

(43) 国際公開日
2006年6月8日 (08.06.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/059453 A1

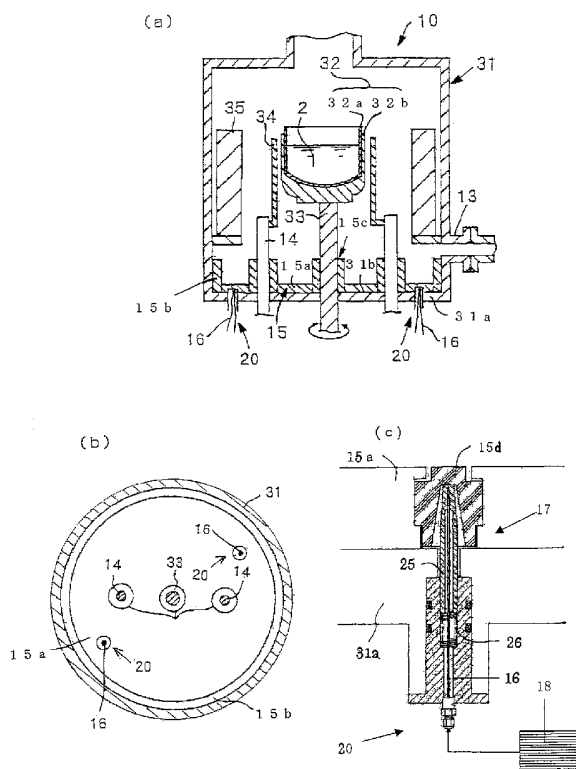
- (51) 国際特許分類:
C30B 15/00 (2006.01) C30B 29/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/020173
- (22) 国際出願日: 2005年11月2日 (02.11.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-350823 2004年12月3日 (03.12.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒1000005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 浦野 雅彦

- (URANO, Masahiko) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 水石 孝司 (MIZUSHI, Kouji) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 園川 将 (SONOKAWA, Susumu) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒1110041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号上野三生ビル4F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,

/続葉有/

(54) Title: MOLTEN METAL LEAK DETECTOR IN SINGLE CRYSTAL LIFT MECHANISM AND SINGLE CRYSTAL LIFT MECHANISM AND MOLTEN METAL LEAK DETECTING METHOD

(54) 発明の名称: 単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器および単結晶引上げ装置ならびに湯漏れ検出方法



(57) Abstract: A molten metal leak detector in a single crystal lift mechanism for detecting molten metal leaking from a crucible in a molten metal leak pan placed at the bottom of the chamber of a single crystal lift mechanism by CZ method, comprising a means for detecting the temperature at least at the bottom of the molten metal leak pan, and a means for detecting molten metal leak based on variation in detection value of the temperature detecting means, wherein the temperature detecting means has at least a temperature sensor and a protective cap covering and protecting the temperature sensor, and the protective cap abuts against the bottom of the molten metal leak pan. In the single crystal lift mechanism by CZ method, variations in temperature measured at the bottom of the pan among batches is suppressed by utilizing the molten metal leak pan for preventing molten silicon flowing out from the crucible from reaching a lower mechanism consisting of metal components and cooling piping by storing it therein, leaking molten metal is detected quickly with high precision, and such operations as blowing an alarming, stopping operation can be carried out quickly and positively.

(57) 要約: CZ法による単結晶引上げ装置のチャンバ底部に配設した湯漏れ受皿においてルツボから漏れてくる融液を検出する湯漏れ検出器であって、少なくとも前記湯漏れ受皿の底部の温度を検出する温度検出手段および該温度検出手段の検出値の変化により湯漏れを検出する湯漏れ検出手段を具備しており、前記温度検出手段は少なくとも温度センサと該温度センサを覆って保護する保護キャップを有し、

該保護キャップが前記湯漏れ受皿の底部に当接している単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。これにより、CZ法単結晶引上げ装置において、シリコン融液がルツボ外へ流出しても、こ

/続葉有/



ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,

IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

れを溜めて金属部品や冷却配管から成る下部機構に到達するのを防止する湯漏れ受皿を利用して、受皿の底部の測定温度のバッチ間のばらつきを抑えて、漏れてくる融液をいち早く高精度に検出し、警報吹鳴、運転停止等の動作を素早くかつ確実にを行うことができる湯漏れ検出器が提供される。

明 細 書

単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器および単結晶引上げ装置ならびに湯漏れ検出方法

技術分野

[0001] 本発明は、チョクラルスキー法(CZ法)により、単結晶棒を成長させるCZ法単結晶引上げ装置の湯漏れ検出に関するものである。

背景技術

[0002] 例えば半導体シリコン単結晶棒製造に用いられる従来のCZ法単結晶引上げ装置の一例を図3により説明する。図3に示すように、この単結晶引上げ装置30は、チャンバ(引上げ室)31と、チャンバ31中に設けられたルツボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構(不図示)と、シリコンの種結晶5を保持するシードチャック6と、シードチャック6を引上げるワイヤ7と、ワイヤ7を回転または巻き取る巻き取り機構(不図示)を備えて構成されている。ルツボ32は、その内側の原料シリコン融液(湯)2を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ34の外側周囲にはヒータ断熱材35が配置されている。

[0003] 次に、上記の単結晶引上げ装置30による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ32内でシリコンの高純度多結晶原料を融点(約1420℃)以上に加熱して融解する。そして、ワイヤ7を巻き出すことにより湯面3の略中心部に種結晶5の先端を接触または浸漬させる。その後、ルツボ保持軸33を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ7を回転させながら巻き取り、種結晶5を引上げるにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒1を得ることができる。

[0004] 上記した単結晶引上げ装置における石英ルツボおよび黒鉛ルツボは、共に高い耐熱性を有しているが、やや脆く、耐衝撃性に乏しいという欠点がある。そこで、単結晶引上げに際し、多結晶原料をルツボに投入すると、その衝撃によってルツボに亀裂

が入ることがあり、そこから熔融液が漏れる恐れがある。また、多結晶原料投入時にルツボ内の湯がルツボの周囲に飛散することもある。さらに使用により徐々にルツボが劣化したり、引上げ中の単結晶が落下した場合には、ルツボが破壊されて湯のほぼ全量が流出してしまう危険性もある。

[0005] このように、高温の湯がルツボ外へ流出、飛散すると、ルツボの周りからチャンバの底部に至り、チャンバ底部やヒータ用端子部あるいはルツボ保持軸等の金属部やルツボ駆動装置、下部冷却水配管等を侵食することになる。特に高温のシリコンは反応性が高く金属に対する侵食作用が強いため、冷却水配管等が侵食されやすく、水が漏れ出す危険性がある。また、装置外に溢れ出すとそれが原因で事故等が発生する可能性がある。

[0006] そこで、例えば特開平9-221385号公報に開示された単結晶引上げ装置では、全熔融原料を収容することができる内容積を有する湯漏れ受皿をルツボの下部に配設してこのような危険性を回避しようとしている。

[0007] しかしながら、このような湯漏れ受皿を設置しただけでは、湯漏れが発生した時の対策にはなるとしても、湯漏れの発生自体を検出することができず、電源を切断する等の即応が出来ないので、有効適切な回避手段を迅速にとることができない恐れがある。

[0008] また、湯漏れ検出器を備えた単結晶引上げ装置の例としては、特開平11-180794号公報の技術があり、光学式視覚センサにより引上げ中の単結晶とシリコン融液の接触部を撮像して、湯漏れによる急激な湯面位置変化を検出する方法やルツボ支持軸と種結晶を保持するワイヤの間に電圧を印加して、導電状態の変化を比較器で検出して湯漏れを検知する手段が開示されている。これらの方法は、単結晶引上げ中に生じた湯漏れの検出には極めて有効であるが、最も湯漏れの危険性の高い原料多結晶塊の溶解時に検出できないという欠点がある。さらに原料多結晶の追加投入やルツボ位置の変更等で湯面位置を変化させる場合は、その都度センサの作動を解除する必要があるという不都合がある。

[0009] そこで、このような問題を回避する方法として、湯漏れ受皿の底部に湯漏れ検出器を設け、この底部の温度を常時検出し、検出値の変化から湯漏れを判断する技術が

特開2001-302387号公報に開示されている。しかし、この方法では湯漏れ受皿の検出値がバッチ間で異なるという問題があった。

- [0010] また、ルツボの下部にロードセルを組み込み、常時ルツボの重量を測定し、湯漏れによる急激な重量変化を検出する方法も考えられる。この方式のメリットは、ロードセルの感度、ノイズの大きさ等にもよるが、湯漏れ受皿に溜まらない程少量の湯漏れも検出できる可能性がある。しかしながら、ルツボは、回転、上下動の機構を具備しており、これらの精度を維持しながら、重量測定のロードセルを組み込む構造とするためには、高精度な開発設計ならびに高額な投資を必要とする。さらにルツボの振動やルツボに何かが接触しても重量変化として表れ、湯漏れとの相違判断が極めて困難である。

発明の開示

- [0011] そこで、本発明はこのような従来の問題点に鑑みてなされたもので、CZ法単結晶引上げ装置において、不慮の事故によってシリコン融液がルツボ外へ流出しても、これを溜めて金属部品や冷却配管から成る下部機構に到達するのを防止する湯漏れ受皿を利用して、湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間のばらつきを抑えて、ルツボから漏れてくる融液をいち早く高精度に検出し、警報吹鳴、運転停止等の動作を素早くかつ確実にを行うことができるようにすることを主たる目的とする。
- [0012] 上記課題を解決するために、本発明は、チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置のチャンバ底部に配設した湯漏れ受皿においてルツボから漏れてくる融液を検出する湯漏れ検出器であって、少なくとも前記湯漏れ受皿の底部の温度を検出する温度検出手段および該温度検出手段の検出値の変化により湯漏れを検出する湯漏れ検出手段を具備しており、前記温度検出手段は少なくとも温度センサと該温度センサを覆って保護する保護キャップを有し、該保護キャップが前記湯漏れ受皿の底部に当接しているものであることを特徴とする単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器を提供する。
- [0013] 単結晶引上げ装置のチャンバ底部で、ルツボの下部に配設された湯漏れ受皿の底部に設置した温度検出手段の上にルツボから漏れてきたシリコン融液がかかると

湯漏れ受皿の底部の温度が一気に上昇することになる。この底部の温度を温度検出手段で検出し、その検出値の変化を湯漏れ検出手段で検出し、湯漏れと判断した場合には、警報、運転停止等の動作を湯漏れの程度に応じて即時にとることができ、重大な事故災害を回避することが可能となる。特に従来の光学式視覚センサによる湯漏れ検出方法では検出できなかった最も漏れの危険性の高い原料多結晶溶解時にも確実に検出することが可能となる。従って、全ての単結晶引上げ工程において湯漏れ検出が可能である。

そして、本発明では、温度センサの保護キャップが湯漏れ受皿の底部に当接しているので、底部と保護キャップの間隙の変動による湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきを低減することができ、湯漏れ検出をより迅速に、かつより確実なものとすることができる。

[0014] さらに、前記温度検出手段において、前記保護キャップの下にスプリングを配設して、該スプリングにより前記保護キャップを押し上げて、前記保護キャップを前記湯漏れ受皿の底部に当接するようにするのが望ましい。

[0015] このように、湯漏れ検出器の底部にスプリングを配設すれば、スプリングの押し上げる力により簡単かつ確実に湯漏れ受皿に温度センサの保護キャップが常に接触することができるようになるため、湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきを極めて小さくすることができる。これにより、湯漏れの有無の判断をより精度よく行うことができる。

[0016] このとき、前記スプリングの押し上げ荷重が0.5～10kgfであるのが望ましい。

このように、前記スプリングの押し上げ荷重が0.5kgf以上あれば、例えば温度センサのステンレス製の保護キャップを押し上げ、湯漏れ受皿の底部と温度センサの保護キャップを確実に接触させることができる。また、スプリングの構造上押し上げ荷重は10kgf以下が好ましい。

[0017] そして、温度センサを熱電対とすることができるし、この温度センサを複数具備することができる。

[0018] このように温度センサに熱電対を使用すると、瞬時に高感度、高精度の温度測定が可能であり、湯漏れ検出手段により湯漏れの有無の判定を容易に行うことができる。

また一箇所の湯漏れ検出器に熱電対を少なくとも2本備え、1本は予備として誤作動を防止する。例えば、一方のみ高温度検出の場合は、アラームを発して警戒態勢に入り、両方で高温度を検出した場合は直ちに運転の電源を落とすこととし、湯漏れが原因で引き起こされる事故の危険性を回避するようにする。また、1本が断線等のため温度検出ができなくなっても、予備があれば検出の継続をすることも可能である。

[0019] また本発明の単結晶引上げ装置は、前記した湯漏れ検出器を具備することを特徴とする。

このように、単結晶引上げ装置に湯漏れ受皿を具備するとともに、本発明の湯漏れ検出器を備えておけば、湯漏れ受皿の底部の温度をバッチ間のばらつきなく測定することができ、例えばルツボから湯漏れが発生したとしても、直ちに湯漏れを検出し、警報吹鳴、運転停止等の動作を湯漏れの程度に応じて即時に取ることができ、湯漏れが原因で発生する事故を未然に防ぐことができる。

[0020] さらに本発明の湯漏れ検出方法は、前記した湯漏れ検出器を使用してルツボから湯漏れ受皿に漏れてくるシリコン融液を検出することを特徴とする。

このように、本発明の湯漏れ検出器を備えておけば、結晶製造工程の全ての段階で直ちに湯漏れを検出し、警報吹鳴、運転停止等の動作を素早く取ることができる。

[0021] 本発明のCZ法単結晶引上げ装置によれば、その湯漏れ受皿において、不慮の事故によってシリコン融液がルツボ外へ流出しても、これを即座に、確実に検出することができ、湯漏れ量に応じた的確な対応策を素早くとることができる。従って融液が冷却水配管等の金属部に達するのを防いで、チャンバの水蒸気爆発等の危険を未然に回避することができるという効果が得られる。特に従来の光学式視覚センサによる湯漏れ検出方法では検出できなかった最も湯漏れの危険性の高い原料多結晶溶解時にも確実に検出することが可能となった。従って単結晶引上げ工程の全てにおいて湯漏れ検出が可能である。さらに本発明は、温度センサの保護キャップを湯漏れ受皿の底部に当接することにより、湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきを極めて小さくできるので、湯漏れを精度良く検出することができる。また本発明の湯漏れ検出器は汎用部品、材料で構成することが出来るので、安価で高感度、高精度の湯漏れ検出器を構成することができ、構造が簡単なので湯漏れ受皿への設置も

簡単かつ安価に行うことができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明に係る湯漏れ検出器として熱電対温度検出手段を備えた単結晶引上げ装置を示す図面である。(a)単結晶引上げ装置要部の縦断面図、(b)受皿の底部の平面図、(c)熱電対温度検出手段を湯漏れ受皿の底部に設置した状態を示す拡大断面図である。

[図2]温度検出手段として熱電対温度計を使用した場合の湯漏れ検出手段の一例を示す説明図である。(a)動作フロー図、(b)ブロック図。

[図3]従来のCZ法で使用される単結晶引上げ装置を示した説明図である。

発明を実施するための最良の形態

[0023] 以下では、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

単結晶引上げ装置において、多結晶原料投入の際に、その衝撃によってルツボに亀裂が入り、そこから熔融液が漏れる恐れがある。また、多結晶原料投入時にルツボ内の湯がルツボの周囲に飛散することもある。さらに使用により徐々にルツボが劣化したり、引上げ中の単結晶が落下した場合には、ルツボが破壊されて湯のほぼ全量が流出してしまう危険性もある。

[0024] このような場合の危険性を回避するために、全熔融原料を収容することができる内容積を有する受皿をルツボの下部に配置する方法が開示されているが、これでは湯漏れが発生した時の対策にはなるとしても、湯漏れの発生自体を検出することができず、電源を切断する等の即応が出来ないので、発生後の有効適切な回避手段をとることができない問題があった。

[0025] また、湯漏れ検出器を備えた単結晶引上げ装置の例として、光学式視覚センサにより引上げ中の単結晶とシリコン融液の接触部を撮像して、湯漏れによる急激な湯面位置の変化を検出する方法やルツボ支持軸と種結晶を保持するワイヤの間に電圧を印加して、導電状態の変化を比較器で検出して湯漏れを検知する手段が開示されている。しかしこれらの方法は、最も湯漏れの危険性の高い原料多結晶塊の溶解時に検出できないという欠点があった。さらに原料多結晶の追加投入やルツボ位置の

変更等で湯面位置を変化させる場合は、その都度センサの作動を解除する必要があるという不都合があった。

[0026] そこで、このような問題を回避する方法として、湯漏れ受皿の底部に湯漏れ検出器を設け、この底部の温度を常時検出し、検出値の変化から湯漏れの判断をする技術が開示されているが、湯漏れ受皿の検出値がバッチ間で異なるという問題があった。この場合、湯漏れ受皿をチャンバにセットする際に、湯漏れ受皿の底部と湯漏れ検出器の保護キャップが接触し、その衝撃によって生ずる熱電対の破損を防止するため、湯漏れ受皿の底部と保護キャップの間は僅かな間隙を設けるようにしている。しかし、バッチ間で湯漏れ受皿の底部と湯漏れ検出器の保護キャップの間隔が変動してしまい、その結果として、検出値がバッチ間で異なることを本発明者らは見出した。

[0027] そこで本発明者らは、温度検出手段を湯漏れ受皿の底部に設け、温度センサの保護キャップを受皿の底部に当接させて温度を検出し、その検出値の変化により湯漏れを検出する単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器を考え出した。

[0028] このような検出器では、温度センサの保護キャップが湯漏れ受皿の底部に当接しているため、底部と保護キャップの間隙の変動による湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきを低減することができ、湯漏れ検出をより迅速に、より確実なものとすることができる。

また、底部の温度を温度検出手段で検出し、その検出値の変化を湯漏れ検出手段で検出し、湯漏れと判断した場合には、警報、運転停止等の動作を湯漏れの程度に応じて即時にとることができ、重大な事故災害を回避することが可能となる。特に従来の光学式視覚センサによる湯漏れ検出方法では検出できなかった最も漏れの危険性の高い原料多結晶溶解時にも確実に検出することが可能となる。従って、全ての単結晶引上げ工程において湯漏れ検出が可能である。

さらに本発明の湯漏れ検出器は、汎用部品、材料で構成することが出来るので、安価で高感度、高精度の湯漏れ検出器を作製することができ、構造が簡単なので湯漏れ受皿への設置も簡単かつ安価に行うことができる。

本発明者らは、これらのことを見出し、本発明を完成させた。

[0029] 以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明するが、本発明はこれらに限定

されるものではない。また融液についてはシリコンを例にして説明する。

図1(a)は、湯漏れ受皿と本発明に係る湯漏れ検出器として熱電対温度検出手段を備えた単結晶引上げ装置要部の縦断面図であり、(b)は湯漏れ受皿の底部の平面図であり、(c)は熱電対温度検出手段を湯漏れ受皿の底部に設置した状態を示す拡大断面図である。また、図2は、湯漏れ検出手段の(a)は動作フロー図であり、(b)はブロック図の一例である。

- [0030] 図1(a)に示すように、CZ法単結晶引上げ装置10のチャンバ31は、密閉タンク型であって、周壁の冷却水配管あるいはジャケット(不図示)には冷却水が流されている。チャンバ31内にはルツボ32が設けられ、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構(不図示)を備えて構成されている。さらにチャンバ31の下部には雰囲気ガス排出管13が設けられている。この排出管はチャンバ側面に設けられているが、底部に設けられる場合もある。
- [0031] ルツボ32は、その内側の原料シリコン融液(湯)2を収容する側には石英ルツボ32aが設けられ、その外側にはこれを保護する黒鉛ルツボ32bが設けられている。また、ルツボ32の外周にはヒータ34が、ヒータ34の外側周囲にはヒータ断熱材35が配置されている。ヒータ34の下部には金属製のヒータ通電用電極14が取り付けられて装置外部電源に通じている。この電極14は、上部をカーボン製とし、金属部が高温の炉内に露出しないようにすることもある。
- [0032] そして、チャンバ31の底部31aの内壁面31bに接して湯漏れ受皿15が配設されている。この湯漏れ受皿15は底板15aと筒部15bから成り、その接合はボルトまたは螺合で接合されている。また、底板と筒部を一体成形したものもある。そして、この湯漏れ受皿15をチャンバ底部31aに嵌め込むことによって受皿の底板15aはチャンバ底部内壁面31bのほぼ全面に密着する。
- [0033] 湯漏れ受皿15において、ルツボ保持軸33やヒータ通電用電極14等のチャンバ底部31aおよび湯漏れ受皿の底板15aを貫通する部材を通す軸スリーブ15cは底板15aにネジ込みで組立てている。また、その高さは各箇所において筒部15bと同レベルとするのが好ましく、底板15aと筒部15bとから得られる湯漏れ受皿15の内容積は全溶融原料2の容積以上となるように設定されている。さらに湯漏れの一部が固化し

た場合には、体積が膨張する(シリコンの比重は、融液の場合は2.54、固体の場合は2.33)ので湯漏れ受皿の内容積は、全溶融原料が凝固した時の体積以上とする方が好ましい。湯漏れ受皿15の材質は、耐熱性、耐食性、加工性の点から黒鉛材が適しており、中でも等方性黒鉛が好ましく使用される。

[0034] このように構成された単結晶引き上げ装置10においては、ルツボ32内に投入されたシリコン多結晶原料がヒータ34により溶融されて溶融原料2が形成される。この溶融原料2に上方からワイヤで吊下げたシードホルダに装着した種結晶を浸漬し、ワイヤ及びルツボ32を回転させながら所定の速度で引上げることにより所定の単結晶棒を成長させることができる。

[0035] 上記単結晶引き上げ装置10において、例えばルツボ32に多結晶原料を投入した時に原料投入の衝撃に起因してルツボ32に亀裂が生じると、この亀裂から融液2がルツボ32の外部へ流出し、流出した融液2はルツボの外周壁に沿って下方へ流れ、チャンバ31の底部31aに向けて落下することになる。

[0036] ここで、湯漏れ受皿15を備えた単結晶引き上げ装置10によれば、チャンバ底部内壁面31bに接して湯漏れ受皿15が配設されているため、湯漏れ受皿15によって、流出した融液2を收容することができる。従って、融液2がルツボ32の下部機構に達することを確実に防止し、冷却水の蒸発による水蒸気爆発や、流出した融液が装置外に溢れ出してしまう等の危険を及ぼすことを確実に防止することができる。

[0037] しかしながら、このように湯漏れ受皿15を設置しただけでは、湯漏れが始まった時刻、すなわち、湯漏れの発生を検出することができず、有効適切な事故回避手段をとることができない恐れがある。そこで、本発明の湯漏れ検出器によってルツボ32から漏れて湯漏れ受皿15に溜り始めた湯を検出し、湯漏れの発生自体を素早く検出することによって、警報、運転停止等の動作を即時に起こすことができるようにし、湯漏れが原因で発生する事故を未然に防止することができる。

[0038] ここで本発明に係る単結晶引き上げ装置の湯漏れ検出器は、図1、図2に示したように、チョクラルスキー法による単結晶引き上げ装置10のチャンバの底部31aでルツボ32の下部に配設した湯漏れ受皿15において、ルツボ32から漏れてくるシリコン融液2を検出する湯漏れ検出器20であって、湯漏れ受皿15の底面に設けられ、底面の温

度を検出する温度検出手段17および該温度検出手段の検出値の変化により湯漏れを検出する湯漏れ検出手段18を具備することを特徴としている。

[0039] この場合、温度センサを熱電対16とし、この熱電対16を複数具備することができる。具体的には例えば図1(c)に示したように、湯漏れ受皿の底板15a内に黒鉛製の保護カバー15dを埋め込み、該保護カバー内にチャンバ底部31aを貫通して熱電対16と保護キャップ25が挿入されている。そして、ステンレス製の保護キャップ25の下端にはスプリング26が配設され、スプリング26の押し上げる力により、保護キャップ25の上端が保護カバー15dに接触するようになっている(図1(c)参照)。このようにスプリング26で保護キャップ25を受皿の底部に当接するようにすれば、受皿15をセットする際等に、保護キャップ25が受ける衝撃により熱電対16を破損させるようなこともない。

[0040] この場合、スプリング26の押し上げ荷重が0.5～10kgfであるのが望ましい。このように、スプリング26の押し上げ荷重が0.5kgf以上あれば、例えば保護キャップ25を押し上げ、湯漏れ受皿の底部と保護キャップ25を確実に接触させることができる。また、スプリング26の構造上押し上げ荷重は10kgf以下が好ましい。

[0041] なお、保護カバー15dは底板15aと同じく黒鉛製とし、底板15aの一部としてみなすことができる。このため保護カバー15dを設けるのではなく、例えば底板15aに直接窪みを設け、そこに温度検出手段17を挿入して底板15aに当接させてもよい。

このように保護カバー15dや底板15aに窪みを設けるのは、底板15aの表面により近い位置の温度をより迅速に検出し、測定精度を上げるためである。しかし、窪みの分だけ厚さが薄くなっており、そのため周囲に比べて破損劣化しやすい。破損した際、底板15aに直接窪みを設けている場合は底板15aそのものを取り換える必要があるが、保護カバー15dを使用している場合は、破損した保護カバー15dだけを取り換えればいいので、コストを抑えることが可能である。

[0042] また、このとき図2(b)に示すように予備熱電対19を挿入してもよい。熱電対の他端は湯漏れ検出手段18に接続する。そしてこの温度検出手段17と湯漏れ検出手段18から構成される湯漏れ検出器20を湯漏れ受皿15の底板15aに複数箇所設置するようにしている(図1(b)参照)。

- [0043] このように温度センサを熱電対16とし、保護キャップ25をスプリング26により押し上げて保護キャップ25の上端を保護カバー15dに当接させることによって、湯漏れ受皿の底部の温度測定精度が向上し、測定温度のバッチ間ばらつきも低減することができる。これにより、瞬時に高感度、高精度の温度測定が可能となり、その検出値の変化から湯漏れ検出手段により湯漏れの有無の判定を正確に行うことができる。また上記したように1箇所の湯漏れ検出器20に熱電対16を少なくとも2本備え、1本は予備熱電対19とすれば、温度検出の誤動作を防止することができるのでより好ましい。さらに上記のように温度検出手段を湯漏れ受皿の底部の複数箇所に設置すれば、湯漏れの検出精度がより一層向上すると共に湯漏れ位置の把握、湯漏れ量を測定することも可能となり、防災体制をより確実なものとすることができる。
- [0044] この温度検出手段17につながる湯漏れ検出手段18の一例を図2に示した。図2(b)のブロック図に示したように、温度センサである一对の熱電対16で発生する起電力を測温ユニットで温度に変換し、制御ユニットで制御信号を出力し、アラームインターロック機構で、警報を発するか、インターロックをかける回路を構成している。
- [0045] この回路による動作フローは、例えば図2(a)に示したように、ルツボ内の原料多結晶を融解する加熱電力が加熱開始後、所定電力が予め定められた値に達したら湯漏れ受皿の底部にセットした熱電対温度検出手段による測温を開始し、熱電対が高温を検出した場合($t > T1$ 、 t :熱電対による検出温度、 $T1$:警戒温度)は、アラームを発して警戒態勢に入るようにし、警戒温度 $T1$ からさらに所定温度 y を越えた高温を検出した場合は($t > T2 = T1 + y$:切電温度)直ちに運転の電源を落とすこととし、湯漏れが原因で引き起こされる事故の危険性を回避するようにしている。
- [0046] 勿論、動作フローはこれに限られるものではなく、警戒温度が所定時間継続することによって切電したり、2本の熱電対が高温を検出した時に切電するようにしてもよい。また、温度の変化速度、すなわち、温度が急変した時に、アラーム、切電等をするようにしてもよい。
- [0047] 以上述べたように、単結晶引上げ装置に湯漏れ受皿と本発明の湯漏れ検出器を備えておけば、例えルツボから湯漏れが発生したとしても、直ちに湯漏れを検出し、警報、運転停止等の対応動作を素早く行うことができ、湯漏れが原因で発生する事

故を未然に防ぐことができる。特に従来の光学式視覚センサによる湯漏れ検出方法では検出できなかった最も湯漏れの危険性の高い原料多結晶溶解時にも確実に検出することが可能となり、その測定精度は極めて高いものとなった。また、温度センサの保護キャップを湯漏れ受皿の底部に当接させることにより、受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきを極めて小さくすることができ、湯漏れをより精度よく検出することが可能である。

[0048] (実施例1)

ステンレス製の保護キャップ25の下端に押し上げ荷重2.7kgfのスプリングを配設して保護カバー15dと保護キャップ25上端を当接させた。そして、口径32インチ(80cm)の石英ルツボに320kgのシリコン多結晶をチャージし、200KWで加熱してシリコン多結晶を溶解し、直径300mm、直胴長さ140cmのシリコン単結晶を20バッチ製造し、シリコン多結晶の溶融開始からシリコン単結晶終了までの湯漏れ受皿の底部の温度を測定した。

その結果、溶融時の湯漏れ受皿の底部の最高温度は平均値が480℃、 σ が33.0となった。また、直胴部育成時の湯漏れ受皿の底部の測定温度が最も低くなったとき平均値は226℃、 σ は18.4となった。

[0049] (比較例1)

ステンレス製の保護キャップ25の下端にスプリングを配設せず、保護カバー15dと保護キャップ25上端の間に3~5mm程度の隙間ができるように、保護カバー15dの窪みに保護キャップ25を挿入した。そして、実施例1と同様に、口径32インチ(80cm)の石英ルツボに320kgのシリコン多結晶をチャージし、200KWで加熱してシリコン多結晶を溶解し、直径300mm、直胴長さ140cmのシリコン単結晶を20バッチ製造し、シリコン多結晶の溶融開始からシリコン単結晶終了までの湯漏れ受皿の底部の温度を測定した。

その結果、溶融時の湯漏れ受皿の底部の最高温度は平均値が303℃、 σ が51.1となった。また、直胴部育成時の湯漏れ受皿の底部の測定温度が最も低くなったとき

平均値は175℃、 σ は28.6となった。

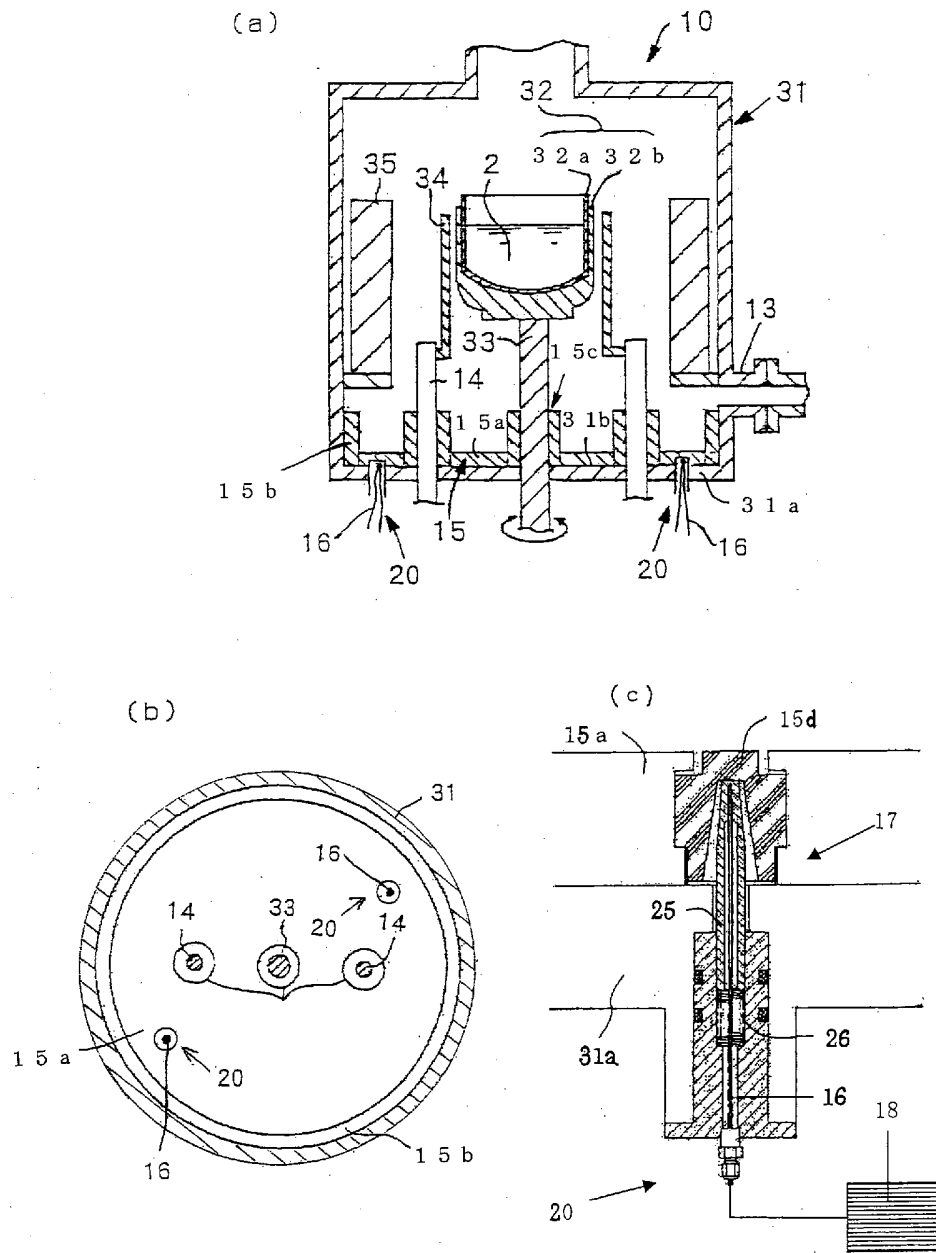
- [0050] このように、例えばスプリング等を配設せず、保護キャップと、保護カバーまたは湯漏れ受皿の底板を当接させなかった場合には湯漏れ受皿の底部の温度のバッチ間ばらつきが大きくなり、測定温度が低い場合には、実際に湯漏れが起こっても、湯漏れと判断するまでの温度に到達するまで時間が長くなってしまうという問題がある。
- これに対して、本発明のようにスプリング等を配置して、保護キャップと、保護カバーまたは湯漏れ受皿の底板を当接させた場合には、湯漏れ受皿の底部の測定温度のバッチ間ばらつきをより小さくすることができ、湯漏れが起こった場合、迅速に湯漏れの判断を行うことが可能である。
- [0051] 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。
- [0052] 例えば、上記ではCZ法でシリコン単結晶を育成する場合を例に挙げて本発明を説明したが、本発明はシリコン単結晶の製造のみに限定されるものではなく、CZ法による単結晶育成装置であれば、いかなる形態のものであっても本発明を適用できるものであり、本発明でいうCZ法には、融液に磁場を印加するMCZ (Magnetic Field Applied Czochralski) 法も含まれる他、LEC (Liquid Encapsulated Czochralski) 法を用いた化合物半導体等の単結晶育成装置にも利用できることはいうまでもない。

請求の範囲

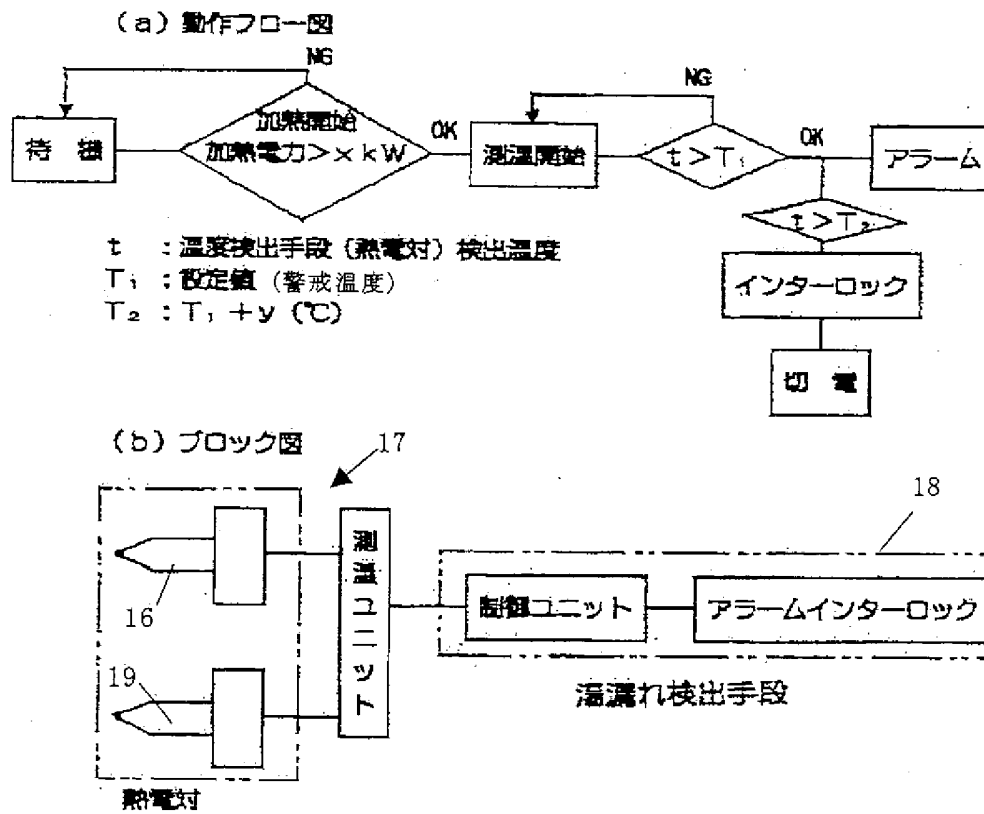
- [1] チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置のチャンバ底部に配設した湯漏れ受皿においてルツボから漏れてくる融液を検出する湯漏れ検出器であって、少なくとも前記湯漏れ受皿の底部の温度を検出する温度検出手段および該温度検出手段の検出値の変化により湯漏れを検出する湯漏れ検出手段を具備しており、前記温度検出手段は少なくとも温度センサと該温度センサを覆って保護する保護キャップを有し、該保護キャップが前記湯漏れ受皿の底部に当接しているものであることを特徴とする単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。
- [2] 前記温度検出手段には、前記保護キャップの下にスプリングが配設されており、該スプリングにより前記保護キャップが押し上げられて、前記保護キャップが前記湯漏れ受皿の底部に当接するものであることを特徴とする請求項1に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。
- [3] 前記スプリングの押し上げ荷重が0.5～10kgfであることを特徴とする請求項2に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。
- [4] 前記温度センサが熱電対であることを特徴とする請求項1から請求項3のいずれか一項に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。
- [5] 前記熱電対を複数具備しているものであることを特徴とする請求項4に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器。
- [6] 請求項1から請求項5のいずれか一項に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器を具備していることを特徴とする単結晶引上げ装置。
- [7] 請求項1から請求項5のいずれか一項に記載の単結晶引上げ装置の湯漏れ検出器を使用して、ルツボから湯漏れ受皿に漏れてくる融液を検出することを特徴とする

単結晶引上げ装置の湯漏れ検出方法。

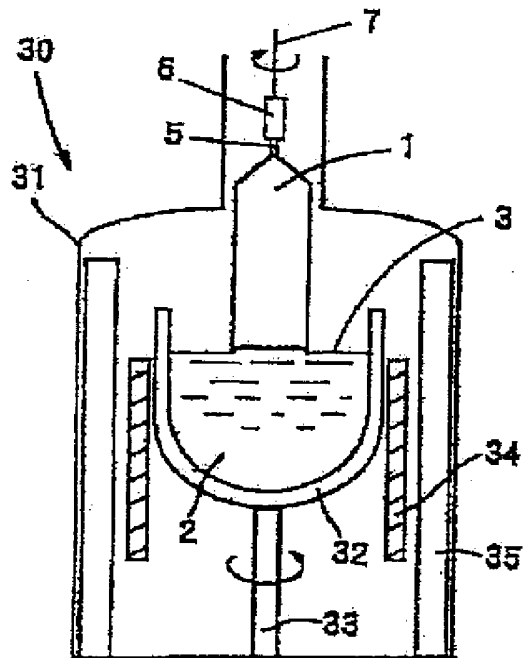
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/020173

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B15/00 (2006.01), **C30B29/06** (2006.01)

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)

C30B15/00 (2006.01), **C30B29/06** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001-302387 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 31 October, 2001 (31.10.01), Claims 1 to 3, 5, 6; Par. Nos. [0012], [0013], [0028], [0029]; Fig. 1 (Family: none)	1-7
Y	JP 2003-065859 A (Applied Materials, Inc.), 05 March, 2003 (05.03.03), Claims 1, 2; Par. Nos. [0011], [0021], [0029] (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ 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 another 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
24 November, 2005 (24.11.05)

Date of mailing of the international search report
06 December, 2005 (06.12.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **C30B15/00** (2006.01), **C30B29/06** (2006.01)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **C30B15/00** (2006.01), **C30B29/06** (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2001-302387 A (信越半導体株式会社) 2001. 10. 31, 請求項 1-3, 5, 6, 段落【0012】, 【0013】, 【0028】, 【0029】, 図1 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2003-065859 A (アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド) 2003. 03. 05, 請求項 1, 2, 段落【0011】, 【0021】, 【0029】 (ファミリーなし)	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

24. 11. 2005

国際調査報告の発送日

06. 12. 2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

増山 淳子

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

3442