

# 公告本

406176

申請日期

88.2.1

案號:

88101499

類別:

F27B 14/c

(以上各欄由本局填註)

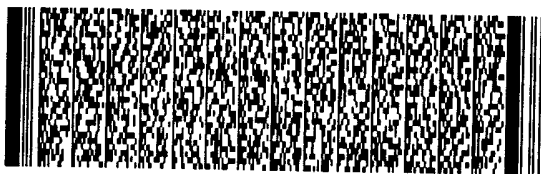
## 發明專利說明書

一、發明名稱	中文	坩鍋及其製法
	英文	CRUCIBLE AND METHOD OF PREPARATION THEREOF

406176

二、發明人	姓名 (中文)	1. 約翰 D. 荷爾德
	姓名 (英文)	1. JOHN D. HOLDER
	國籍	1. 美國
	住、居所	1. 美國米蘇里州聖路易湖區史庫納巷73號

三、申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 美商MEMC電子材料公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC.
	國籍	1. 美國
	住、居所 (事務所)	1. 美國米蘇里州聖彼得斯市珍珠大道501號
	代表人 姓名 (中文)	1. 哈蘭尼. 福. 哈尼里
	代表人 姓名 (英文)	1. HELENE F. HENNELLY



本案已向

國(地區)申請專利

美國 US

申請日期

1998/02/03 09/017,942

案號

主張優先權

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



## 五、發明說明 (1)

發明背景

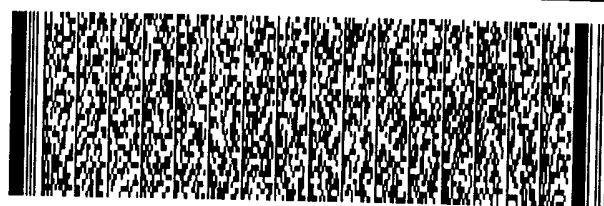
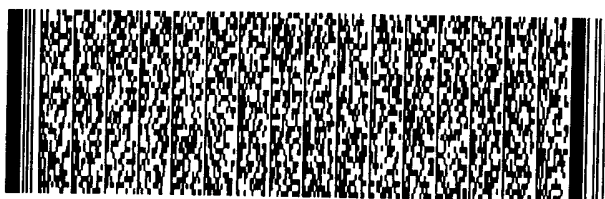
本發明係關於一種製備用於製造實質不含結晶孔隙缺陷單一晶體矽原料之石英坩鍋之方法。更具體言之，本發明係關於含甚低於液態矽不溶氣體量之石英坩鍋的製造。

Czochralski化的單一矽晶體長成製造方法中，多晶矽首先於一只石英坩鍋內熔融。多晶矽熔融後溫度達到平衡後，再以種晶浸入熔體，隨著坩鍋旋轉萃取出單一晶體矽錠。

高品質石英玻璃為半導體技術中，製造與處理坩鍋不可或缺原料，因其具純度高，耐溫安定性，與抗化學性。但因為非常高溫度侵蝕性矽熔體與石英坩鍋間有直接接觸，故坩鍋不純物對熔體污染的危險性亦高。

半透明石英坩鍋通常是以石英粉粒送入模具內，累驟形成沿模具內壁表面的一層。此石英粉粒屬再經加熱，於內壁表面上融合，同時模具不斷旋轉，製造出具相當高氣泡含量之坩鍋。本文所用“氣泡”一詞，係指存在於坩鍋孔隙內之空氣泡或空氣袋。一般半透明石英坩鍋所含氣泡直徑在由約50-200微米，平均氣泡直徑約為100微米。半透明坩鍋內有近於70,000氣泡/cm<sup>3</sup>。此類石英坩鍋優點在於強度高，且易於作成大尺寸。因此此種半透明坩鍋被廣泛的利用。

然而整個結構均含氣泡之半透明坩鍋亦有其缺點。結晶拉取階段在較大直徑錠或大質量熔體情況時，通常可長達一百小時或更久，此時矽熔體持續與坩鍋接觸，熔體會不



## 五、發明說明 (2)

斷與坩鍋反應，並令其熔解。此熔解石英坩鍋作用，造成石英壁內氣泡露出而破裂。氣泡破裂不僅會將其內氣體釋出，同時造成將石英粒子釋出到熔體內。這些粒子在熔體內，會在熔體公面部份接觸到生長中的晶體，並進入到晶體構造體內。當此現象發生，晶體可能需承受構造體損失，可能造成產量降低。

為改進產量，減少產生晶體污染，故已採用含較小尺寸及密度氣泡，或稱無氣泡區，於坩鍋內壁部份之坩鍋。Uchikawa 等人之美國專利字號第4,956,208號教授製造含高氣泡量半透明外層與實質不含氣泡透明玻璃內層的一種石英玻璃坩鍋。該透明，或實質不含氣泡層，為約0.3到3毫米厚，含小量直徑低於50微米氣泡。但是這種“無氣泡區”坩鍋對於除去所有與坩鍋相關之晶體缺陷成效有限。這是因為在製造大直徑晶體時，晶體拉取費時甚長，例如100小時或更久，Uchikawa 等人之無氣泡區，會在晶體完成前融解，而坩鍋的半透明部份仍可能在此時會釋放氣泡進入熔體。另外，即使該透明層厚度足夠，該層仍含氣泡，會釋放到熔體，可能直接接觸到成長中的晶體。不含氣泡之真正“無氣泡區”尚未有商品製出。

除此以外，現在又發現到，傳統製備之坩鍋所含空氣氣泡，亦即會釋於熔體者，含有熱動力性安定，且高度不溶於液態矽之氣體。這些非反應性氣體，尤其是氫，會在成長介面被圈圍住，造成晶體孔隙缺陷，或在晶體表面成為氣體袋，可由Large Light Point Defects(LLPDs)測得。

## 五、發明說明 (3)

這類缺陷可影響到4%由成長晶體切割下的晶圓，使這些切片不適用於等級為一級的晶圓產品。

基於以上，半導體產業仍需要一種坩鍋，其不會釋出大量含不溶性氣體氣泡到多晶熔體，導致其後造成產出晶體內氣體空隙生成。

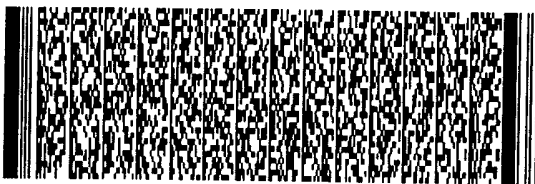
發明摘要

因此，本發明之目的包括提供一種能夠將所得單矽晶體內晶體空隙缺陷降到最低之石英坩鍋；提供一種含具有極微量不溶氣體氣泡之石英坩鍋；提供一種提升等級為1級晶圓產出量之石英坩鍋；提供一種可使處在熔體—晶體介面含不溶氣體之氣泡存在量降到最低之石英坩鍋；提供一種在其內屬具有實質上無氣泡區，且該無氣泡區氣泡所含不溶性氣體量為極微量之石英坩鍋；與提供一種於一種實質上不含不溶性氣體之大氣環境下熔融坩鍋之石英坩鍋製造方法。

故簡言之，本發明係針對一種製造用於製備實質上不含晶體空隙缺陷單矽晶體石英坩鍋之方法。在一種含低於約0.5%不溶性氣體之大氣環境下，導引石英粉粒進入模具，以沿內表面形成內層，其後加熱模具以融解石英，產生坩鍋。

本發明尚係針對一種石英坩鍋，其係用於製備實質上不含晶體空隙缺陷之矽晶體，且該坩鍋氣泡內之氣體包含低於約0.5%不溶性氣體。

本發明尚針對一種石英坩鍋，其係用於製備實質上不含



## 五、發明說明 (4)

晶體空隙缺陷之矽晶體，且該坩鍋內層具有無氣泡區，且該無氣泡區內氣泡之氣體，以及其餘部份者，均含低於約0.5%不溶性氣體。

本發明其它目的及特徵可由下文看出或指出。

附圖簡述

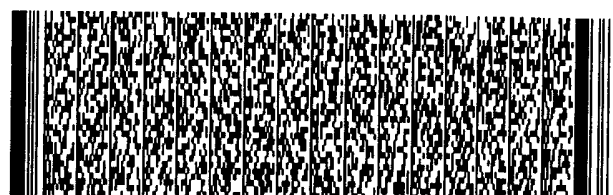
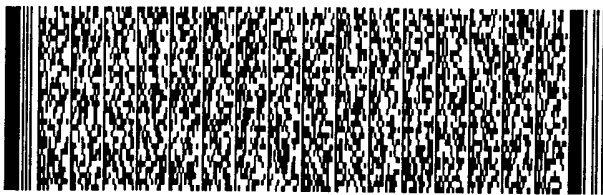
附圖1為一種製造依據本發明坩鍋裝置之剖面圖。

對應的參考代號在圖面中代表其相對應的組件。

較佳具體實例細述

根據本發明可發現到，單矽晶體切片所得矽晶圓，在經Large Light Point Defects(LLPDs)偵測後，其晶體空隙缺陷可高度降低或消失，亦即在一種實質上不含不溶於液矽氣體大氣環境下，尤其針對氫氣，融解抽拉晶體之坩鍋。本發明坩鍋在製造時，內表面上可以有或沒有無氣泡區。目前所發現甚有意義的一點，在於氫氣在矽熔體內熱動力性安定且幾乎全為惰性，當其在熔體一液體介面被圈圍住，會成為成長晶體之晶體空隙缺陷。利用在一種如氫氣之不溶性氣體量減低的大氣環境下融解坩鍋，則可形成坩鍋空隙之氣泡所具有如氫氣之不溶性氣體量可降低。如此，當晶體成長，坩鍋融解，氣泡釋出到熔體時，晶體內因不溶氣體造成之晶體空隙可減到最小或甚至消失。

參考圖1所示製造石英坩鍋裝置22。裝置22為大氣44完全籠罩，可處於具有適當透氣之密閉室內或開放區域。此處有一組旋轉模具1及一旋轉軸2。模具1內空間20供形成坩鍋。模具1旋轉，而熱源5與10插入空間20。熱源5與10



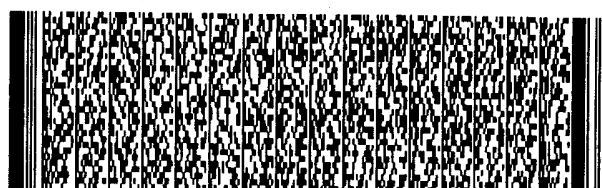
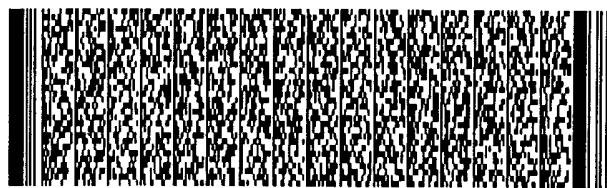
## 五、發明說明 (5)

在模具1內產生高溫之大氣環境8。石英粉粒6經管線18供入高溫氣體大氣環境8內。石英粉粒附著在模具1內表面，以來自熱源5與10之熱融解，製成一坩鍋。

石英粉粒6係由一供給槽9提供。模具1可裝置一組傳統式冷卻機構。模具1的構造與尺寸可依照欲製得坩鍋構造與尺寸而適當訂定。模具1是由具有可接受抗熱性與機械強度材料製成。

模具1內部之氣體大氣8，含有與籠罩整個裝置22之大氣44相同氣體。籠罩整組裝置22之大氣44，可經由模具1上部所含開口50與52進入模具1，形成高溫氣體大氣8。另外，源自大氣44之氣體亦可經管線18注入模具1。如前所述，籠罩裝置22之大氣44與氣體大氣8含相同氣體組成，含有低於約0.5%不溶於矽之氣體，更佳低於約0.1%，而最佳低於約0.01%。本文所用“不溶於矽”或“不溶性氣體”，代表該氣體幾乎不與液態矽反應，並且在液態矽中不會解離而能夠留存。不溶於矽之氣體例子為氫、氮、氬與氦。舉例而言，傳統用來測量融解於液態矽氣體之技藝，至今仍測不出任何融於液態矽之氫。這一類氣體，尤其是氫氣，屬熱動力性安定，在矽熔體約1420℃溫度下，幾乎完全為惰性。這些矽內之熱動力性安定氣體，會在熔體內成為小氣泡，並會在熔體內留存相當長時間。最後，氣泡會漸浮出表面，靠近熔體介面，遭圈陷住，在晶體內部形成空隙缺陷。

前面所列出之氣體中，尤以氫在自然界存量最豐，佔空

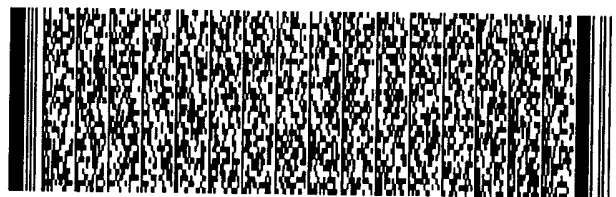
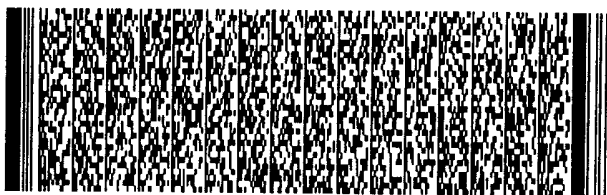


## 五、發明說明 (6)

氣的約1%。因此之故，控制製造坩鍋裝置周遭大氣氫存在量極為重要。最佳之氣體大氣44含低於約0.01%氫。

適當之氣體大氣可以例如包含合成空氣(亦即含較低量氫的空氣)，氮與氧氣混合物，或純氮。由於多數坩鍋製造處所位於密閉區域，其與周遭區域直接透氣，與外界大氣相對，合成空氣在此情況下為最佳氣體大氣，因其不致於在由密閉坩鍋製造區域排出時，對工作人員產生窒息性危險。適合用於本發明之合成空氣，應含低於0.5%氫，更佳低於0.1%氫，而最佳低於0.01%氫。適用之合成空氣為OXARC公司(Spokane, WA.)提供商品。若使用氧與氮氣混合物，或純氮作氣體大氣，則此等氣體對不溶性氣體之純度應至少為99.5%，更佳對不溶性氣體純度至少為99.9%，最佳對不溶性氣體純度為99.99%以上。

根據本發明製造所得坩鍋，含有約70,000氣泡/cm<sup>3</sup>。氣泡直徑範圍在約50-200微米，平均直徑約為100微米。在其它具體實例中，坩鍋製造時可具有一“無氣泡區”，或透明內層，如Uchikawa等人之美國專利字號第4,956,208號所授，其在本文併為參考。此處必須提出，Uchikawa之無氣泡區仍有氣泡存在。這些氣泡通常直徑在20與50微米之間，存在量約為10氣泡/cm<sup>3</sup>。若是根據本發明利用含低量不溶性氣體大氣，製造如Uchikawa等人所授之內表面上有一層無氣泡區之坩鍋，則以該無氣泡區厚度為至少1.5毫米，且無氣泡區內氣泡包含低於0.5%不溶性氣體較佳，又以厚度至少為2毫米，且無氣泡區氣泡內氣泡含低於

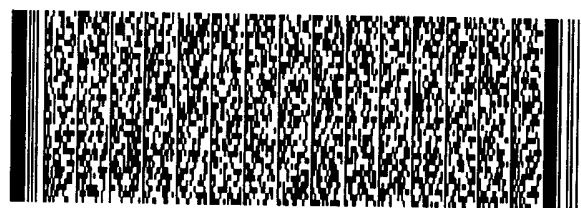
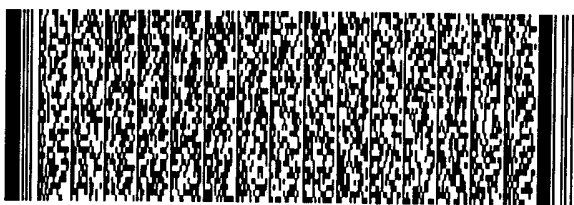


## 五、發明說明 (7)

0.5% 不溶性氣體更佳，又以厚度為3毫米，而無氣泡區內氣泡含低於0.5%不溶性氣體為最佳。熟諳此藝者成應認知，結合無氣泡區與根據本發明製造坩鍋之半透明區內之氣泡，其與無氣泡區內氣泡所含不溶性氣體量相同。特別的是，利用根據本發明含減量不溶性氣體大氣製造之坩鍋，結合了如Uchikawa等人之無氣泡區後，因為無氣泡區內氣泡大量降低之故，更具有在氣泡破裂時，降低石英遭釋放到熔體量之優點。

無論在坩鍋內任何位置所含氣泡，其氣體均來自於坩鍋製造時之氣體大氣44。這些氣泡部份會在其後的晶體抽取製程中，自坩鍋壁面，隨著熔體接觸坩鍋，反應並融解部份坩鍋壁，釋出到矽熔體。在傳統以空氣為氣體大氣製造的坩鍋，氣泡內含高程度不溶於矽之氣體，尤其是氫。隨著氣泡自坩鍋壁釋出後，該氣泡之不溶性氣體會停留於熔體較長時間，最終熔陷於熔體表面，造成如前所述產得晶體內之晶體空隙缺陷。

然而在本發明之坩鍋，因其係於降低甚多如氫之不溶性氣體之氣體大氣下製得，其於釋放氣泡到熔體時，產得晶體實質不含晶體空隙缺陷。本文此處所用“實質不含晶體空隙缺陷”一詞，代表其產得晶體含有至少50%，更佳為90%，而最佳為100%相較於以同樣操作條件，但採用在空氣大氣下製造之傳統坩鍋所製得晶體，較小的晶體空隙缺陷。產得晶體實質不含晶體空隙缺陷，因為在使用本發明坩鍋下，如氫之不溶性氣體釋放到熔體量大量程度降低或

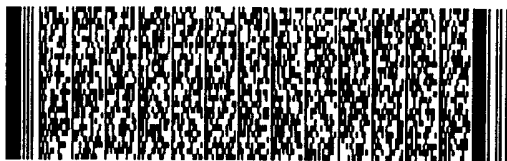


## 五、發明說明 (8)

消失。因此自單一晶體切片得到的晶圓中，有更高的百分比可適用作為第一等級原料。

由以上可知，本發明可達成其數項目的。

由於在不脫離本發明範疇下，上述說明之坩鍋製法可容許多種變化更動，故在以上述敘之所有內容僅應視為示範說明，而非具限制性質。



## 四、中文發明摘要 (發明之名稱：坩鍋及其製法)

本發明係揭示一種用於製備實質上不含晶體孔隙缺陷之矽晶體之石英坩鍋，與其製法。此坩鍋係於含有低於約0.5%氣體譬如氬之大氣中，導引石英粉末於旋轉模中而製成。石英粉末係沿著模內壁蓄積，接著加熱熔融石英粉末以製成坩鍋。在所形成坩鍋中，包含在氣泡內之氣體，係由低於約0.5%之不溶性氣體所組成。

## 英文發明摘要 (發明之名稱：CRUCIBLE AND METHOD OF PREPARATION THEREOF)

A quartz crucible for use in the preparation of silicon crystals substantially free from crystal void defects and a process for its preparation are disclosed. The crucible is prepared by introducing quartz powder into a rotating mould in an atmosphere containing less than about 0.5% insoluble gases such as argon. The quartz powder accumulates along the inner surface of the mould, and is subsequently heated to fuse the quartz powder to produce the crucible. The gases



四、中文發明摘要 (發明之名稱：坩鍋及其製法)

英文發明摘要 (發明之名稱：CRUCIBLE AND METHOD OF PREPARATION THEREOF)

contained in the bubbles in the resulting crucible are comprised of less than about 0.5% insoluble gases.



## 六、申請專利範圍

1. 一種製造用於製備實質上不含晶體空隙缺陷之矽單晶之石英坩鍋之方法，此方法包括：

將石英粉末導入一種大氣下之旋轉模具中，該大氣包含低於約0.5%不溶於在約1420°C溫度下之熔融矽之氣體；沿模具內表面累積石英粉末，以形成一層石英粉末；與

加熱該沿內表面之石英粉末層，以溶解石英粉末成該坩鍋。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣包含低於約0.1%不溶性氣體。

3. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣包含低於約0.01%不溶性氣體。

4. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣包含低於約0.5%氫。

5. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣包含低於約0.1%氫。

6. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣包含低於約0.01%氫。

7. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣為合成空氣。

8. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣為氮氣。

9. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該大氣為氧與氮之混合物。

10. 一種用於製備實質上不含晶體空隙缺陷之矽單晶之



## 六、申請專利範圍

石英坩鍋，此坩鍋包含由氣體所組成之氣泡，氣泡內之氣體係由低於約0.5%不溶性氣體所組成。

11. 如申請專利範圍第10項之坩鍋，其中在氣泡中之氣體係由低於約0.1%不溶性氣體所組成。

12. 如申請專利範圍第10項之坩鍋，其中在氣泡中之氣體係由低於約0.01%不溶性氣體所組成。

13. 一種用於製備實質上不含晶體空隙缺陷之矽單晶之石英坩鍋，此坩鍋具有至少約1.5毫米厚之內層且實質上不含氣泡，此氣泡含有氣體，且氣泡中之氣體係由低於約0.5%不溶性氣體所組成。

14. 如申請專利範圍第13項之石英坩鍋，其中該內層為至少約2毫米厚。

15. 如申請專利範圍第13項之石英坩鍋，其中該內層為約3毫米厚。

16. 一種用於製備實質上不含晶體空隙缺陷之矽單晶之石英坩鍋，此坩鍋具有約3毫米厚之內層且實質上不含氣泡，此氣泡含有氣體，且氣泡中之氣體含有低於約0.01%氫。



圖式

圖 1

