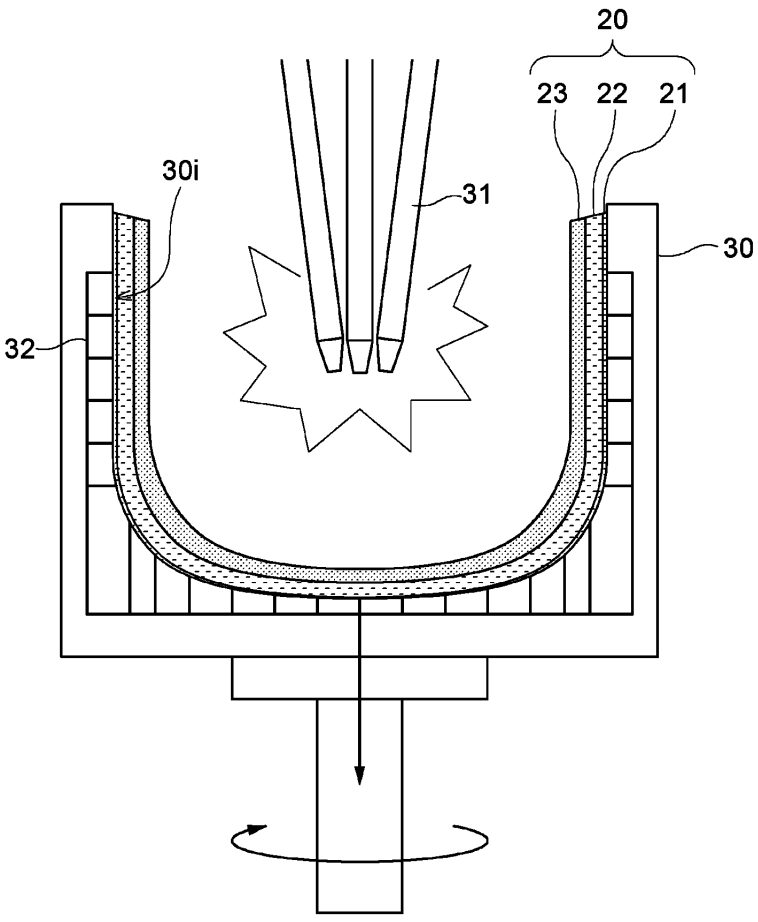
도면1



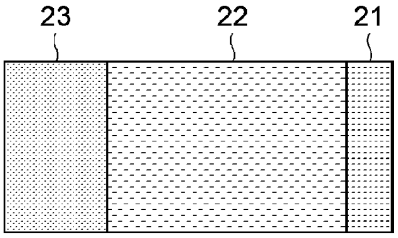
도면2



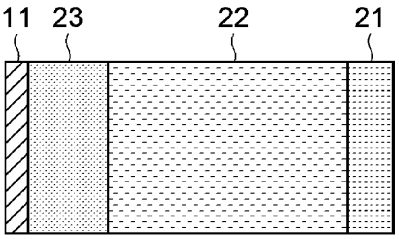
도면3



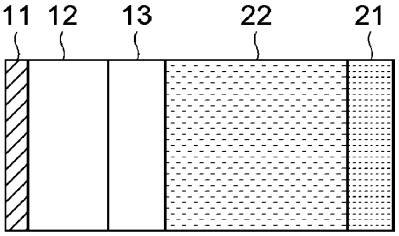
도면4



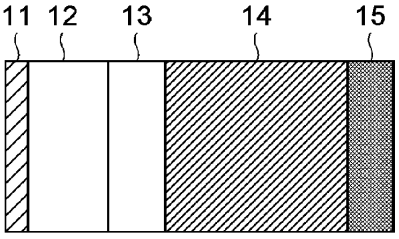
(a)



(b)



(c)



(d)