(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2014-62005
(P2014-62005A)
(43)公開日　平成26年4月10日(2014.4.10)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
C30B 15/34	(2006.01)	C30B	15/34	4G077
C30B 15/30	(2006.01)	C30B	15/30	

審査請求 未請求　請求項の数 7　ＯＬ　（全 11 頁）

(21)出願番号　特願2012-206727 (P2012-206727)
(22)出願日　平成24年9月20日 (2012.9.20)

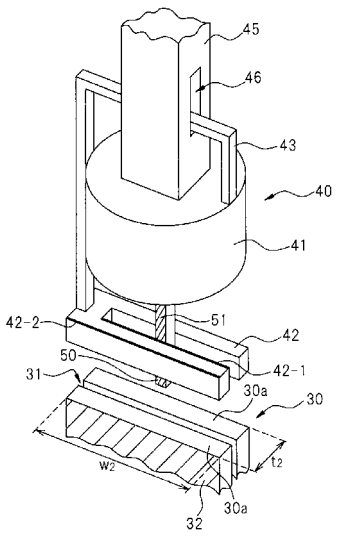
(71)出願人　000001960
シチズンホールディングス株式会社
東京都西東京市田無町六丁目１番１２号
(71)出願人　301023238
独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現一丁目２番地１
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100092624
弁理士　鶴田　準一
(74)代理人　100114018
弁理士　南山　知広
(74)代理人　100165191
弁理士　河合　章

最終頁に続く

(54)【発明の名称】単結晶製造装置及び単結晶製造方法

(57)【要約】
【課題】簡単な構成で、種結晶と金型との位置合わせを可能とする単結晶製造装置及び単結晶製造方法を提供することを目的とする。
【解決手段】単結晶（５０）の材料となる融液を上面部（３０ａ）に保持する金型（３０）と、上面部に保持された融液に種結晶を接触させながら移動させる移動手段（４０）とを備え、種結晶と当接し且つ種結晶の位置を規定するガイド部材（４２）を更に備え、ガイド部材は種結晶の基準面（５１）と平行なガイド基準部（４２－２）を有し、ガイド基準部は金型の上面部の一辺と平行であることを特徴とする単結晶製造装置（１）、及び単結晶製造方法。
【選択図】図２

図2



【特許請求の範囲】
【請求項１】
単結晶の材料となる融液を上面部に保持する金型と、前記上面部に保持された融液に種結晶を接触させながら移動させる移動手段とを備えた単結晶製造装置であって、
前記種結晶と当接し、前記種結晶の位置を規定するガイド部材を更に備え、
前記ガイド部材は、前記種結晶の基準面と平行なガイド基準部を有し、前記ガイド基準部は前記金型の前記上面部の一辺と平行である、
ことを特徴とする単結晶製造装置。
【請求項２】
前記移動手段に前記ガイド部材を固定する固定部材を更に有する、請求項１に記載の単結晶製造装置。
【請求項３】
前記種結晶に前記ガイド部材を固定するためのバネ部材を更に有する、請求項１又は２に記載の単結晶製造装置。
【請求項４】
単結晶の材料となる融液を上面部に保持する金型と、種結晶を移動するための移動手段とを備えた単結晶製造装置における単結晶製造方法であって、
前記種結晶の基準面と平行なガイド基準部を有するガイド部材を、前記種結晶の基準面と当接させ、
前記ガイド基準部を前記金型の前記上面部の一辺と平行となるように設定し、
前記移動手段によって、前記上面部に保持された融液に前記種結晶を接触させながら移動させる、
ステップを有することを特徴とする単結晶製造方法。
【請求項５】
前記移動手段によって、前記ガイド部材は前記種結晶と同時に引き上げられる、請求項４に記載の単結晶製造方法。
【請求項６】
前記移動手段に前記ガイド部材を固定する固定部材を更に有する、請求項４又は５に記載の単結晶製造方法。
【請求項７】
前記種結晶に前記ガイド部材を固定するためのバネ部材を更に有する、請求項４～６の何れか一項に記載の単結晶製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、単結晶製造装置及び単結晶製造方法に関し、特に、ＥＦＧ（Edge-defined Film-fed Growth）法において利用可能な単結晶製造装置及び単結晶製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
ＥＦＧ法により単結晶を製造する装置が知られている（例えば、特許文献１参照）。特許文献１に記載の単結晶製造装置では、原料が充填されたルツボと、ルツボ内に立設されてスリットを有する金型（ダイ）と、ルツボの開口部を除くルツボの上面を閉塞する蓋を有している。
【０００３】
特許文献１に記載の単結晶製造装置では、種結晶保持具に保持された種結晶を、毛細管現象によって金型の上面部に溜まった原料融液に接触させて、引き上げることにより、単結晶を成長させている。
【０００４】
ところで、種結晶と金型との位置関係で、製造される単結晶の成長する結晶方向が規定され、結晶方向が単結晶の性能に影響を与えることから、種結晶と金型との位置合わせは

慎重に行う必要があった。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００５】
【特許文献１】特開２００６－３１２５７１号公報（１３－１５頁、図６）
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００６】
しかしながら、種結晶が金型に対して小さい場合には、目視で種結晶と金型の位置合わせを行うことは難しかった。また、種結晶の位置を微調整できるような制御機構は大掛かりであるため、高価であってコストがかかるという問題もあった。
【０００７】
そこで、本発明は、簡単な構成で、種結晶と金型との位置合わせを可能とする単結晶製造装置及び単結晶製造方法を提供することを目的とする。
【０００８】
また、本発明は、ＥＦＧ法を利用した場合において、種結晶と金型との位置決めが容易にでき、品質の高い単結晶を成長させることを可能とする単結晶製造装置及び単結晶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】
【０００９】
本発明に係る単結晶製造装置は、単結晶の材料となる融液を上面部に保持する金型と、上面部に保持された融液に種結晶を接触させながら移動させる移動手段とを備え、種結晶と当接し且つ種結晶の位置を規定するガイド部材を更に備え、ガイド部材は種結晶の基準面と平行なガイド基準部を有し、ガイド基準部は金型の前記上面部の一辺と平行であることを特徴とする。
【００１０】
さらに、本発明に係る単結晶製造装置では、移動手段にガイド部材を固定する固定部材を更に有することが好ましい。
【００１１】
さらに、本発明に係る単結晶製造装置では、種結晶にガイド部材を固定するためのバネ部材を更に有することが好ましい。
【００１２】
本発明に係る単結晶製造方法は、単結晶の材料となる融液を上面部に保持する金型と、種結晶を移動するための移動手段とを備えた単結晶製造装置において、種結晶の基準面と平行なガイド基準部を有するガイド部材を種結晶の基準面と当接させ、ガイド基準部を金型の上面部の一辺と平行となるように設定し、移動手段によって上面部に保持された融液に種結晶を接触させながら移動させるステップを有することを特徴とする。
【００１３】
さらに、本発明に係る単結晶製造方法では、移動手段によってガイド部材は種結晶と同時に引き上げられることが好ましい。
【００１４】
さらに、本発明に係る単結晶製造方法では、移動手段にガイド部材を固定する固定部材を更に有することが好ましい。
【００１５】
さらに、本発明に係る単結晶製造方法では、種結晶にガイド部材を固定するためのバネ部材を更に有することが好ましい。
【００１６】
本発明に係る単結晶製造装置及び単結晶製造方法では、種結晶自体と金型との位置合わせを行うのではなく、種結晶に固定されたガイド部材の第１基準部と金型に設定された第２基準部との位置合わせを行うので、種結晶を金型に対して正確に位置決めすることが可

能となった。
【００１７】
また、本発明に係る単結晶製造装置及び単結晶製造方法では、種結晶に固定されたガイド部材は、種結晶を保持するホルダに取り付けられるために、装置を改良する必要もなく、安価に、種結晶と金型との位置決め精度を高めることが可能となった。
【００１８】
さらに、本発明に係る単結晶製造装置及び単結晶製造方法では、種結晶の基準面と平行となる基準辺を少なくとも１辺有するガイド部材を有しているので、ガイド部材の基準辺と金型とを所望の方位に合わせることが可能となった。これによって、種結晶を金型に対して間接的に所望の結晶方位に容易且つ正確に位置決めすることが可能となった。
【図面の簡単な説明】
【００１９】
【図１】（ａ）は単結晶製造装置１の上面図であり、（ｂ）は単結晶製造装置１の概略断面図であり、（ｃ）はガイド部材の先端部形状を示す図である。
【図２】図１に示す単結晶製造装置１の一部分の斜視図である。
【図３】ＥＦＧ法による単結晶の製造方法の一例を示すフロー図である。
【図４】ガイド部材の種結晶５０への他の固定方法を説明するための図である。
【図５】種結晶から成長させた単結晶を模式化して示した図である。
【図６】種結晶と金型がずれて位置決めされた場合を模式化して示した図である。
【図７】更に他のガイド部材を示す図である。
【図８】更に他のガイド部材を示す図である。
【発明を実施するための形態】
【００２０】
以下図面を参照し単結晶製造装置及び単結晶製造方法について説明する。しかしながら、本発明が、図面又は以下に記載される実施形態に限定されるものではないことを理解されたい。
【００２１】
図１（ａ）は単結晶製造装置１の上面図であり、図１（ｂ）は単結晶製造装置１の概略断面図であり、図１（ｃ）はガイド部材の先端部形状を示す図である。図２は、図１に示す単結晶製造装置１の一部分の斜視図である。
【００２２】
単結晶製造装置１は、耐火物外枠１０、耐火物外枠１０の上部に配置された耐火物上蓋１１、耐火物外枠１０内に配置されたルツボ２０、ルツボ２０内に配置された金型３０、金型３０に対して種結晶５０を上下動させるための移動機構４０等から構成される。
【００２３】
耐火物外枠１０及び耐火物上蓋１１は、耐火煉瓦等から構成され、ルツボ２０の周囲を覆っている。ルツボ２０を加熱するための加熱部材（ヒータ等；不図示）は、耐火物の周囲に配置されている。また、耐火物外枠１０及び耐火物上蓋１１は、加熱されたルツボ２０の急激な温度変化を抑制するための保温性を有することが好ましい。耐火物上蓋１１には、開口部１２が設けられており、移動機構４０を上下動させることができるように構成されている。
【００２４】
ルツボ２０は、利用する融液を受容しうる耐熱性を有した金属材料から構成されており、所定の大きさの金型３０がその内部に配置できるような形状を有している。
【００２５】
金型３０は、融液を毛細管現象を利用して上昇させるためのスリット３１を中間部に有して構成されている。金型３０には、金型から成長する単結晶の所定の表面（例えば（１００）面）の目印となる側面３２が設定される。また、金型３０の側面３２とスリット３１とは平行に配置されている。なお、金型３０の上面部３０ａには、毛細管現象で上昇した融液と接触するように種結晶５０が位置決めされる。さらに、金型３０の幅はＷ２ｍｍ

（例えば、２０ｍｍ）、横はｔ２ｍｍ（例えば、１０ｍｍ）に設定されている。

【００２６】

移動機構４０には、種結晶５０を保持するためのホルダ４１、種結晶５０で利用する基準面５１（例えば（１００）面）を、目印である金型３０の側面３２（金型基準面）と合わせるためのガイド部材４２、ガイド部材４２をホルダ４１に固定するためのガイド固定部材４３、シャフト４５等が配置されている。ガイド固定部材４３の一端はガイド部材４２の一部に固定されており、ガイド固定部材４３の他端は、シャフト４５に設けられた貫通穴４６を貫通して、ホルダ４１に固定されている。なお、金型３０の基準面は、側面３２以外に設定することも可能である。

【００２７】

図１（ｃ）に示すように、ガイド部材４２の形状は、種結晶５０を容易に固定できるようなコの字状の形状をしており、幅はＷ１ｍｍ（例えば、２０ｍｍ）、横はｔ１ｍｍ（例えば、１０ｍｍ）である。図１及び図２では、Ｗ１＝Ｗ２及びｔ１＝ｔ２に設定したが、０＜Ｗ２≦Ｗ１、及び、０＜ｔ２≦ｔ１となるように設定することが好ましい。また、耐火物上蓋１１に設けられた開口部１２の形状は円形で、直径Ｄ（例えば２５ｍｍ）は、ガイド部材４２が付属した移動機構４０がちょうど上下動できるような大きさに設定されている。

【００２８】

図１（ｃ）に示すように、ガイド部材４２は、種結晶５０の基準面５１（例えば、（１００面））と当接するための第１のガイド基準部４２－１と、金型３０の側面３２（金型基準面）と位置合わせを行うための第２のガイド基準部４２－２を有している。種結晶５０の基準面５１を第１のガイド基準部４２－１に対して当接させることによって、種結晶５０の基準面５１と第２のガイド基準部４２－２の位置関係とが規定されるように構成されている。図１（ｃ）の場合では、種結晶５０の基準面５１と第２のガイド基準部４２－２とは平行に設定されている。

【００２９】

図３は、ＥＦＧ法による単結晶の製造方法の一例を示すフロー図である。

【００３０】

最初に、種結晶５０をホルダ４１に取り付け（Ｓ１０）、ガイド部材４２を種結晶５０に固定する（Ｓ１１）。この際に、ガイド部材４２の第１のガイド基準部４２－１を種結晶５０の基準面５１（例えば、（１００面））に当接するようにして、種結晶５０の基準面５１とガイド部材４２の第２のガイド基準部４２－２との位置関係が規定している。

【００３１】

図４は、ガイド部材の種結晶５０への他の固定方法を説明するための図である。

【００３２】

図４（ａ）は、種結晶５０の１つの基準面５１（例えば、（１００面））を利用する場合を示している。この場合、他のガイド部材８０の第１のガイド基準部８０－１に対して種結晶５０の１つの基準面５１を当接することによって、種結晶５０の１つの基準面５１と第２のガイド基準部８０－２とが平行になるように規定されている。

【００３３】

図４（ｂ）は、種結晶５０の他の基準面５２（例えば、（１１０面））を利用する場合を示している。この場合、更に他のガイド部材８１の第１のガイド基準部８１－１に対して、種結晶５０の角部を当接するようにして、種結晶５０の他の基準面５２と第２のガイド基準部８１－２とが平行になるように規定されている。図４（ｂ）の場合、種結晶５０は、図４（ａ）の状態からちょうと４５度回転した状態となっている。

【００３４】

ガイド部材の形状は、コの字状（ガイド部材４２；図１（ｃ）参照）、ロの字状（ガイド部材８０；図４（ａ）参照）、種結晶が挿入可能な穴形状（ガイド部材８１；図４（ｂ）参照）等様々であってよい。また、利用する種結晶の基準面に応じて、種結晶とガイド部材の第２のガイド基準部との位置関係も様々に規定することが可能である。

【００３５】
　また、ガイド部材は、ルツボ２０の近傍に配置されることから、ガイド部材の材質は耐熱性に優れ、高温下でも変形や破損が生じないものによって構成されている。具体的には、ガイド部材は、白金、白金－ロジウム、イリジウム等の金属板、又は、アルミナ、ジルコニア等のセラミックスから構成される。
【００３６】
　次に、ルツボ２０内に金型３０を配置し、単結晶の原材料を充填する（Ｓ１２）。
【００３７】
　次に、ガイド部材４２の第２ガイド基準部４２－２と、金型３０の側面３２（金型基準面）とを利用して、目視で、第２ガイド基準部４２－２と金型３０の側面３２（金型基準面）の位置が一致するように、移動機構４０の位置を固定し、不図示のヒータによって加熱する（Ｓ１３）。材料は加熱されることによって溶解し、溶液は、金型３０のスリット３１に侵入して、毛細管現象によってスリット３１内を上昇し、金型３０の上面部３０ａに溜まり、保持される。なお、種結晶５０と金型３０との位置決めは、移動機構４０を上部で固定しているネジの締め具（不図示）を調整したり、金型３０が固定されているルツボ２０の位置を調整したりすることにより行われる。
【００３８】
　次に、移動機構４０を操作して、種結晶５０を降下させ、金型３０の上部に保持されている融液に、種結晶５０の先端を接触させる（Ｓ１４）。種結晶５０と接触した融液の接触部分では温度が低下して、単結晶が形成される。
【００３９】
　次に、移動機構４０を操作して、種結晶５０を連続的に引き上げる（Ｓ１５）。種結晶５０を引き上げる上昇速度は、製造する単結晶に応じて適宜選択することができる。種結晶５０が徐々に引き上げられることによって、種結晶５０を中心に単結晶が金型３０の長手方向に拡張しながら結晶成長する。最終的には、金型３０の幅Ｗ２よりわずかに小さいサイズまで拡張し、その後は、ほぼ同じ幅で成長していく。
【００４０】
　単結晶が所望の大きさに成長した後に、移動機構４０を操作して、引き上げ速度を上げるか、もしくは更に温度を上昇させて、単結晶と金型３０の上面部３０ａに保持されている融液と単結晶とを切り離す（Ｓ１６）。単結晶の温度降下後に、単結晶を所定の大きさに切断して（Ｓ１７）、一連のプロセスを終了する。
【００４１】
　図５は、種結晶から成長させた単結晶を模式化して示した図である。
【００４２】
　図５（ａ）は、種結晶５０から成長した単結晶９０を示した図である。図５（ａ）において、矢印ａは金型３０の上面部３０ａからの鉛直方向を示しており、矢印ｂは金型３０の横ｔ２方向を示しており、矢印ｃは金型３０の幅Ｗ２方向を示している。図５の例は、矢印ａの方向に結晶を引き上げ、デバイスとするために切り出したものである。
【００４３】
　図５（ｂ）は、金型３０の融液と切り離された単結晶の中央部分をウエハ９２として更にカットした状態を示している。上述した様に、ガイド部材４２の第２のガイド基準部４２－２と、金型３０の側面３２（金型基準面）との位置合わせが容易に行えるため、種結晶５０で利用したい基準面５１と単結晶９０で成長させたい基準面９１との関係を正確に位置合わせすることが可能となった。したがって、単結晶９０からカットしたウエハ９２の性能を良好に保つことが可能となった。
【００４４】
　図６は、種結晶と金型がずれて位置決めされた場合を模式化して示した図である。
【００４５】
　図６では、図３のＳ１４において、種結晶５０が、金型３０の側面３２（金型基準面）からθだけ傾いて接触した場合を示している。即ち、矢印ａを軸として、この軸の回りに

角度θだけ回転ずれが起こった状態を示している。このように、種結晶５０がθだけ傾いた場合、種結晶５０から成長する単結晶の結晶方向もずれることとなり、製造される単結晶の性能が劣化するおそれがある。

【００４６】

ＥＦＧ法では、始めから、目的の方位及び形状を持った単結晶を成長させることができるため、成長後の切断加工等の後処理を簡略化できるところにメリットがある。しかしながら、種結晶の方位が目的とする方位からずれてしまうと、修正するために余計切断加工等が必要となり、コストがかかってしまう。

【００４７】

例えば、ＥＦＧ法を用いて、La3Ta0.5Ga5.3Al0.2O14（ＬＴＧＡ）単結晶を成長させて、弾性表面波（ＳＡＷ）デバイスとして利用する場合、θ＝０（ずれ無し）では、表面波速度２７２０ｍ／ｓ及び周波数３１５ＭＨｚである。しかしながら、θ＝１０°では、表面波速度２６６０ｍ／ｓ及び周波数３０８ＭＨｚとなり、θ＝２０°では、表面波速度２５２０ｍ／ｓ及び周波数２９２ＭＨｚとなる。上記の表面波速度は、超音波をサンプルに照射して、反射してくる波形から計算する手法（ＬＦＢ－ＵＭＣ手法）を用いた。また、上記の周波数は、サンプルで櫛歯電極を構成させ、インピーダンスアナライザを利用して、周波数＝表面波速度／櫛歯電極の間隔（＝８．６４μｍ）から求めた。

【００４８】

また、ＥＦＧ法を用いて、Pb（Zr,Ti）３（ＰＺＴ）単結晶を成長させて、圧電デバイスとして利用する場合、θ＝０（ずれ無し）では、圧電定数３９５ｐＣ／Ｎ及び出力１００％（目標値）である。しかしながら、θ＝１０°では、圧電定数３８７ｐＣ／Ｎ及び出力９８％（θ＝０の場合の出力を１００％とした場合）となり、θ＝２０°では、圧電定数３６４ｐＣ／Ｎ及び出力９２％（θ＝０の場合の出力を１００％とした場合）。なお、上記の圧電定数は、矢印ａを軸として、この軸の回りに角度θだけ回転ずれが起こった場合に、矢印ｃ方向の圧電定数を示している（図５参照）。また、圧電定数は、サンプルで所定の寸法の電極を形成し、共振－反共振法（ＪＥＩＴＡ　ＥＭ－４５０１規格参照）によって測定した。

【００４９】

図７は、更に他のガイド部材を示す図である。

【００５０】

図７に示す更に他のガイド部材１００は、ガイド板１０１と、バネ板１０２及び１０３を含んで構成されている。ガイド板１０１には、第１のガイド基準部１０１－１、第２のガイド基準部１０１－２、及び開口部１０１－３を有している。２枚のバネ板１０２及び１０３は、ガイド板１０１の両側端部に固定されている。

【００５１】

開口部１０１－３から種結晶５０の先端が突出するようにしてから、種結晶５０で利用する基準面を第１のガイド基準部１０１－１に当接させ、２枚のバネ板１０２及び１０３で種結晶５０を挟み込むようにして、ガイド板１０１を種結晶５０に固定する。ユーザは、第２のガイド基準部１０１－２及び金型３０の側面３２（金型基準面）を利用して位置合わせを行うことによって、種結晶５０の基準面と金型３０の側面３２（金型基準面）とを正確に位置決めすることが可能となる。

【００５２】

図８は、更に他のガイド部材を示す図である。

【００５３】

図８に示す更に他のガイド部材１１０は、第１板部材１１１、第２板部材１１２、及び結合部材１１３から構成されている。第１板部材１１１は、第１のガイド基準部１１１－１、第２のガイド基準部１１１－２、及び第１バネ部材１１１－３を有している。第２板部材１１２は、第２バネ部材１１２－３を有している。第１板部材１１１及び第２板部材１１２を移動機構４０において、結合部材１１３（例えば、ボルトとナット）で結合すると、第１バネ部材１１１－３及び第２バネ部材１１２－３が種結晶５０を固定するように

構成されている。

【００５４】

図８に示すガイド部材１１０では、種結晶５０に第１のガイド基準部１１１－１を当接させるのではなく、移動機構４０の一部を第１のガイド基準部１１１－１に当接させて、移動機構４０の所定の面と、第２のガイド基準部１１１－２との位置関係を規定されている。ここでは、種結晶５０の基準面と移動機構４０の所定の面との位置関係を予め定めておくことによって、簡易的に、第２のガイド基準部と種結晶５０の基準面との位置関係を規定させている。

【００５５】

したがって、ユーザは、第２のガイド基準部１１１－２及び金型３０の側面３２（金型基準面）を利用して位置合わせを行うことによって、種結晶５０の基準面と金型３０の側面３２（金型基準面）とを簡易的に位置決めすることが可能となる。

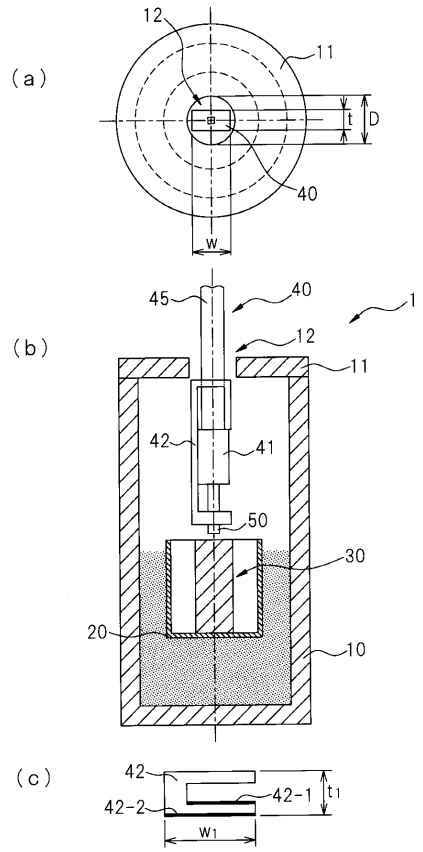
【符号の説明】

【００５６】

１　単結晶製造装置
２０　ルツボ
３０　金型
３０ａ　上面部
３２　側面（金型基準面）
４０　移動機構
４１　ホルダ
４２、８０、８１、１００、１１０　ガイド部材
４２－１、８０－１、８１－１、１０１－１、１１１－１　第１のガイド基準部
４２－２、８０－２、８１－２、１０１－２、１１１－２　第２のガイド基準部
４５　シャフト
５０　種結晶
５１　種結晶の基準面
９０　単結晶
９１　単結晶の基準面

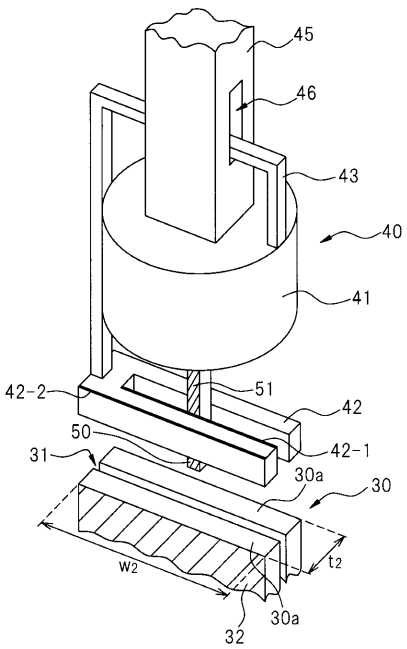
【図１】

図1



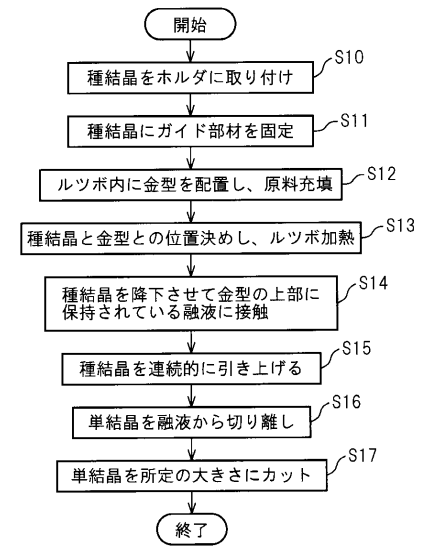
【図２】

図2



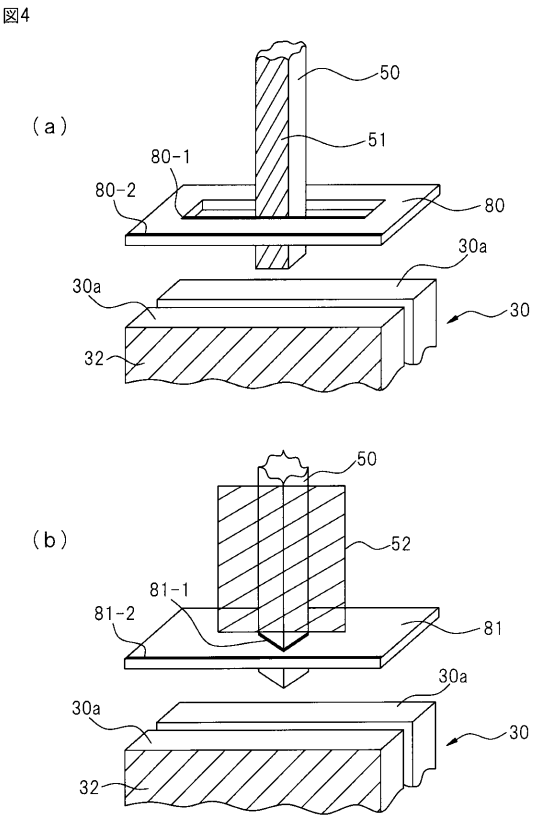
【図３】

図3



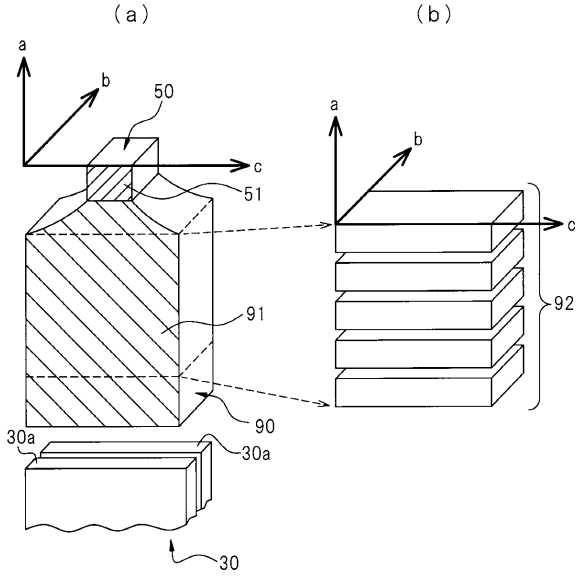
【図４】

図4



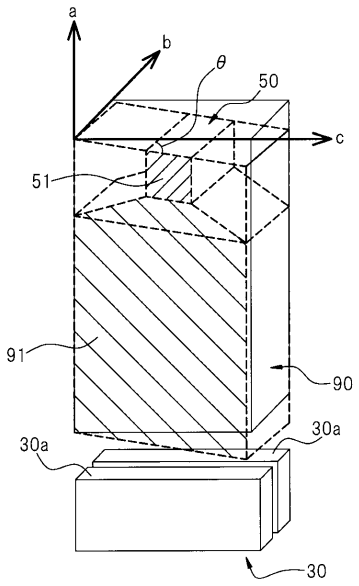
【図５】

図5



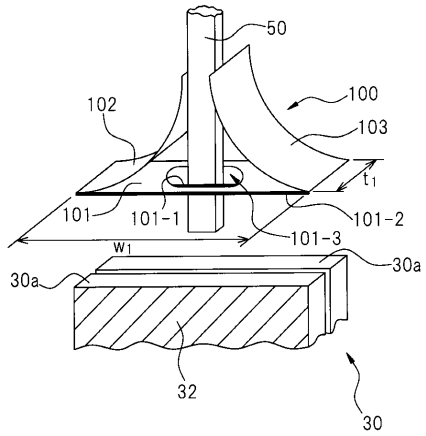
【図６】

図6



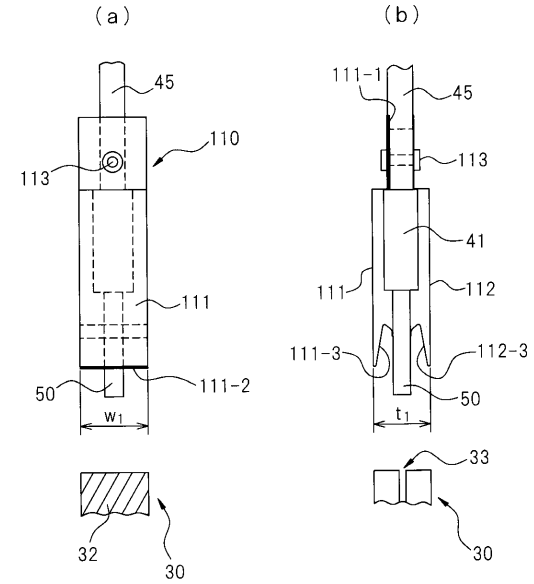
【図７】

図7



【図８】

図8



フロントページの続き

(74)代理人　100151459
弁理士　中村　健一
(72)発明者　川瀬　智子
東京都西東京市田無町六丁目１番１２号　シチズンホールディングス株式会社内
(72)発明者　島村　清史
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人物質・材料研究機構内
(72)発明者　ガルシア　ビジョラ　エンカルナシオン　アントニア
茨城県つくば市千現一丁目２番地１　独立行政法人物質・材料研究機構内

Ｆターム(参考) 4G077 AA02　AA03　BC36　BC43　CF03　ED01　EG11　EG12　EG25　HA04
HA11　PG01　PH01　PJ04　PK01　PK05