



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110546314 B

(45) 授权公告日 2021.04.02

(21) 申请号 201880001867.5

(22) 申请日 2018.03.29

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110546314 A

(43) 申请公布日 2019.12.06

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2018.11.01

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2018/013162 2018.03.29

(87) PCT国际申请的公布数据
W02019/186870 JA 2019.10.03

(73) 专利权人 株式会社水晶系统
地址 日本山梨县

(72) 发明人 进藤勇 羽生真之

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

代理人 胡焯 董庆

(51) Int.Cl.
C30B 13/00 (2006.01)

审查员 游巧

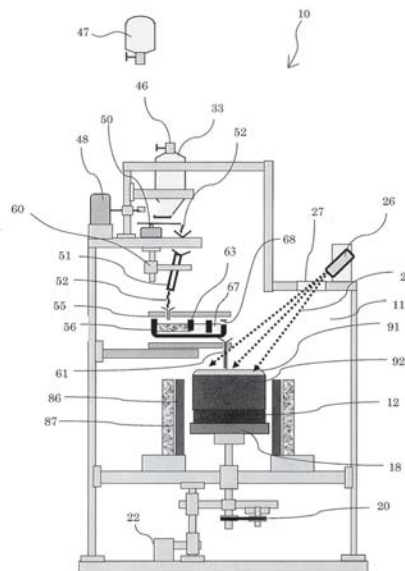
权利要求书3页 说明书17页 附图6页

(54) 发明名称

单晶制造装置

(57) 摘要

本发明的目的在于制造无晶粒边界的大型单晶,所述单晶是在垂直方向和水平方向上均为具有最佳添加物浓度的均质组成的高品质单晶。单晶制造装置,其至少具备:将一定量的粒状原料向下方供给的粒状原料供给单元,将由所述粒状原料供给单元供给的粒状原料加热并熔解而得的原料熔液向下方供给的粒状原料熔解单元,使单晶从接收用第1红外线照射装置向种晶单晶的上表面照射红外线而形成的熔液以及由所述粒状原料熔解单元供给的原料熔液而形成的混合熔液析出的结晶化单元。



1. 单晶制造装置,它是用粒状原料熔解单元使粒状原料熔解、将所得的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶的上表面的熔液中以形成混合熔液、使固体从所述混合熔液作为单晶析出以制造大型单晶的单晶制造装置,

所述单晶制造装置至少具备:

将一定量的粒状原料向下方供给的粒状原料供给单元,

将加热并熔解由所述粒状原料供给单元供给的粒状原料而得的原料熔液向下方供给的粒状原料熔解单元,

使单晶从接收用第1红外线照射装置对所述种晶单晶的上表面照射红外线而形成的熔液以及由所述粒状原料熔解单元供给的原料熔液而形成的混合熔液析出的结晶化单元,

所述粒状原料熔解单元具有:接收所述粒状原料的粒状原料熔解容器,和加热所述粒状原料熔解容器以熔解所述粒状原料熔解容器内的粒状原料的容器加热装置;

所述粒状原料熔解容器具有:加热所述粒状原料以熔解的熔解部,和仅保持在所述熔解部生成的熔液的熔液保持部;

所述粒状原料熔解容器由舟状容器、和将所述舟状容器划分为所述熔解部和熔液保持部的在下方设置有槽的隔离板构成。

2. 如权利要求1所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料熔解容器的下端配置有将由所述粒状原料熔解容器排出的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上表面的熔液上的原料熔液引导单元。

3. 单晶制造装置,它是用粒状原料熔解单元使粒状原料熔解、将所得的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶的上表面的熔液中以形成混合熔液、使固体从所述混合熔液作为单晶析出以制造大型单晶的单晶制造装置,

所述单晶制造装置至少具备:

将一定量的粒状原料向下方供给的粒状原料供给单元,

将加热并熔解由所述粒状原料供给单元供给的粒状原料而得的原料熔液向下方供给的粒状原料熔解单元,

使单晶从接收用第1红外线照射装置对所述种晶单晶的上表面照射红外线而形成的熔液以及由所述粒状原料熔解单元供给的原料熔液而形成的混合熔液析出的结晶化单元,

所述粒状原料熔解单元具有:接收所述粒状原料的粒状原料熔解容器,和加热所述粒状原料熔解容器以熔解所述粒状原料熔解容器内的粒状原料的容器加热装置;

所述粒状原料熔解容器具有:加热所述粒状原料以熔解的熔解部,和仅保持在所述熔解部生成的熔液的熔液保持部;

所述粒状原料熔解容器由熔解皿、和设置在所述熔解皿内的剖面为八字形且在下部具有槽的隔离皿构成,在所述熔解皿和隔离皿之间划分为所述熔解部和熔液保持部。

4. 如权利要求3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料熔解容器的下端配置有将由所述粒状原料熔解容器排出的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上表面的熔液上的原料熔液引导单元。

5. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料供给单元具有:

容纳所述粒状原料的料斗,

调整至规定的供给速度以将一定量的所述料斗内的粒状原料向下方供给的粒状原料

定量供给装置。

6. 如权利要求5所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料供给单元具有:将所述料斗内的粒状原料刮出并向下方供给的粒状原料刮出装置。

7. 如权利要求5所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料供给单元具有:将由所述粒状原料定量供给装置供给的粒状原料供给至下方的粒状原料熔解单元的规定位置的供给管。

8. 如权利要求7所述的单晶制造装置,其特征在于,所述供给管的材质为石英。

9. 如权利要求5所述的单晶制造装置,其特征在于,所述料斗具有用于拆装容纳所述粒状原料的收纳容器的拆装结构。

10. 如权利要求9所述的单晶制造装置,其特征在于,所述拆装结构具有任意调整所述拆装结构内和所述收纳容器内的气氛的气氛调整功能。

11. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料熔解单元和结晶化单元配置在单晶制造室内。

12. 如权利要求5所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料供给单元配置在单晶制造室内。

13. 如权利要求12所述的单晶制造装置,其特征在于,具有连通所述料斗内部和所述单晶制造室、或将所述料斗内部和所述单晶制造室调整为相同气氛的气氛调整装置。

14. 如权利要求5所述的单晶制造装置,其特征在于,所述料斗由分别容纳组成不同的粒状原料的多个料斗构成。

15. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述容器加热装置为第2红外线照射装置。

16. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述容器加热装置为高频感应加热装置。

17. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述容器加热装置为电阻加热装置。

18. 如权利要求3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料熔解容器具有在水平方向上旋转的熔解容器旋转结构。

19. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,所述粒状原料熔解容器的整体或一部分由

铂、铌、石英、碳化硅、碳、石墨、使碳或石墨材料的表面碳化硅化而得的材料构成,或者由预先在碳或石墨材料的表面用碳化硅进行了涂覆的材料构成。

20. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,具有多个所述粒状原料供给单元。

21. 如权利要求20所述的单晶制造装置,其特征在于,具有多个所述粒状原料熔解单元。

22. 如权利要求11所述的单晶制造装置,其特征在于,在所述单晶制造室的底部配置了用于设置所述种晶单晶的单晶保持台。

23. 如权利要求22所述的单晶制造装置,其特征在于,所述单晶保持台具有在水平方向上旋转的保持台旋转结构。

24. 如权利要求22所述的单晶制造装置,其特征在于,所述单晶保持台具有以规定速度沿上下方向升降的升降单元。

25. 如权利要求1或3所述的单晶制造装置,其特征在于,在所述种晶单晶的外侧设置有辅助加热装置。

单晶制造装置

技术领域

[0001] 本发明涉及将组成均质化为最佳组成并高效地制造高品质的大型的最适当添加物组成单晶的单晶制造装置。

背景技术

[0002] 单晶是指构成该物质的原子按照规定的方式在整个范围内整齐排列的材料。这种单晶的原子排列杂乱少,能够显著地呈现物质本来的特性,从而在半导体材料、光学材料等各种领域中得到应用。

[0003] 在工业上应用单晶材料时,毫无疑问需要特性优良,但单晶制造和加工的低成本也是重要因素。作为主要的半导体材料的硅(Si)、作为荧光体材料的硅酸镨(LSO; Lu_2SiO_5)、作为激光材料的钇铝石榴石(YAG; $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)等单晶均为通过“提拉法”制造的制品。

[0004] 上述Si、LSO、YAG等单晶材料分别在其中添加必要浓度的有用的添加物后再使用。例如在Si的情况下,使用添加了磷的N型半导体或添加了硼的P型半导体。另外,LSO中添加铈、YAG中添加铷。

[0005] 通过上述提拉法制造这些含有添加物的材料时,在合适的坩埚中熔解原料,在所述的熔液中浸入种晶单晶使其变粗的同时向上方提拉来进行制造。

[0006] 该方法是属于使熔液整体从上方向下方固化的所谓的单向凝固法的方法,因此存在从熔液制造作为固体的单晶时发生的偏析现象导致所得的制品中的添加物浓度不固定的缺点。

[0007] 即,熔液中的添加物浓度与固化后的结晶中的添加物浓度不同,以取决于物质的比率进行固化。将该比率称作“分配系数”,熔液中的浓度记为1时,生成的结晶中的浓度例如在硅中添加磷的情况下为0.35左右,在LSO中添加Ce的情况下为0.2左右。

[0008] 因此,如果从含有添加物的熔液开始固化,则生成的单晶中的添加物浓度低于熔液中的浓度,差值残留于熔液中。因此,随着生长的进行,熔液中的添加物浓度也相应变浓。熔液中的添加物浓度与生成的单晶中的添加物浓度之比由分配系数规定,因此如果随着结晶化的进行熔液中的添加物浓度升高,则生成的单晶中的添加物浓度也逐渐升高。

[0009] 作为制造单晶材料的其他方法,已知有浮区熔融法。该浮区熔融法中,将通常为圆棒状的原料棒的下端和配置于该原料棒的下侧的种晶单晶的上表面熔解,通过表面张力在上侧的原料棒和下侧的种晶单晶之间使两种熔液彼此接合并保持,在熔液的上侧进行原料的熔解,在熔液的下侧使单晶作为固体从熔液析出,从而制造单晶棒。

[0010] 作为熔解原料的手段,已知有利用高频感应的高频浮区熔融法(高频FZ法)、照射红外线以形成熔液的红外线浮区熔融法(红外线FZ法)。

[0011] 该高频FZ法和红外线FZ法持续进行原料向熔液中的供给和单晶从熔液的析出,因此所得的单晶中的添加物浓度和原料中的添加物浓度以稳定的状态保持相同,是能够获得均质组成的单晶制品的单晶制造方法。另外,由于未使用坩埚,因此能够制造没有坩埚成分混入的高纯度的单晶,从而也是能够应用于没有合适坩埚材料的材料的单晶制造方法。

[0012] 但是,高频FZ法被指出具有为了持续进行稳定的高频感应而需要致密且高品质的原料棒且难以应用于绝缘体材料的缺点。

[0013] 另外,已知红外线FZ法具有能够适用于从绝缘体材料到良导体材料的广范围的材料、原料棒不必具有高致密性等优点,但能够制造的单晶棒的直径仅为20~30mm左右的低值,只作为研究开发用机器使用。

[0014] 以往的红外线FZ法中,红外线相对于垂直配置的试料棒从水平方向照射。该水平照射型红外线FZ法(以下也记为水平FZ法)无法制造大口径单晶的原因在于,难以形成制造大口径单晶所需的大口径的熔体。

[0015] 即,能够向材料照射红外线来形成熔液意味着红外线被材料吸收而形成热。红外线如果在熔液中通过的同时被吸收,则随之能够到达深部的红外线量会减少。

[0016] 因此,随着远离熔液的表面而温度降低,因此培育的单晶和熔液的界面形状以及原料棒和熔液的界面形状均具有相对于熔液呈凸状的倾向。

[0017] 因此,在熔液的中心部附近,上侧的原料棒和下侧的结晶棒的间隔与外周部相比更为狭窄。原料棒和结晶棒如果接触,则熔液形状被扰乱,进而无法持续倒入熔液来制造单晶,因此期望将两者的间隔尽可能维持在较宽的水平。

[0018] 在这种情况下,如果为了避免上侧的原料棒与下侧的结晶棒接触而增加所培育的单晶的中心部的红外线量,则外侧部的熔液量会增加,熔液容易滴下。因此,上述直径超过30mm的大口径单晶的制造是极为困难的。

[0019] 于是,本发明者开发了从斜上方向下方照射红外线的倾斜照射型红外线FZ法(以下也记为倾斜FZ法)。该倾斜FZ法中,原料熔解形成的熔液由于重力而向下方自然流动,处于配置在下部的种晶单晶之上。

[0020] 种晶单晶的上表面如果为平坦状或凹状,则种晶单晶的上表面上的熔液通过表面张力得到维持。因此,从原理上讲,即使种晶单晶的直径大,该倾斜FZ法也能够种晶单晶上稳定地保持熔液,对可培育的单晶的直径没有限制。

[0021] 因此,如果能够同时实现原料的熔解以及在形成的熔液的下方稳定地维持作为单晶的固化,则能够制造大口径的单晶(例如专利文献1)。

[0022] 至今为止,尝试了通过倾斜FZ法进行硅单晶的制造,已经可以制造直径达到150mm左右的大口径的单晶。

[0023] 相比以往的水平FZ法能够制造的硅单晶的直径为30mm左右,这已经是明显的进步。

[0024] 进一步,以往的提拉法制造硅单晶时需要使用石英制的坩埚,该石英成分会大量混入所制造的单晶中,从而由此衍生的出溶现象导致了制品性能的大幅劣化。

[0025] 倾斜FZ法不会引入这种缺陷,能够制造高纯度的高品质且为均质组成的单晶,对进一步的大口径化的期待越来越高。但是,用倾斜FZ法制造更大口径的单晶时,逐渐发现了如下所述的技术问题。

[0026] 即,为了能够以良好的效率制造大口径的单晶,重要的是能够使用大口径的原料棒。虽能使用小口径的原料棒制造大口径单晶,但例如使用直径为待制造的结晶直径的一半的原料棒时,需使用长度为待制造的结晶的长度的4倍的长原料棒,或者需要准备4根与待制造的结晶制品的长度相同的原料棒,一边逐个替换这4根原料棒一边持续进行单晶的

制造。

[0027] 照此使用制品长度4倍的长原料棒时,必需将单晶制造装置大型化,而且如果要使用与制品长度相同长度的原料棒,则需要使用具有能够在制造途中逐个替换原料棒的功能的装置和进行替换操作。

[0028] 进一步,如果使用大型的原料棒来制造大口径的单晶,则大型的原料棒熔解所需的能量非常大,在用红外线照射进行加热时,需要大型的红外线产生装置以及与之相应的大型电力供给装置。

[0029] 原料棒通常通过加热原料棒的下部而熔解,但例如在对诸如硅这样的导热性较高的素材构成的大型原料棒进行局部加热以熔解时,热会传导至整个大型原料棒,从而相应地需要大量的能量。

[0030] 倾斜FZ法是向原料照射红外线以熔解并固化的单晶制造方法,通常将粒状原料成形为棒状来使用,也可直接将粒状原料熔解以固化成单晶。

[0031] 这意味着使单晶从在种晶单晶的上表面形成熔液、在此处滴加粒状原料熔解而得的原料熔液来形成的混合熔液固化的方法是能够实现的。

[0032] 于是,本发明人发明了将由粒状原料直接熔解而得的原料熔液供给至形成于种晶单晶的上表面的熔液中、使单晶从所生成的混合熔液固化的方法,取代了以往的将粒状原料成形为棒状来使用的方式。

[0033] 藉此,熔解原料所需的能量与使用大型原料棒的方式相比大幅降低,并且在制造长单晶制品时也能在培育过程中向容纳粒状原料的料斗中补给粒状原料,从而能够使长单晶的制造变得极为容易。

[0034] 另一方面,各种材料中,已知有难以将粒状原料加工为棒状或难以使棒状原料稳定熔解的物质。

[0035] 例如,为了制造已知为高温超导物质的 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ 单晶或 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ 单晶,如果向这些组成的粉末(颗粒)成形而得的原料棒照射红外线进行熔解,则原料棒发生部分熔解,原料棒和熔液的界面形状变得不稳定,因此难以制造高品质的单晶。

[0036] 另外,例如已知铋酸锂和钽酸锂是难以制作成圆棒状的原料棒、难以通过通常的使用圆棒状原料棒的红外线FZ法进行单晶制造的物质。

[0037] 本发明人在上述的如果使用大型的原料棒则熔解需要大量能量的情况下以及原料棒的制作和原料棒的熔解难以稳定进行的情况下,通过使用粒状原料直接熔解而生成的原料熔液,成功地大幅减少了原料熔解所需的能量。

[0038] 另外,原料棒的制作和原料棒的稳定熔解难以进行的情况下,通过使用粒状原料直接熔解而成的原料熔液,能够以较少的能量稳定地供给原料熔液,进而能够制造大型的高品质单晶。

[0039] 现有技术文献

[0040] 专利文献

[0041] 专利文献1:日本专利第5279727号公报

发明内容

[0042] 发明所要解决的技术问题

[0043] 红外线FZ法是将原料成形为棒状并照射红外线以熔解和固化的方法,能够适用于从良导体到绝缘体材料的大量材料,并且原料向熔液的供给以及从熔液的固化连续进行,因此是制造均质组成的单晶所需的“移动溶剂法”可自然适用的方法,能够制造均质组成的单晶。

[0044] 进一步,由于不使用坩埚,因此是能够制造不受坩埚污染的高纯度的单晶制品的方法。

[0045] 但是,使用成形加工为棒状的原料棒的方式难以应用于不易制作成原料棒的物质以及虽能制作成原料棒但难以稳定地形成熔液的物质。

[0046] 进一步,如果使用大型的原料棒制造大型的单晶制品,则该大型原料棒的熔解需要大量的能量。

[0047] 另外,如果制造长的制品,则在制造过程中需要进行使用完成的原料棒与新的原料棒的替换操作,具有装置的大型化、操作繁杂、替换操作时制品中引入缺陷的风险增加等多种不便情况。

[0048] 上述多种不便情况均会在将原料成形加工为棒状进行使用的方式中发生。于是期待开发不使用原料棒而是直接以粒状状态使用原料的方式。

[0049] 解决技术问题所采用的技术方案

[0050] 上述技术问题均是在将原料成形加工为棒状进行使用的方式中产生的技术问题。于是,研究了不将粒状原料加工为棒状而是直接使用的方式,结果发现为了在红外线FZ法中使用粒状原料,需要解决下述技术问题。

[0051] (1) 保留并以规定的一定量稳定地供给粒状原料。

[0052] (2) 连续熔解粒状原料的同时,区分熔解的原料和未熔解的原料,仅供给不含未熔解的原料的完全的原料熔液。

[0053] (3) 仅将种晶单晶的上表面熔解以在上表面稳定地形成熔液,向此处滴加原料熔液以持续制造单晶。

[0054] 作为在料斗中保留粒状原料并以一定量进行供给的装置,具有多种方式,多为市售装置。但是,例如在使用粒状硅制造硅单晶时,为了避免污染而对能够使用的部件的素材存在限制,并且尚未发现能够长时间稳定使用的现有装置。

[0055] 于是,本发明人通过在保存粒状原料的料斗内配置由能够抑制污染的素材被覆的螺旋棒并旋转,发明了可避免料斗内形成空洞而无法稳定供给的情况且开放料斗的下部并向此插入同样的由能够防止污染的素材制作的勺状夹具并刮出粒状原料、将其供给至下方的粒状原料定量供给装置上并按规定的一定量向下方供给粒状原料的方式。藉此能够长时间并稳定地供给粒状原料。

[0056] 在熔解粒状原料并固化以制造单晶的方法中,重要的是将粒状原料完全熔解。例如,作为代表性的单晶制造方法的提拉法中,将坩埚中的粒状原料熔解后进一步加热以维持高100℃左右的温度,完全熔解后,再次将温度降至规定的种晶单晶的插入温度,自此向熔液插入种晶单晶以开始单晶的制造。

[0057] 但是,在用提拉法制造硅单晶的情况下,使用石英作为坩埚材料。这种情况下,石英坩埚在硅的熔解温度下已经发生软化,而且硅熔液与石英材料的反应剧烈,生成了大量的一氧化硅,因此无法在此基础上进一步将温度提高100℃。

[0058] 于是,避免在熔解温度的基础上进一步提高温度,直接将种晶单晶浸入以开始制造单晶。其结果是,原料熔液中残留难以熔解的针状结晶,其混入制品中导致形成负晶。

[0059] 为了制造高品质的单晶,需要不含未熔解的粒状原料的原料熔液。

[0060] 于是,本发明人发明了将硅原料分离成完全熔解的原料熔液和未熔解的原料、仅将完全熔解的熔液向下方供给的方法。

[0061] 倾斜FZ法中,能够向种晶单晶的上表面照射红外线以在种晶单晶的上表面形成熔液。

[0062] 这是与以往的水平FZ法的最大差异点,也是倾斜FZ法的最大优点之一。倾斜角度越大则熔液相的稳定性越高,如果在30度左右则能够形成并维持足够稳定的熔液相。

[0063] 如上所述,发明了利用倾斜FZ法的优点并且不将原料成形加工为以往的棒状而直接熔解固化的单晶制造装置,以及使用该装置制造均质组成的大型单晶的单晶制造方法,藉此完成了本发明。

[0064] 即,本发明的单晶制造装置是用粒状原料熔融单元使粒状原料熔融、将所得的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶的上表面的熔液中以形成混合熔液、使固体从所述混合熔液作为单晶析出以制造大型单晶的单晶制造装置,

[0065] 所述单晶制造装置至少具备:

[0066] 将一定量的粒状原料向下方供给的粒状原料供给单元,

[0067] 将加热并熔解由所述粒状原料供给单元供给的粒状原料而得的原料熔液向下方供给的粒状原料熔解单元,

[0068] 使单晶从接收用第1红外线照射装置对所述种晶单晶的上表面照射红外线而形成的熔液以及由所述粒状原料熔解单元供给的原料熔液而形成的混合熔液析出的结晶化单元。

[0069] 如果照此构成,则最适当组成的粒状原料被连续地供给至粒状原料熔解单元(以下也简记为熔解单元),加热熔解而生成的原料熔液被连续地供给至单晶上表面的熔液中。另外,连续供给至单晶上表面的熔液中的原料熔液优选介由连接熔解单元和种晶单晶的上表面的熔液的后述的棒状或管状的原料熔液引导单元进行供给。

[0070] 向形成于种晶单晶的上表面的熔液中供给原料熔液而形成的混合熔液通过表面张力被稳定地保持在种晶单晶的上表面,如果从上方向此处供给原料熔液,则相同量且相同组成的固体作为单晶析出,因此所得的单晶制品中的添加物浓度与原料熔液的组成相同,能够制造在垂直方向和水平方向上均为最适当浓度的均质化的单晶。

[0071] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料供给单元具有:

[0072] 容纳所述粒状原料的料斗,

[0073] 调整至规定的供给速度以将一定量的所述料斗内的粒状原料向下方供给的粒状原料定量供给装置。

[0074] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料供给单元具有将所述料斗内的粒状原料刮出并向下方供给的粒状原料刮出装置。

[0075] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料供给单元具有将由所述粒状原料定量供给装置供给的粒状原料供给至下方的粒状原料熔解单元的规定位置的供给管。

[0076] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述供给管的材质为石英。

[0077] 另外,本发明的单晶制造装置的所述料斗的下部设置有开口部,

[0078] 所述料斗的内部配置有能够旋转的螺旋棒。

[0079] 从容纳粒状原料的料斗刮出粒状原料时,料斗内的粒状原料中形成空洞,有时会发生无法从料斗取出粒状原料的现象。

[0080] 为了防止该现象的发生,稳定且连续地刮出粒状原料,可在料斗内设置螺旋棒并使其旋转,藉此防止空洞的形成。

[0081] 进一步,为了稳定地从料斗内刮出粒状原料,例如将在棒的前端部设置勺状的容器而成的粒状原料刮出装置插入设置在料斗下部的开口部,如果抽出则进行半旋转以使粒状原料刮出装置上的粒状原料落下,藉此能够连续且稳定地从料斗取出粒状原料。

[0082] 测定由粒状原料刮出装置供给的粒状原料的重量,通过粒状原料定量供给装置准确地调整至规定的供给速度,介由供给管供给至下方的粒状原料熔解单元的规定位置。供给管的材质没有特别限定,在制造硅单晶的情况下较好是石英。如果是石英则能够降低被金属杂质污染的可能性。

[0083] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述料斗具有用于拆装容纳所述粒状原料的收纳容器的拆装结构。

[0084] 另外,本发明的单晶制造装置的所述拆装结构具有任意调整所述拆装结构内和收纳容器内的气氛的气氛调整功能。

[0085] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解单元和结晶化单元配置在单晶制造室内。

[0086] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料供给单元配置在单晶制造室内。

[0087] 进一步,本发明的单晶制造装置具有连通所述料斗内部和所述单晶制造室、或将所述料斗内部和所述单晶制造室调整为相同气氛的气氛调整装置。

[0088] 照此将料斗与容纳粒状原料的收纳容器连通、任意控制气氛以使收纳容器内的气氛与料斗内部相同后,将内容物转移至料斗并拆装,藉此即便在单晶制造过程中也能任意地追加和补给粒状原料,因此能够使料斗的尺寸小型化。

[0089] 另外,如果配置结晶化单元的单晶制造室和料斗连通,则料斗内的气氛和配置有结晶化单元的气氛(即,单晶制造室的气氛)始终相同,能够稳定地进行粒状原料的供给。

[0090] 另外,具有料斗的粒状原料供给单元也可与粒状原料熔解单元和结晶化单元同样地配置在单晶制造室内。

[0091] 另外,本发明的制造装置的所述单晶制造室为水冷结构。

[0092] 照此如果单晶制造室为水冷结构,则能够抑制密封部随着单晶制造室的温度升高的劣化等,可高效地进行高精度的气氛控制,能够以良好的产率制造单晶。

[0093] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述料斗由分别容纳组成不同的粒状原料的多个料斗构成。

[0094] 在从单晶制造的最初阶段开始精密地制造具有最适当组成的单晶制品的情况下,分别设置粒状结晶母材用的料斗和粒状添加物用的料斗,能够分别连通粒状原料刮出装置、粒状原料定量供给装置和供给管来使用。

[0095] 然后,与应当在种晶单晶的上表面形成的熔液相的最初的量匹配,能够分别控制无添加的粒状结晶母材与粒状添加物的供给量并供给。进一步,与随着制造的进行而增加

的熔液相的量匹配并将组成维持在与熔液相相当的水平,藉此能够制造均质且为最适当组成的单晶。

[0096] 这种情况下,具有在种晶单晶上生长的单晶制品的组成容易从最初就均质化为最适当组成的优点。

[0097] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解单元具有:

[0098] 接收所述粒状原料的粒状原料熔解容器,

[0099] 加热所述粒状原料熔解容器以熔解所述粒状原料熔解容器内的粒状原料的容器加热装置。

[0100] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器具有:

[0101] 加热所述粒状原料以熔解的熔解部,

[0102] 仅保持在所述熔解部生成的熔液的熔液保持部。

[0103] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器由

[0104] 舟状容器、和

[0105] 将所述舟状容器划分为所述熔解部和熔液保持部的在下方设置有槽的隔离板构成。

[0106] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器的下端配置有将由所述粒状原料熔解容器排出的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上表面的熔液上的原料熔液引导单元。

[0107] 作为粒状原料熔解容器(以下也简记为熔解容器)的实施方式,可例举如下结构:通过在下方设置有槽的隔离板将细长的舟状容器划分为“熔解部”和“熔液保持部”,分别将各个划分区域控制在最适当温度,粒状原料如果熔解则将未熔解的剩余粒状原料分离,能够仅将原料熔液供给至下方的种晶单晶的上表面。

[0108] 该结构中,粒状原料在隔离板的外侧被熔解,原料熔液从设置在隔离板的下部的槽向内侧移动,仅有原料熔液从原料熔液的排出口排出,供给至下方的种晶单晶的上表面。

[0109] 从而,在粒状原料的比重小于粒状原料熔解而得的原料熔液的比重的情况下,粒状原料浮至原料熔液的液面,在粒状原料的比重大于原料熔液的比重的情况下,粒状原料下沉至原料熔液的下方,藉此能够使粒状原料停留在熔液保持部中。

[0110] 如果照此将舟状容器和隔离板组合构成熔解容器,则能够防止未熔解的粒状原料被直接供给至种晶单晶的上表面,能够仅将原料熔液供给至种晶单晶的上表面,进而能够制造高品质的单晶。

[0111] 即,将粒状原料熔解并固化成单晶时,原料熔液中如果混入未熔解的粒状原料并附着至单晶与原料熔液的生长界面而混入制品中,则在粒状原料的粒径小的情况下导致形成负晶,在粒状原料的粒径大的情况下是导致形成新的微晶的主要原因,可能导致多晶化。

[0112] 因此,熔解容器必需具有使未熔解的粒状原料停留在内部、仅将完全熔解的原料熔液滴加至下方的种晶单晶的上表面的功能。

[0113] 通过该结构,未熔解的粒状原料不会从熔解容器的排出口流出至外部,从而使未熔解的粒状原料停留在熔解容器的内部。

[0114] 另外,从熔解容器排出的原料熔液可直接滴加至形成于下方的单晶上表面的熔液中,但是通过将棒状或管状的原料熔液引导构件配置于熔解容器的下端来进行供给,能够

防止液滴滴下时发生的液面的波动而维持稳定的液面,从而具有能够持续进行稳定的单晶制造的优点。

[0115] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器由

[0116] 熔解皿、和

[0117] 设置在所述熔解皿内的剖面为八字形且在下部具有槽的隔离皿构成,

[0118] 在所述熔解皿和隔离皿之间划分为所述熔解部和熔液保持部。

[0119] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器的下端配置有将由所述粒状原料熔解容器排出的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上表面的熔液上的原料熔液引导单元。

[0120] 作为熔解容器的其他实施方式,可例举在熔解皿内配置剖面为八字形且下部具有槽的隔离皿的双重结构(伞状结构)的方式。该熔解皿和隔离皿之间形成“熔解部”和“熔液保持部”。

[0121] 这种情况下,通过在熔解容器的下端配置连接熔解容器和配置于下方的单晶上表面上形成的熔液的棒状或管状的原料熔液引导单元、使原料熔液不直接滴下而是通过原料熔液引导单元进行供给,能够稳定地维持单晶上表面的熔液,进而能够持续进行稳定的单晶制造。

[0122] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器由

[0123] 筒状部、和

[0124] 设置于所述筒状部的内部且在下端具有开口的漏斗状部构成,

[0125] 所述筒状部的内侧作为所述熔解部、所述筒状部的外侧与漏斗状部之间作为所述熔液保持部。

[0126] 这种简易型的熔解容器特别是在诸如硅这样的固体的比重小于液体的比重的材料的情况下,未熔解的粒状原料浮至熔液的上方,因此粒状原料几乎不会到达熔解容器外。即使粒状原料到达外部,也浮在熔液的上方。从而,通过从上方照射的红外线被加热和熔解,附着至生长中的结晶界面而混入制品中的可能性小,即使是这种简易型也能以良好的产率制造单晶。

[0127] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述容器加热装置为第2红外线照射装置。

[0128] 作为加热熔解容器的容器加热装置,能够使用第2红外线照射装置。加热熔解容器时,可从熔解容器上方照射红外线,也可从横向或斜下方照射红外线。另外也可组合使用。

[0129] 另外,本发明的单晶制造装置的所述容器加热装置为高频感应加热装置。

[0130] 作为加热熔解容器的容器加热装置,能够使用高频感应加热装置。进一步,例如也可将熔解容器收容在碳制容器内,通过高频感应加热装置将该碳制容器维持在高温以进行粒状原料的熔解。

[0131] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述容器加热装置为电阻加热装置。

[0132] 作为加热熔解容器的容器加热装置,能够使用电阻加热装置。制造硅单晶时较好是使用碳电阻加热装置。

[0133] 另外,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器具有在水平方向上旋转的熔解容器旋转结构。

[0134] 如果照此具有熔解容器旋转结构,则能够特别均匀地加热供给至由熔解皿和隔离

皿构成的熔解容器内的粒状原料。

[0135] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述粒状原料熔解容器的整体或一部分由铂、铱、石英、碳化硅、碳、石墨、使碳或石墨材料的表面碳化硅化而得的材料构成,或者由预先在碳或石墨材料的表面用碳化硅进行了涂覆的材料构成。

[0136] 如果是这种素材,则能够稳定地熔解粒状原料以生成原料熔液。特别是在制造硅单晶的情况下,能够很好地使用采用了碳材料的表面被碳化硅化的素材的熔解容器。

[0137] 另外,本发明的单晶制造装置的具有多个所述粒状原料供给单元。

[0138] 进一步,本发明的单晶制造装置的具有多个所述粒状原料熔解单元。

[0139] 如果照此具有多个上述单元,则能够提高大型单晶的制造速度。

[0140] 另外,本发明的单晶制造装置的所述单晶制造室的底部设置有用于设置所述种晶单晶的单晶保持台。

[0141] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述单晶保持台具有在水平方向上旋转的保持台旋转结构。

[0142] 照此载置有种晶单晶的单晶保持台如果能够旋转,则容易将照射红外线而形成的熔液相的表面温度维持为均匀,具有能够减少加热导致的温度不均的效果。

[0143] 另外,本发明的单晶制造装置的所述单晶保持台具有以规定速度沿上下方向升降的升降单元。

[0144] 照此种晶单晶如果能够沿上下方向升降,则能够将形成的熔液相的表面位置始终维持在一定水平,能够将从红外线照射装置到熔液相的表面为止的距离始终保持为一定水平。

[0145] 进一步,本发明的单晶制造装置在所述种晶单晶的外侧设置有辅助加热装置。

[0146] 使种晶单晶的外侧具备辅助加热装置、将种晶单晶预先加热至低于熔点的温度,藉此能够减少红外线的照射量。

[0147] 另外,本发明的单晶制造装置设置有多个所述第1红外线照射装置。

[0148] 进一步,本发明的单晶制造装置设置有多个所述第2红外线照射装置。

[0149] 照此如果设置多个红外线照射装置,则相比单个的情况,能够稳定切实地进行粒状原料的熔融和单晶的制造。进一步,如果照此设置多个,则能够将种晶单晶的上表面的熔液相均匀地加热。

[0150] 另外,如果将熔液相的上表面均匀地加热,则能够使所形成的固液界面的形状平坦化,进而能够制造制品中的添加物浓度在垂直方向和水平方向上均为均质化的单晶。

[0151] 另外,本发明的单晶制造装置的所述第1红外线照射装置和第2红外线照射装置是激光照射装置。

[0152] 照此如果是照射激光的激光照射装置,则能够实现单晶制造装置的小型化并提高操作性。

[0153] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述第1红外线照射装置和第2红外线照射装置具备:

[0154] 将内面用作反射面的椭圆面反射镜、和

[0155] 设置于所述椭圆面反射镜的底部侧的第1焦点位置的红外线灯。

[0156] 如果是这种红外线照射装置,则能够高效地照射红外线。

[0157] 另外,本发明的单晶制造装置的所述红外线灯是卤素灯或氙灯。

[0158] 照此如果是卤素灯或氙灯,则能够以低成本获得,能够抑制制造装置的制造成本。

[0159] 进一步,本发明的单晶制造装置的所述种晶单晶及粒状原料熔解容器和所述第1红外线照射单元及第2红外线装置之间

[0160] 设置有所述红外线可透射的红外线透射窗。

[0161] 照此如果设置红外线透射窗,则即使在单晶制造室内形成原料熔液的蒸发物,蒸发物也不会达到各红外线照射装置,因此不会减少红外线的光量,能够长期稳定地使用装置。另外,在例如蒸发物附着于红外线透射窗的情况下,优选在红外线透射窗的外周缘部设置蒸发物附着防止单元。作为蒸发物附着防止单元,可例举例如向红外线透射窗喷射气氛气体的装置。

[0162] 另外,本发明的单晶制造方法是在单晶制造室内将待制造的单晶材料的最适当添加物组成的粒状原料熔解、将所得的原料熔液滴加至形成于配置在下方的种晶单晶的上表面的熔液中以形成混合熔液、使单晶从所述混合熔液作为固体析出以制造均质组成的高品质单晶制品的单晶制造方法,至少包括:

[0163] 介由设置于所述单晶制造室上部的粒状原料供给单元将必要量的所述粒状原料供给至粒状原料熔解单元的工序,

[0164] 通过粒状原料熔解单元将供给至所述粒状原料熔解单元的粒状原料熔解成原料熔液的工序,

[0165] 将所述原料熔液供给至形成于下方的所述种晶单晶上的熔液中的工序,

[0166] 对所述种晶单晶的上表面照射红外线以形成熔液、向所述熔液中滴加来自所述粒状原料熔解单元的原料熔液以形成混合熔液相、使单晶从所述混合熔液相的下侧在种晶单晶上作为固体析出的工序。

[0167] 进一步,本发明的单晶制造方法的所述粒状原料由粒状结晶母材和粒状添加物材料构成。

[0168] 另外,本发明的单晶制造方法中,

[0169] 在制造添加有添加物的单晶时,

[0170] 控制照射至所述种晶单晶的上表面的红外线的强度和分布以使所述种晶单晶上形成的混合熔液的厚度始终为规定的厚度且为均质。

[0171] 这里以按最适当组成添加了磷的N型硅单晶的制造工序为例进行说明。

[0172] 将粒状原料供给至粒状原料熔解单元的工序中,将无添加的硅的粒状原料与以平均组成为最适当添加物浓度的10倍的高浓度添加了磷的粒状原料混合以制备最适当组成的粒状原料,将其容纳于料斗内。

[0173] 驱动粒状原料刮出装置和粒状原料定量供给装置,介由供给管从料斗内将规定量的粒状原料供给至下方的粒状原料熔解单元的粒状原料熔解容器内。

[0174] 用粒状原料熔解单元将粒状原料熔解成原料熔液的工序中,用容器加热装置加热熔解容器,从上方向其中投入粒状原料并熔解。

[0175] 然后,在将原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上的熔液中的工序中,仅将完全熔解的原料熔液供给至形成于下方的种晶单晶上表面的熔液中。另外,向形成于种晶单晶上表面的熔液中供给原料熔液时,优选介由从粒状原料熔解容器的下端延伸至种晶单晶

的正上方的棒状或管状的原料熔液引导单元进行供给。藉此能够抑制液滴滴下时导致的液面波动,从而能够维持稳定的液面。

[0176] 使单晶析出的工序中,在单晶保持台上配置种晶单晶,在其上配置能够形成稳定状态下具有最适当添加物浓度的固体的形成所需的组成和量的最适当熔液的粒状原料,将单晶制造室内真空排气后,导入氩气。

[0177] 将单晶制造室内维持在规定的减压下,同时使种晶单晶旋转,启动用于加热种晶单晶的上表面的第1红外线照射装置,形成最适当熔液相。

[0178] 开始从种晶单晶的上方供给原料熔液,降低单晶保持台以使与供给量一致的量的固体的析出。

[0179] 规定的粒状原料的投入结束后,停止粒状原料刮出装置、粒状原料定量供给装置、容器加热装置的运行,停止单晶保持台的下降并缓慢降低第1红外线照射装置的功率,使熔液相完全固化。

[0180] 完全停止红外线的照射,用规定的冷却时间将所得结晶的温度冷却至室温后停止所有可动部件的运行,打开单晶制造室的门以取出单晶制品。

[0181] 藉此能够得到在垂直方向和水平方向上的添加物浓度均为最适当组成的均质化且高品质的大型单晶。

[0182] 发明效果

[0183] 利用本发明的单晶制造装置和单晶制造方法,通过以规定的供给速度向种晶单晶的上表面供给均匀地含有最适当组成的添加物的粒状原料,能够制造在垂直方向和水平方向上均为最适当浓度组成的均质化的大型单晶。

附图说明

[0184] 图1是本发明的一实施方式的单晶制造装置的简图。

[0185] 图2是本发明的另一实施方式的单晶制造装置的简图。

[0186] 图3是本发明的一实施方式的舟型粒状原料熔解容器的简图。

[0187] 图4是本发明的另一实施方式的二重结构(伞状结构)的粒状原料熔解容器的简图。

[0188] 图5是本发明的另一实施方式的简易型的粒状原料熔解容器的简图。

[0189] 图6是使用本发明的单晶制造装置来制造单晶的工序图。

具体实施方式

[0190] 以下基于附图对本发明的实施方式(实施例)进行更详细的说明。

[0191] 本发明的单晶制造装置和单晶制造方法用于使组成均质化为最适当组成并高效地制造例如直径超过100~300mm的大型单晶。

[0192] 另外,本说明书中的“种晶单晶”是指使用单晶制造装置制造大口径的单晶时,呈现结晶的最初形态的结晶。从该种晶单晶培育的整体维持相同取向的结晶称作“单晶”。与之相对,各自为单晶但分别具有不同取向的结晶聚集而得的结晶称作“多晶”。

[0193] 在多晶情况下,各个单晶彼此之间的边界部结晶的取向不同,因此会产生与发电效率的劣化等相关的缺点。因此,作为高性能的硅基板,期望是整体取向相同且不含这种粒

界(晶粒边界)的单晶。

[0194] 进一步,本说明书中,“粒状原料”是指作为待制造的单晶的来源的原料经粉末(颗粒)化而得的原料。另外,“粒状原料”包含粒状结晶母材和粒状添加物。

[0195] 另外,在制造含有添加物的单晶的情况下,结晶中的添加物浓度与析出该浓度的结晶(固体)的熔液的组成不一致。该熔液中的浓度与从该熔液析出的固体中的添加物浓度之比称作“分配系数”。从而,这种情况下的熔液在结晶成长学上称作“溶剂”。

[0196] 理论上从由原料组成和分配系数规定的溶剂析出与原料组成一致的固体,但实际上形成于单晶上的熔液和滴下的原料熔液的混合熔液的组成中,滴下的部位的组成与远离此处的部位的组成严格来讲是不同的。因此,在本说明书中未使用溶剂这一名称,而是称作“混合熔液”。

[0197] 进一步,图中表示粒状原料的颗粒的大小和形状没有特别限定。

[0198] <单晶制造装置10>

[0199] 如图1所示,本实施例的单晶制造装置10是设想为制造最适当添加物组成的硅单晶时的装置。

[0200] 单晶制造装置10在能够将内部真空排气并保持氩气等惰性气体气氛的单晶制造室11的底部设置有单晶保持台18、保持台旋转结构20和升降单元22,在单晶保持台18上配置有剖面形状大致为圆形的种晶单晶12。

[0201] 进一步在单晶保持台18的外侧设置有加热配置在单晶保持台18上的种晶单晶12的辅助加热装置86,辅助加热装置86的外侧配置有绝热材料87。单晶制造室11为水冷结构,能够高效地调整内部的气氛。

[0202] 另一方面,在单晶制造室11内的上方配置有用于容纳粒状原料52的料斗33。料斗33在下方具有开口部,在内部设置有带旋转结构的由聚丙烯被覆的螺旋棒(未图示),在使用中常时旋转。通过该螺旋棒的旋转,能够抑制料斗33内的粒状原料52中形成空洞而无法稳定供给的所谓的空洞化现象的发生。

[0203] 另外,料斗33的下部的开口部与单晶制造室11直接相连,料斗33内部与单晶制造室11内部始终为相同气氛。

[0204] 进一步在料斗33的开口部的侧方设置有粒状原料刮出装置(以下也简称为刮出装置)48。刮出装置48在棒的前端部安装有由聚丙烯被覆的勺状的容器,向料斗33的开口部插入该棒,以粒状原料52载置于容器上的状态抽出并使棒半旋转,藉此能够将容器内的粒状原料52供给至位于料斗33的下部的粒状原料定量供给装置(以下也简称为定量供给装置)50上。

[0205] 定量供给装置50在测定粒状原料52的重量的同时调整规定的供给量,以规定的供给量向下方的具有供给位置调整功能的供给管51供给。图中,符号60是位置调整结构。

[0206] 另外,料斗33在本实施方式中容纳无添加粒状硅、以高浓度添加了添加物的粒状原料以最适当组成混合而得的粒状混合物,藉此能够切实地将粒状原料52的组成比例维持在一定水平。

[0207] 此外,本实施方式中单独使用了料斗33,但是不限于此,例如也可分别设置容纳无添加粒状硅的料斗和容纳以高浓度添加了添加物的粒状原料的料斗。

[0208] 在该料斗33的上端设置有公知的拆装结构46,使得容纳粒状原料52的收纳容器47

以可拆装的方式安装。另外,拆装结构46具备任意调整拆装结构46内部和收纳容器47内部的气氛的气氛调整功能。图1是从料斗33拆下了收纳容器47的状态。

[0209] 如果对该料斗33使用能够拆装的收纳容器47,则在启动单晶制造装置10以制造单晶的过程中,也能随时根据需要向料斗33内补给粒状原料52。因此,无需使用大型料斗33,能够实现单晶制造装置10的小型化。

[0210] 由刮出装置48供给的粒状原料52使用具有测定重量的同时能够调整供给量的功能的定量供给装置50,介由供给管51将规定分量的粒状原料52供给至粒状原料熔解单元的粒状原料熔解容器(以下也称作熔解容器)56的规定位置。

[0211] 供给管51上附加有调整供给管51的下端的出射口位置的位置调整结构60。

[0212] 作为熔解粒状原料52的熔解容器56,优选具有划分为熔解粒状原料52的“熔解部”和保持所形成的熔液的“熔液保持部”的多重结构,具有不会将未熔解的粒状原料52与原料熔液67一起向下方供给的功能。

[0213] 作为熔解容器56的形状,例如能够利用如图1和图3所示的舟型熔解容器56以及如图2和图4所示的二重结构(伞状结构)的熔解容器56。进一步,在制造硅单晶的情况下,也能够使用如图5所示的简易型的熔解容器56。

[0214] 首先,舟型的熔解容器56如图3所示,接收从供给管51供给的粒状原料52的舟状容器61安装在高频感应加热装置55的内部,舟状容器61内部设置了在下方具有槽66的隔离板63,通过隔离板63将舟状容器61划分为“熔解部”和“熔液保持部”。

[0215] 另外,介由供给管51被供给至舟状容器61内的粒状原料52直接供给至舟状容器61内即可,使用粒状原料用漏斗53供给至舟状容器61内时容易供给至规定的位置,因此优选。

[0216] 通过高频感应加热装置55的感应加热,舟状容器61的温度升高,粒状原料52被加热并熔解,仅有所得的原料熔液67通过隔离板63下方的槽66移动至相邻侧(在图3中为右侧)并停留。

[0217] 此时,在粒状原料52的比重小于原料熔液67的情况下,粒状原料52在原料熔液67中漂浮,因此可避免通过下方的槽66。反之在粒状原料52的比重大于原料熔液67的比重的情况下,粒状原料52停留在原料熔液67的下部。

[0218] 从而,停留在舟状容器61内的原料熔液67如果达到设置于舟状容器61的排出口68的高度,则从排出口68向外部流出,供给至下方的种晶单晶上。另外,从排出口68流出的原料熔液67如图3所示,优选介由从舟状容器61的下端延伸至种晶单晶12的正上方的管状或棒状(未图示)的原料熔液引导单元54向下方的种晶单晶12上供给。藉此能够抑制液滴滴下时导致的液面波动,从而能够维持稳定的液面。

[0219] 此时,这种舟型的熔解容器56能够抑制未熔解的粒状原料52与原料熔液67一起供给至下部。

[0220] 另一方面,双重结构(伞状结构)的熔解容器56如图4所示由熔解皿62和在其上以八字形剖面重叠的隔离皿64构成,熔解皿62和隔离皿64之间划分为熔解粒状原料52的熔解部和保持所形成的原料熔液67的熔液保持部。

[0221] 另外,作为加热供给至熔解皿62内的粒状原料52的容器加热装置,如图2所示使用第2红外线照射装置72和82,从第2红外线照射装置72和82向熔解容器56照射红外线74和85。

[0222] 第2红外线照射装置72、82优选如图2所示配置在熔解容器56的上方和侧方,也可配置在上方和侧方中的任一方。作为这种第2红外线照射装置72、82,优选使用激光照射装置,除了激光照射装置以外,也可使用电阻加热装置(特别是在制造硅单晶时,使用碳电阻加热装置),也可以是其他的例如从红外线灯发出的红外线在椭圆面反射镜的内侧面反射的构成的照射单元。这种情况下,作为红外线灯,能够使用卤素灯、氙灯等。

[0223] 二重结构(伞状结构)的熔解容器56的情况下,仅有利用来自第2红外线照射装置72、82的红外线的照射来加热并熔解粒状原料52而得的原料熔液67通过设置于隔离皿64下端的槽66,移动至中心部并停留在隔离皿64内。

[0224] 此时,在粒状原料52的比重小于原料熔液67的情况下,粒状原料52在原料熔液67中漂浮,因此可避免通过下方的槽66。

[0225] 反之在粒状原料52的比重大于原料熔液67的比重的情况下,粒状原料52停留在原料熔液67的下部。

[0226] 从而,停留在隔离皿64内的原料熔液67如果滞留在中心部并到达设置于中心部的导管59的排出口68的高度,则从该排出口68向导管59的内部流出,供给至下方的种晶单晶的上表面。藉此,能够防止未熔解的粒状原料52与原料熔液67一起滴加至下部。

[0227] 另外,中心部的导管59延伸设置于种晶单晶12的正上方并起到原料熔液引导单元54的作用,藉此能够防止液滴滴下时发生的液面波动,进而能够维持稳定的液面。

[0228] 进一步,简易型的熔解容器56如图5所示,通过上端部容纳粒状原料52,下端部由插入种晶单晶12的上表面的最适当熔液91中的筒状部57、设置于该筒状部57的内部并在下端具有开口的漏斗状部58构成。

[0229] 这种简易型的熔解容器56特别是在诸如硅这样的粒状原料52的比重小于原料熔液67的比重的材料的情况下,未熔解的粒状原料52浮至筒状部57内的熔液的上方,因此粒状原料52几乎不会到达熔解容器56外。

[0230] 即使在例如粒状原料52到达外部的情况下,也会浮至熔液的上方,因此被从上方照射的红外线加热并熔解,附着于生长中的结晶界面并混入制品中的可能性极小。

[0231] 另外,作为加热熔解容器56的容器加热装置,使用与图2所示的二重结构(伞状结构)的熔解容器56的情况相同的第2红外线照射装置72、82即可。

[0232] 作为这种舟型熔解容器56、二重结构(伞状结构)的熔解容器56、简易型的熔解容器56的素材,可根据材料选择并使用铂、铌、石英、碳化硅、碳、石墨、使碳或石墨材料的表面碳化硅化而得的素材、或者由预先在碳或石墨材料的表面用碳化硅进行了涂覆的素材等。

[0233] 另外,二重结构(伞状结构)的熔解容器56具有通过熔解容器旋转结构70在水平方向上旋转的功能。如果二重结构(伞状结构)的熔解容器56照此旋转,则由供给管51供给的粒状原料52被均匀地供给至熔解容器56中,因此能够切实地熔解粒状原料52。

[0234] 另一方面,在单晶制造室11内的下部配置有种晶单晶保持台(以下也简称为保持台)18。

[0235] 于是在保持台18的外侧配置辅助加热装置86,辅助加热装置86的周围由绝热材料87构成。

[0236] 在保持台18上配置种晶单晶12,通过保持台旋转结构20以规定的速度旋转保持台18,藉此能够减少照射至种晶单晶12上表面的红外线(激光)的照射不均,进而能够使形成

的熔液相的温度均质化。

[0237] 进一步,保持台18上配置有升降单元22。藉此能够将形成于种晶单晶12的上表面的熔液相的高度方向的位置始终控制为最适当位置。

[0238] 另外,种晶单晶12与加热该种晶单晶的第1红外线照射装置26之间以及熔解容器56与第2红外线照射装置72、82之间分别设置有红外线透射窗27、73、84。另外,红外线透射窗27、73、84的材质只要是红外线能够透射的材质则无特别限定,优选例如为石英制。

[0239] 本发明的一实施方式的单晶制造装置10的构成如上所述,特别地使用舟型熔解容器56、二重结构(伞状结构)的熔解容器56和简易型的熔解容器56,使粒状原料52形成原料熔液67,仅将原料熔液67供给至种晶单晶12的上表面,因此能够制造没有负晶和结晶粒界的高品质的大型单晶,该单晶在垂直方向和水平方向上的组成均为最适当添加物浓度的均质。

[0240] 进一步,本单晶制造装置10未使用坩埚,因此没有来自坩埚的污染,例如不会产生在硅的情况下的最大缺陷之一的出溶片晶,能够制造高品质的单晶。

[0241] <单晶制造方法>

[0242] 接着,对使用单晶制造装置10的单晶制造方法进行说明。

[0243] 首先,如图6(a)所示,在单晶制造室11内的保持台18上配置种晶单晶12。

[0244] 接着,预测形成于种晶单晶12的上表面的最适当熔液相的组成和量以制作最适当熔液用粒状原料颗粒90并进行配置。将单晶制造室11密闭,通过未图示的排气部将单晶制造室11的内部的气氛抽真空排气,向单晶制造室11内导入氩气等惰性气体。

[0245] 进一步,如图6(b)所示从第1红外线照射装置26向种晶单晶12的上表面照射红外线28,形成由最适当熔液91构成的最适当熔液相。

[0246] 接着,如图6(c)所示,启动位于种晶单晶12上方的刮出装置48、定量供给装置50、容器加热装置,将料斗33内的最适当组成的粒状原料52刮出,以规定的供给速度从供给管51投入熔解容器56中,将生成的原料熔液67供给至种晶单晶12的上表面的最适当熔液91中。

[0247] 向种晶单晶12的上表面的最适当熔液91中供给原料熔液67而得的混合熔液的厚度如果变厚,则红外线28难以到达其下方,因此位于最适当熔液91的下方的固液界面附近的温度降低,结果如图6(d)所示,固相开始在种晶单晶12上析出。

[0248] 持续进行将最适当添加物组成的粒状原料52投入熔解容器56的操作。如图6(e)所示,种晶单晶12的最适当熔液相的下部持续析出固相,单晶92持续生长。

[0249] 规定的粒状原料52的供给结束后,逐渐降低第1红外线照射装置26的功率。

[0250] 然后如图6(f)所示,整体形成完整的单晶92。

[0251] 单晶92完成后,逐渐降低温度,冷却至室温后打开单晶制造室11,取出保持台18上的单晶92作为制品。

[0252] 另外,本实施方式中,对红外线28的照射量分布进行仔细调整,以尽可能地在整个制造工序中维持单晶92的表面形状平坦。

[0253] 本发明的单晶制造装置10和单晶制造方法中,使用了粒状结晶母材(粒状硅)和粒状添加物材料以最适当组成混合而得的粒状原料52。将该混合后的最适当组成的粒状原料52容纳在料斗33中,使用粒状原料刮出装置48、定量供给装置50从此处由供给管51向熔解

容器56内倒入粒状原料52,仅将形成的原料熔液67供给至下方的种晶单晶12的上表面,藉此连续进行粒状原料52的供给、熔解,直至固化为单晶92。

[0254] 即,在稳定状态下,向熔解容器56内连续供给粒状原料52并加热熔解以得到原料熔液67,将其供给至种晶单晶12的上表面内以析出单晶92,从而所得的单晶92的组成与最适当组成的粒状原料52的组成相同。

[0255] 因此,生成的单晶中的组成能够以最适当组成达到均质化。

[0256] 藉此,能够制造例如具有用于太阳光发电时能够实现高转换效率的添加物浓度的均质组成的高品质单晶,能够以良好的产率制造最适当组成的单晶,进而能够实现制造成本的降低。

[0257] 以上,针对本发明的单晶制造装置10以及使用该单晶制造装置10的单晶制造方法进行了说明,但本发明不限于上述实施方式。

[0258] 另外,在上述实施方式中,制造N型半导体时,使用无添加的高纯度硅的粒状原料、以高浓度添加了磷的粒状原料以达到规定的最适当组成的方式混合而得的混合粒状原料。

[0259] 制造P型半导体时,同样地使用无添加的高纯度硅的粒状原料、以高浓度添加了硼的粒状原料以达到规定的最适当组成的方式混合而得的混合粒状原料。

[0260] 进一步,如果分别供给高纯度无添加粒状硅和以高浓度添加了磷、硼等的粒状原料,则具有能够适当改变制品中的添加物的浓度的优点。但是,在多数情况下,最适当浓度是已知的,因此高效率的是制备与之相应的组成比的粒状原料(粒状硅+粒状添加物材料)并一次性供给。

[0261] 另外,在上述实施方式中,未特别提及粒状原料52等的粒度,但如果粒状原料52的粒度过大,则熔解有可能需要耗费时间。反之,如果过小则容易发生在供给中飞散等不良情况。

[0262] 因此,粒状原料52的粒子的直径优选为0.1~0.5mm左右的尺寸。

[0263] 另外,上述实施方式中,将使用高纯度无添加硅的粒状原料52作为粒状结晶母材的情况作为示例进行了说明,但不限于此,可使用根据所要制造的物质来相应准备的粒状原料52。

[0264] 进一步,上述实施方式中,进行红外线照射的第1红外线照射装置26可设置多个,进一步也可设置多个刮出装置、定量供给装置、供给管、熔解容器、容器加热装置。另外,优选将刮出装置、定量供给装置、供给管、熔解容器、容器加热装置作为一组并设置多组。

[0265] 照此,本发明的单晶制造装置10在不偏离本发明的目的的范围内能够进行各种改变。

[0266] 符号说明

[0267] 10 单晶制造装置

[0268] 11 单晶制造室

[0269] 12 种晶单晶

[0270] 18 单晶保持台

[0271] 20 保持台旋转结构

[0272] 22 升降单元

[0273] 26 第1红外线照射装置

- [0274] 27 红外线透射窗
- [0275] 28 红外线
- [0276] 33 料斗
- [0277] 46 拆装结构
- [0278] 47 收纳容器
- [0279] 48 粒状原料刮出装置
- [0280] 50 粒状原料定量供给装置
- [0281] 51 供给管
- [0282] 52 粒状原料
- [0283] 53 粒状原料用漏斗
- [0284] 54 原料熔液引导单元
- [0285] 55 高频感应加热装置
- [0286] 56 熔解容器
- [0287] 57 筒状部
- [0288] 58 漏斗状部
- [0289] 59 导管
- [0290] 60 位置调整结构
- [0291] 61 舟状容器
- [0292] 62 熔解皿
- [0293] 63 隔离板
- [0294] 64 隔离皿
- [0295] 66 槽
- [0296] 67 原料熔液
- [0297] 68 排出口
- [0298] 70 熔解容器旋转结构
- [0299] 72 第2红外线照射装置
- [0300] 73 红外线透射窗
- [0301] 74 红外线
- [0302] 82 第2红外线照射装置
- [0303] 84 红外线透射窗
- [0304] 85 红外线
- [0305] 86 辅助加热装置
- [0306] 87 绝热材料
- [0307] 90 最适当熔液用粒状原料颗粒
- [0308] 91 最适当熔液
- [0309] 92 单晶。

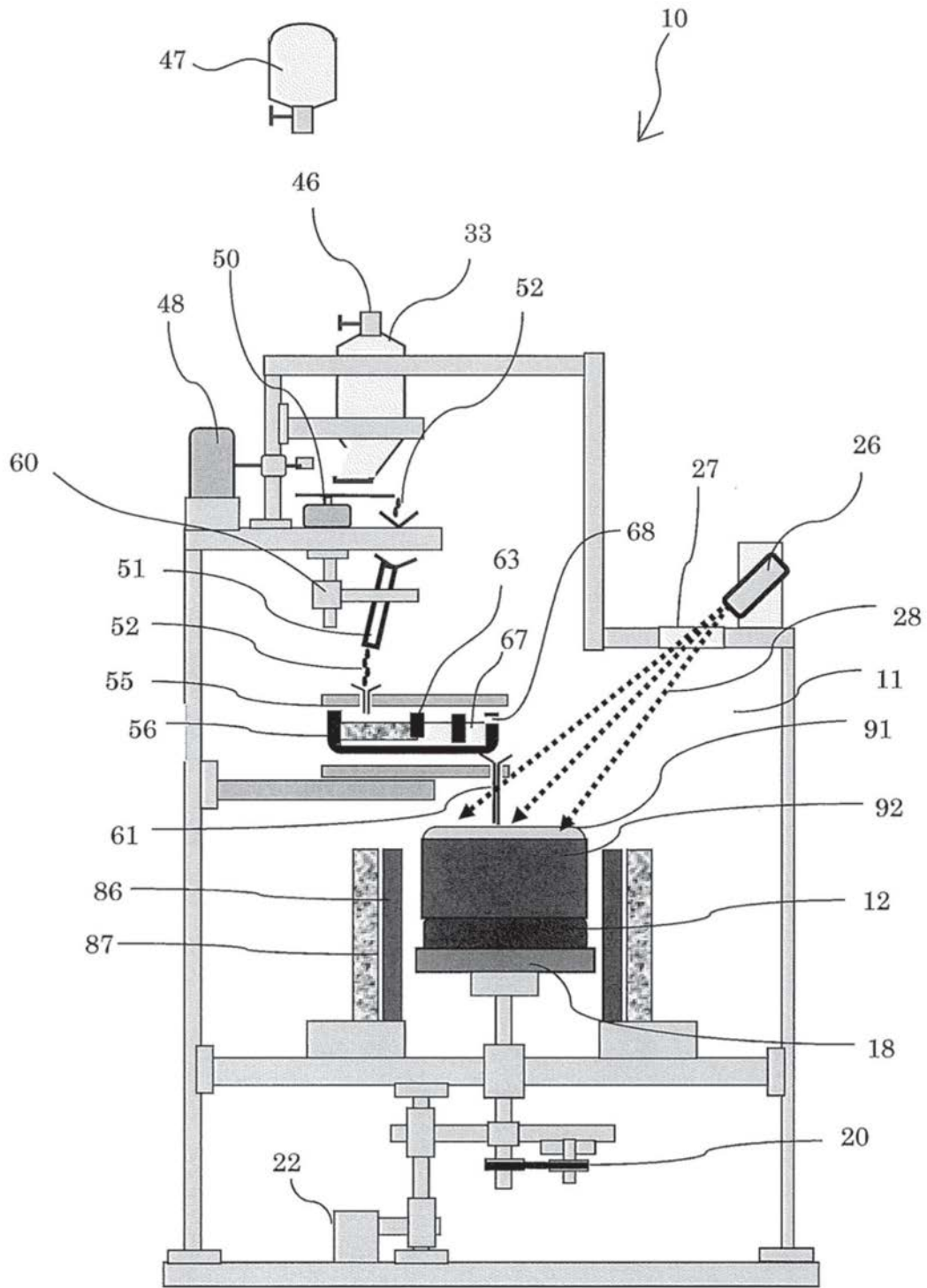


图1

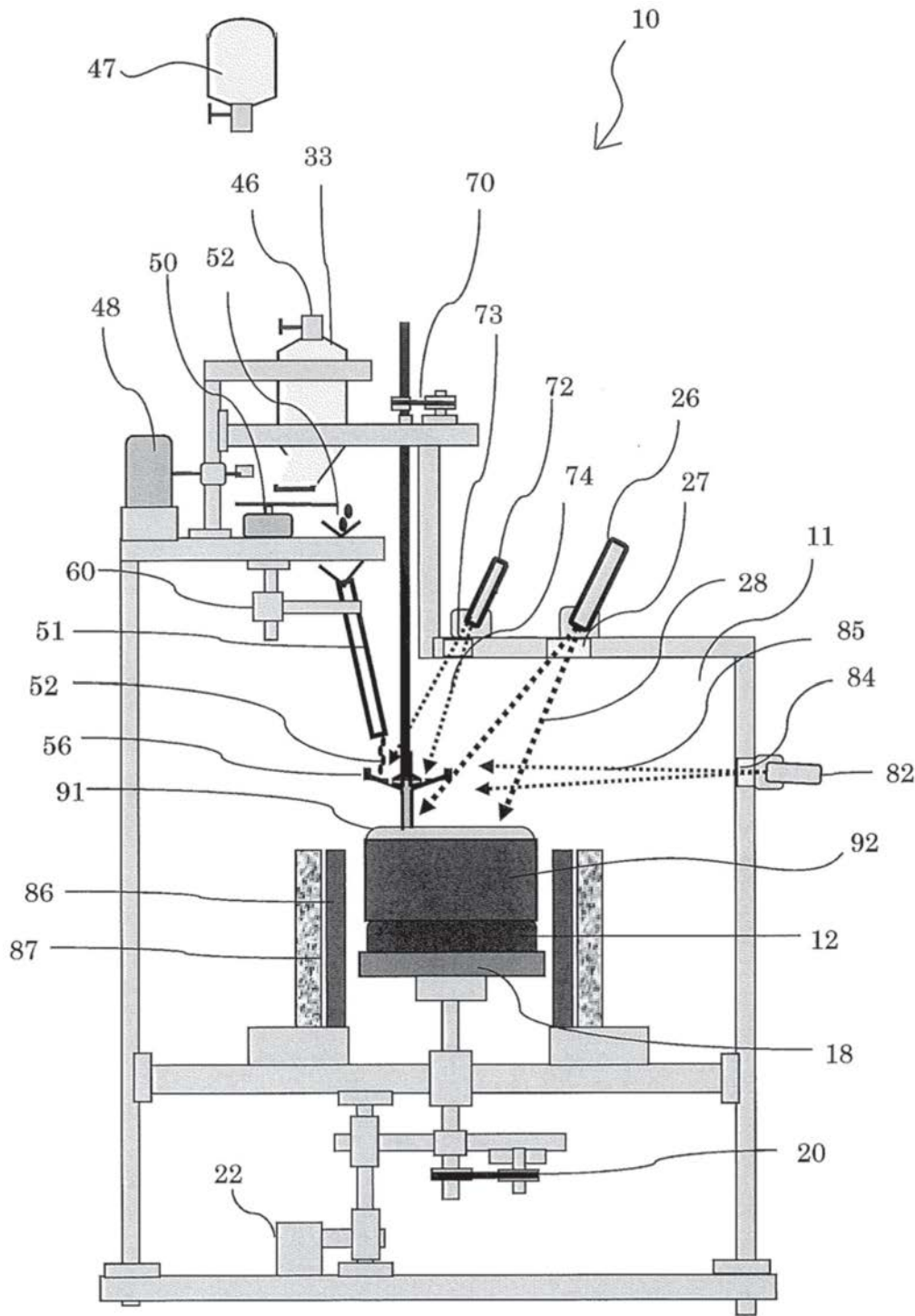


图2

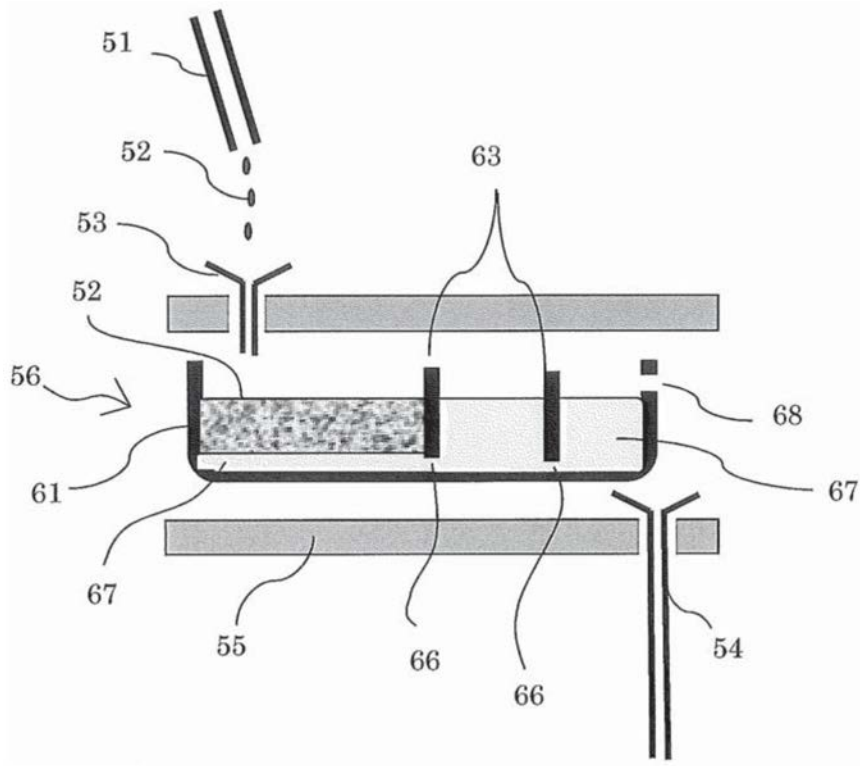


图3

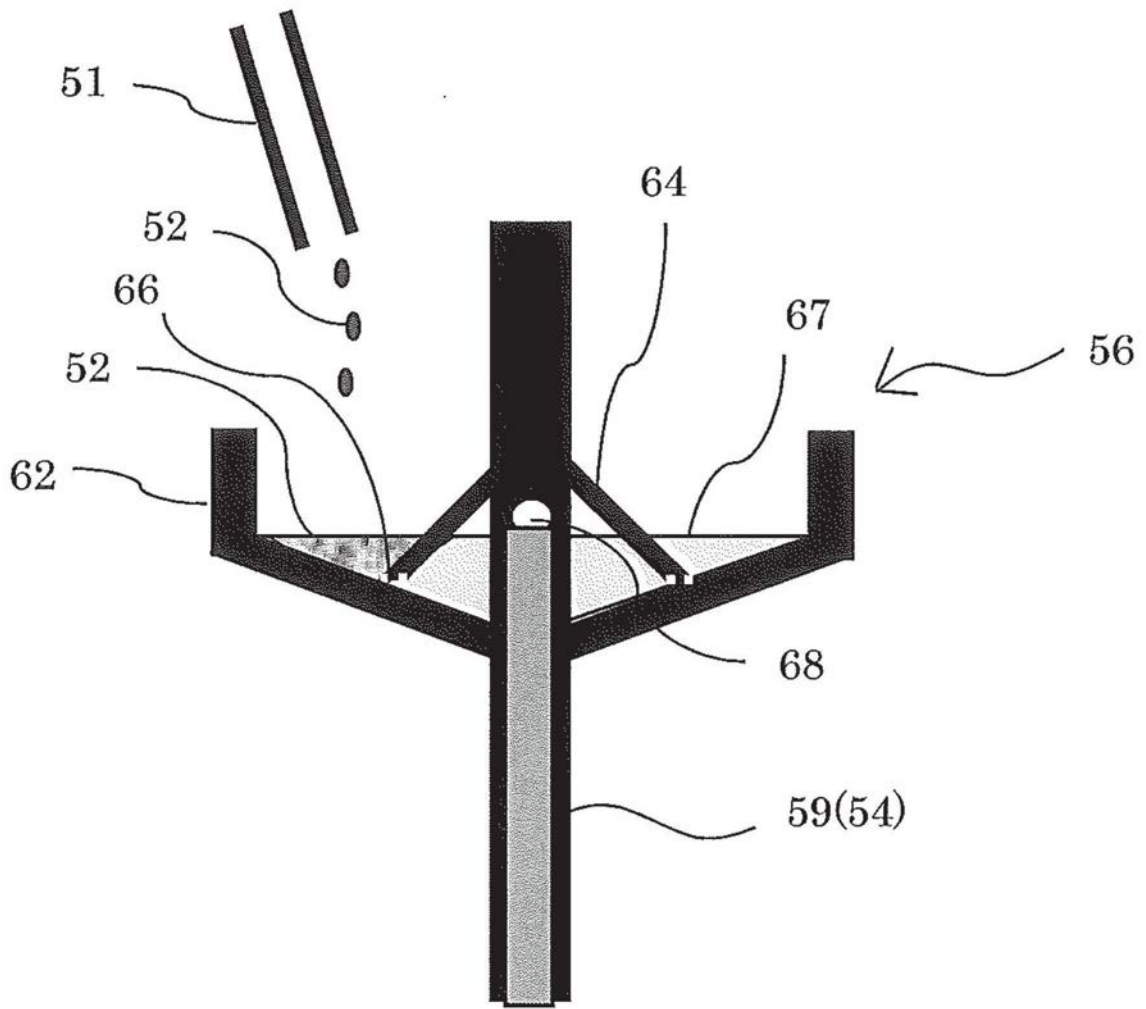


图4

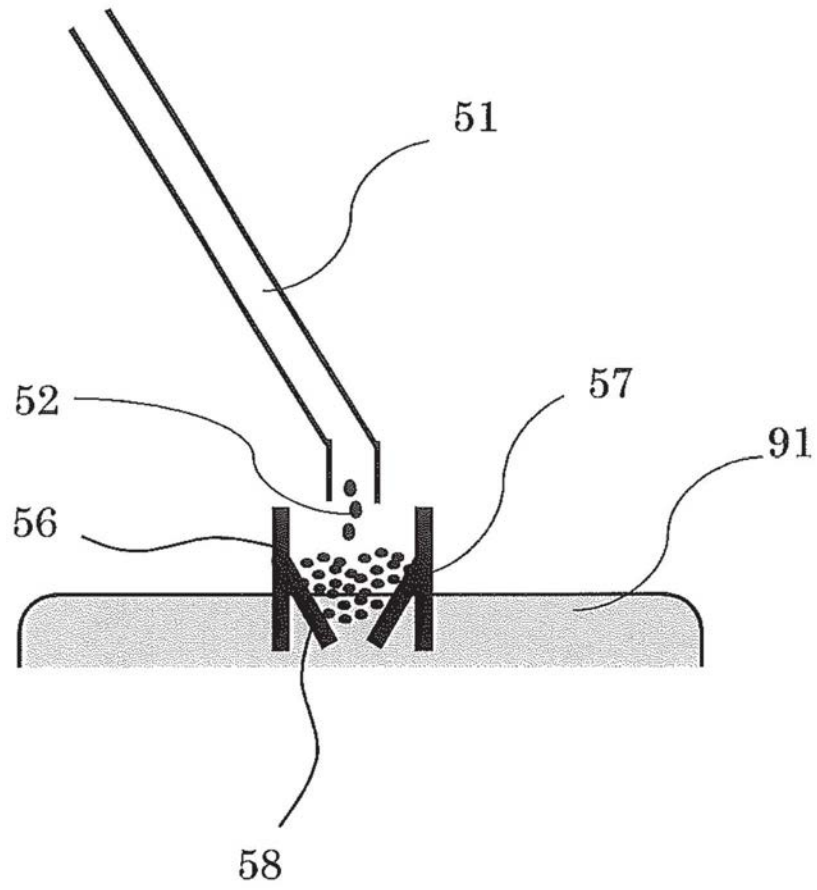


图5

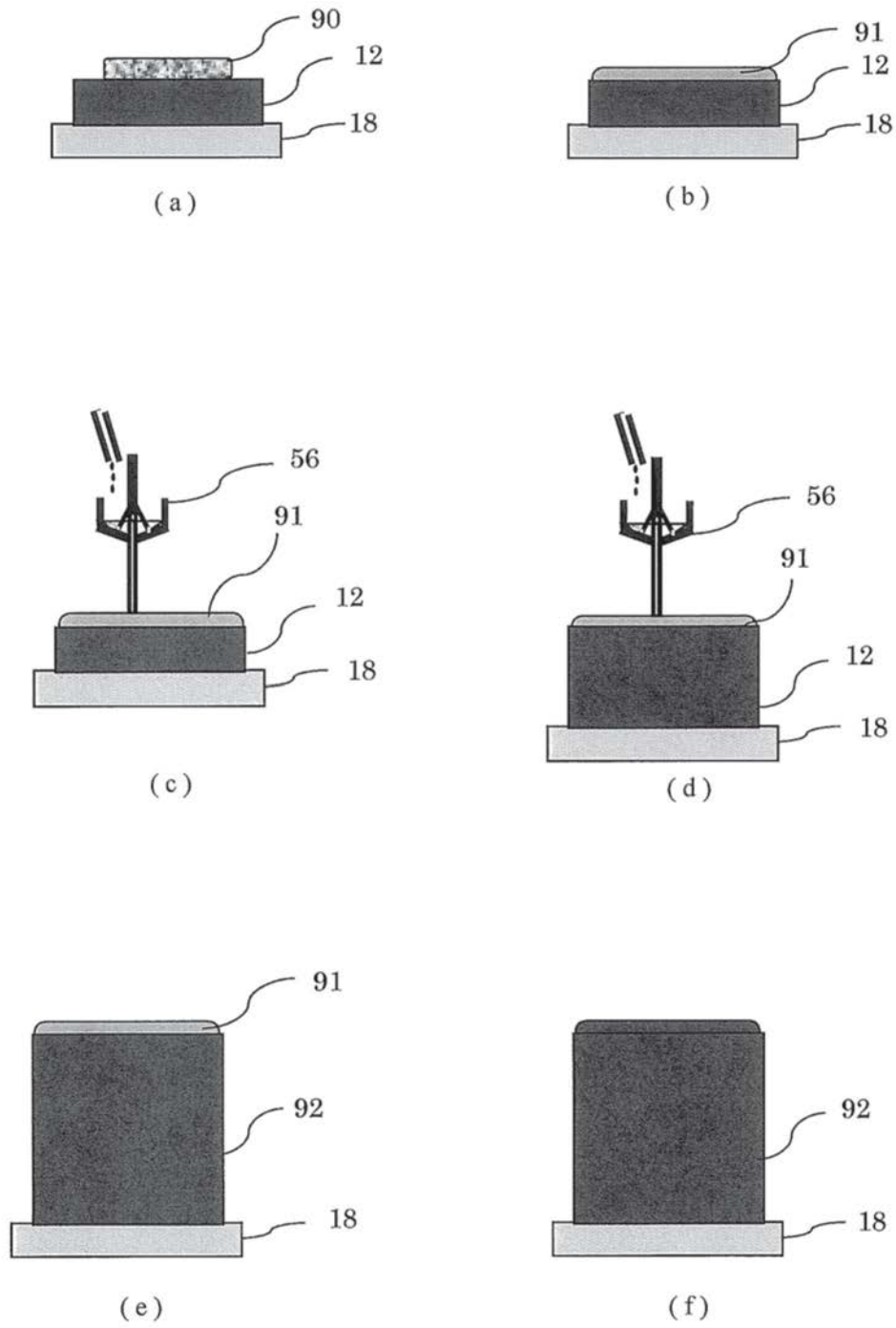


图6