

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5513402号
(P5513402)

(45) 発行日 平成26年6月4日(2014.6.4)

(24) 登録日 平成26年4月4日(2014.4.4)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/20 (2006.01) C 3 O B 29/20
C 3 O B 15/34 (2006.01) C 3 O B 15/34

請求項の数 2 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2010-535082 (P2010-535082)	(73) 特許権者	593150863
(86) (22) 出願日	平成20年11月21日(2008.11.21)		サンゴバン セラミックス アンド プラスティクス、インコーポレイティド
(65) 公表番号	特表2011-504451 (P2011-504451A)		アメリカ合衆国、マサチューセッツ、ワーセスター、ニュー ボンド ストリート 1
(43) 公表日	平成23年2月10日(2011.2.10)		
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/084277	(74) 代理人	100088616
(87) 国際公開番号	W02009/067641		弁理士 渡邊 一平
(87) 国際公開日	平成21年5月28日(2009.5.28)	(74) 代理人	100089347
審査請求日	平成22年6月24日(2010.6.24)		弁理士 木川 幸治
(31) 優先権主張番号	60/989,756	(74) 代理人	100154379
(32) 優先日	平成19年11月21日(2007.11.21)		弁理士 佐藤 博幸
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100154829
(31) 優先権主張番号	12/274,593		弁理士 小池 成
(32) 優先日	平成20年11月20日(2008.11.20)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 r 平面単結晶サファイアウェーハ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

200mm以上の直径を有し、多結晶性の1形態であるリネージの不在を示すr平面単結晶サファイアウェーハであり、

前記リネージの不在が、Bragg回折に基づくx線回折トポグラフィを用いて、示されるr平面単結晶サファイアウェーハ。

【請求項 2】

300mm以上の直径を有する請求項1に記載のr平面単結晶サファイアウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セラミクスおよびその生産方法、そして特にr平面単結晶サファイアおよびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

単結晶サファイアまたは - アルミナは、数多くの分野の用途にとって魅力のある特性を有するセラミック材料である。例えば、単結晶サファイアは硬質で透明、かつ耐熱性があり、そのため例えば光学、電子、装甲および結晶成長の利用分野において有用である。単結晶サファイアの結晶構造に起因して、サファイアシートは、c平面、m平面、r平面、およびa平面を含めたさまざまな平面配向で形成され得る。さまざまな平面配向は、さ

さまざまな有用性を提供する、さまざまな特性を生み出すかもしれない。例えば r 平面ウェーハは、半導体の生産において使用されてよく、サファイア上シリコン (SOS) 製品の生産において特に有用である。例えば、「Minimum charge FET fabricated on an ultrathin silicon on sapphire wafer」という名称の米国特許第 5,416,043 号明細書を参照のこと。

【0003】

Kyropoulos, Czochralski, Horizontal Bridgeman, Verneuil 技術、熱交換および成形結晶成長技術、例えば縁端限定膜供給成長方法を含めた複数の単結晶サファイア生産方法が公知である。

10

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0004】

本出願の主題には、場合により、相互に関連性を有する製品、特定の問題に対する代替的解決法および / または単一のシステムまたは物品の複数の異なる使用が含まれ得る。

【0005】

一態様においては、200 mm 以上の直径を有する r 平面単結晶サファイアウェーハが提供されている。

【0006】

別の態様においては、本質的に r 平面配向および 150 mm 以上の幅を有し、検出可能なりネージを全く示さない単結晶サファイアリボンが提供されている。

20

【0007】

別の態様では、r 平面単結晶サファイアリボンのスプレッドを形成する方法であって、結晶メルトを r 平面配向に播種するステップと、種結晶を引張ってスプレッドを形成させるステップと；任意の 1 インチの引張り長さ増加中の重量増加速度を、先行する 1 インチの引張り長さ増加についての重量増加速度の 2 倍未満に制限することにより、スプレッドの幅が 0.5 インチから最大幅まで増大し始める期間中の結晶の重量増加を制御するステップとを含む方法が提供されている。

【0008】

別の態様では、y を重量増加速度、x を結晶の引張り長さそして a および b を定数として、r 平面単結晶サファイアリボンのスプレッドを形成する方法が提供されている。この方法は、0.5 インチの引張り長さから最大スプレッド幅まで結晶を引張るステップを含み、ここでこの期間中の重量増加速度は式 $y = ax^b$ に当てはまり、この範囲にわたる r^2 値は少なくとも 0.95 である。

30

【0009】

別の態様では、単結晶サファイアの生産用装置であって、メルト供給源と；メルト供給源と流体連通し、第 1 の能動加熱ゾーン内にあるダイと；ダイより上に取付けられ、開放上面を画定しかつ第 2 の独立制御可能な加熱ゾーンを含む断熱された煙突と；煙突の上面に取付けられ、開放上面の面積の少なくとも 50% を覆い、サファイアリボンが開放上面を通して上向きに引張られる時に開放するように構築され配置されている断熱された扉とを含む装置が提供されている。

40

【0010】

別の態様では、リネージ無しの r 平面サファイアリボンの生産方法であって、ダイ開口部の長手方向軸に対し実質的に平行でかつ結晶成長方向に平行な r 平面配向を有する種結晶をメルト治具に播種するステップと；メルト界面においてダイより上で単結晶サファイアを結晶化するステップと；結晶の重量増加速度が最大重量増加速度の 80% 未満である、一定速度でスプレッドを形成させるステップと、を含む方法が提供されている。

【0011】

別の態様では、r 平面単結晶サファイアの形成方法であって、ダイ開口部の長手方向軸に対しておよび結晶成長方向に対して実質的に平行な r 平面配向を有する種結晶をメルト

50

治具に播種するステップと；サファイアの主面に対して実質的に垂直な r 軸配向を示す単結晶サファイアをダイより上で結晶化するステップと；約 65° / in 未満の第 1 の熱勾配を示す第 1 の領域内に単結晶サファイアを通過させるステップと；その後、約 16° / in 未満の第 2 の熱勾配を示す第 2 の領域内にサファイアを通過させるステップとを含み、第 1 の領域がダイ先端部から 2 分の 1 インチ以内にあり、約 3 インチ未満の長さを有し、第 2 の領域が第 1 の領域に隣接している方法が提供されている。

【0012】

別の態様では、単結晶 r 平面サファイアリボンの生産方法であって、ダイ開口部の長手方向軸に対しておよび結晶成長方向に対して実質的に平行な r 平面配向を有する種結晶をメルト治具に播種するステップと；重量増加速度を最大重量増加速度の 80% 未満に制御することにより 0.5 インチから最大幅までのスプレッド中にリボンの幅を増大させるステップと；リボンの一部分を摂氏 30 度未満の温度低下に付す一方でダイ先端部より 1 インチ上の高さまでダイ先端部からリボンのこの部分を引張るステップとを含む方法が提供されている。

10

【0013】

別の態様では、単結晶 r 平面サファイアリボンの生産方法であって、ダイ開口部の長手方向軸に対しておよび結晶成長方向に対して実質的に平行な r 平面配向を有する種結晶をメルト治具に播種するステップと；重量増加速度を最大重量増加速度の 80% 未満に制御することにより、0.5 インチから最大幅までスプレッド中にリボンの幅を増大させるステップと；リボンを摂氏 30 度未満の温度低下に付す間に、少なくとも 1 時間ダイ先端部からリボンを引抜くステップとを含む方法が提供されている。

20

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図 1】 a 平面単結晶材料の結晶配向を示す図である。

【図 2】 r 平面単結晶材料の結晶配向を示す図である。

【図 3】 r 平面単結晶サファイアを生産するための装置の一実施形態の断面図である。

【図 4】 r 平面リボン内のリネージを示す x 線トポグラフのコピーである。

【図 5】異なる r 平面リボン内のリネージの不在を示す x 線トポグラフのコピーである。

【図 6】単結晶サファイアを生産用装置の一実施形態における温度プロファイルのグラフ表示である。

30

【図 7】単結晶サファイアを生産用装置の一実施形態における温度プロファイルのグラフ表示である。

【図 8】 r 平面単結晶サファイアを生産用装置の一実施形態における温度プロファイルのグラフ表示である。

【図 9】2 つの r 平面単結晶サファイアリボンの縁端を示す写真である。

【図 10】スプレッド中の最大重量増加速度を示すグラフ表示である。

【図 11】スプレッド中の制御された重量増加速度を示すグラフ表示である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

本開示中で記述されている材料および方法には、 r 平面単結晶サファイアおよび r 平面サファイアを生産用方法および装置が含まれている。 r 平面サファイアは、例えば SOS チップを上 に 成長させるための基板としてさまざまな利用分野で使用されてよい。

40

【0016】

a 平面および C 平面を含めた複数の平面構成で単結晶サファイアを成長させるためには、縁端限定膜供給成長 (EFG) 技術が使用されてきた。例えば、本明細書に参照により援用されている「C - PLANE SAPPHIRE METHOD AND APPARATUS」という名称の 2007 年 9 月 21 日に 出願された米国特許出願第 11/858,949 号明細書を参照のこと。

【0017】

一態様においては、本発明は、本質的にリネージを含まない r 平面単結晶サファイアを

50

生産するための新規なEFG方法を画定する方法および装置を含む。結果として得られるリボンは、既存の技術に比べて増大した幅および長さを示し得る。KyropoulosおよびCzochralskiなどの方法を用いてプールから形成されたウェーハに固有のサイズ制限を回避することができ、また結果として得られるリボンから15cm超、20cm超および25cm超の直径でウェーハを切断することができる。ウェーハは完全に丸形でなくてもよく、例えばウェーハの配向のため使用し得る1つ以上の切欠きまたは平坦な部分を含むことができる。本明細書で使用されている通り、ウェーハの直径は、縁端から縁端までウェーハを横断する最大寸法であり、切欠きまたは平坦部から測定されるべきではない。

【0018】

10

別の態様においては、r平面サファイアリボンまたはシートを、リボンの制御された冷却を提供する装置の中で成長させてよい。例えば、断熱扉を追加しビューポートのサイズを削減することを通して、リボンからの熱損失を削減することによって、冷却速度を低下させてよい。その他の実施形態においては、制御された速度でリボンのスプレットに重みを付加することによって欠陥を減少させてよい。

【0019】

「単結晶サファイア」は $\text{-Al}_2\text{O}_3$ を意味し、主として単結晶であるコランダムとしても知られている。

【0020】

「r平面単結晶サファイア」とは、材料の主面に対して実質的に垂直である(± 10 度、通常は ± 1 度)であるr軸を有する、実質的に平面の単結晶サファイアを意味する。図2を参照のこと。「サファイアr平面」というのは、当該技術分野において知られている通りであり、3つのサファイア平面[1 - 102]、[-1012]、および[01 - 12]の1つである。

20

【0021】

「転位」は、本明細書において、当業者がそれを使用している通りに用いられており、Bragg回折に基づくx線回折トポグラフィを用いて検出可能である結晶欠陥を表わしている。

【0022】

「リネージ」は、多結晶性の1形態であり、成長方向に対して低い誤配位角を有する1つの結晶内部の1つまたは複数の結晶粒である。この誤配位角は、典型的には2度未満であるが、それより大きいものでもあり得る。リネージは、結晶の全長さまたはその大部分を走行する列または行内に通常拘束されている多結晶性の1形態である。一部の条件下では、リネージは組織度が低くなるかもしれない、また全体的多結晶性へと崩壊するかもしれない。リネージを示す結晶は、数多くの利用分野において、特にチップ製造のために使用される場合またはサファイアが結晶成長のための基板または鋳型として使用される場合には、典型的に望ましいものではない。リネージはx線トポグラフィを用いて検出可能である。

30

【0023】

結晶リボンの「スプレッド」は、当業者にとって公知の用語であり、リボンが最大幅に達する前に形成されるリボンの最初の部分である。それは典型的には種結晶における狭い部分から開始し、最大幅に達するまで幅が増大する。

40

【0024】

「熱勾配」とは、単結晶サファイア生産装置内の2つの場所の間の距離にわたる平均的温度変化を意味する。2つの場所の間の距離は、生産プロセス中に単結晶サファイアがそれに沿って前進するライン上で測定される。例えば、縁端限定膜供給成長技術においては、炉内の第1の位置と炉内の第2の位置の間の温度差は摂氏50度であってよい。熱勾配の単位は、例えば「cmあたりの度数」または「インチあたりの度数」であってよい。特に規定されていない場合、温度変化は、サファイア結晶が勾配を通過して第1の場所から第2の場所まで通過するにつれて、高温から低温に向かう。

50

【0025】

「リボン」とは、成形結晶成長技術を用いて形成されたプレートを意味する。

【0026】

縁端限定膜供給成長技術を用いて、単結晶サファイアの均一なa平面シートを効率良く生産できるということが示されてきた（米国特許出願公開第2005/0227117号明細書を参照のこと）。しかしながら、r平面シートは典型的には、例えばCzochralski法を用いて異なる成長配向に沿って成長させられるプールからスライスされる。プールはさまざまな形状を有することができ、異なるプール内に異なるr軸配向が存在するような形に配向することができる。ウェーハを製造するためには、所望の直径の円筒をプールから切り取り、例えば円筒の直径を通るワイヤーソーシングを用いることで所望のウェーハを円筒から切断してよい。切断後、スライスを典型的には切削し研磨して、r平面ウェーハを生産する。最初にスライスを予め選択された幅に切断し、次に所望の寸法までラップ仕上げすることによりウェーハの厚みを選択してよい。プールからプレートまたはウェーハを形成するのにこの生産方法を使用すると、各シートまたはウェーハはその主面に沿って少なくとも1回切断しなくてはならない。単結晶サファイアの硬度が極端に高いことは、切断ステップにコストおよび時間がかかり得ることを意味している。追加の準備ステップも必要となるかもしれない。その上、さらに大きいサイズのウェーハ例えば直径が5cmまたは10cm以上のウェーハの生産は、一部には二次および三次作業に起因して数週間を必要とする可能性がある。

10

【0027】

シートまたはリボンの形で形成されたr平面単結晶サファイアはこれらの準備ステップの多くを削減または短縮することができ得る。これらの様々な理由から、優れた光学特性および低いリネージを示すr平面シートは、r平面単結晶サファイアの好適な供給源を提供する可能性がある。

20

【0028】

C-PLANE SAPPHIRE METHOD AND APPARATUSという名称の米国特許出願第11/858949号明細書中で記載されている通りのC平面材料用のEFG技術を使用してr平面リボンを製造することができる。可視光下ではこれらのリボンには欠陥がないように見える。しかしながら、x線トポグラフィは、リボンの一定長を走行する広範なリネージを明らかにしている。図2を参照のこと。

30

【0029】

一実施形態においては、内部で冷却速度が具体的に制御されている2つ以上の冷却領域内にリボンを通過させるステップを含む成形結晶成長技術を用いて、リネージの不在を示すr平面単結晶サファイアリボンを成長させることができる。

【0030】

従来のEFG技術を用いて成長させたr平面リボンは、多くの場合、SOSチップの生産にとって適切であると考えられる完全結晶であると思われる。しかしながら、この技術を用いて成長させたウェーハは、SOSチップの生産には適していないことが判明した。リボンのx線トポグラフ解析後、リボンが多くのリネージを含むことがわかった。その上、ウェーハがSOSチップ生産に適していないのは、このリネージのためである。したがって、リネージの無いr平面単結晶サファイアを生産する方法は、現行の従来技術の大幅な改善であると思われる。

40

【0031】

図3は、r平面リボンを生産するために用いられる装置100の横断面図を提供している。絶縁性加熱器144は、誘導コイル150および152により引き起こされるPF場と結合するグラファイトなどの耐熱材料で作られていてよい。この装置は、溶融 Al_2O_3 であってよいメルトを保持するため、るつぼ110などのメルト供給源を含む。熱は、エンクロージャ144およびるつぼ110の両方の中で生成されてよい。るつぼは、メルトを収納できるあらゆる材料でできていてよい。アルミナは、バッチ式または連続式にるつぼに補給されてよい。るつぼ構造に適した材料は、例えばイリジウム、モリブデン、タ

50

ングステンまたはモリブデン／タングステン合金である。モリブデン／タングステン合金は、組成がモリブデン 0 % から 1 0 0 % まで変動し得る。キャピラリーダイ 1 2 0 は、メルトと流体接触しており、メルトを引抜くことのできる 3 つのダイ先端部を含んでいる。3 つのダイ先端部が示されているが、任意の数を使用してよい。外部ダイ先端部 1 2 2 および内部ダイ先端部 1 2 4 は、各々リボン 1 3 0 を同時に引抜く時に通すことのできる開口部を含む。外部ダイ先端部 1 2 2 は、内部ダイ先端部 1 2 4 よりも約 0 . 0 2 0 インチ高いところに位置づけしてよい。この差は、各々のダイ先端部およびリボンが曝露されている温度プロファイルを等化するのに役立つかもしれない。図 3 に示されている通りのダイ先端部は典型的にその縁端で中心部分よりも温かい。リボンが形成されるにつれ、熱の大部分が、リボンを通した放射線チャネリングを介して失われると考えられている。したがって、リボンが広くなるほど、この機構によってより多くの熱が失われる可能性がある。

10

【 0 0 3 2 】

図 3 に示されている図は、各リボンの厚みを示す端面図である。リボンの厚みは、少なくとも一部には、ダイ先端部の幅に基づいている。図 3 中の左から右に向かって、ダイ先端部の深さ（ダイ先端部の最短寸法）は、生産されるリボンの厚みを決定するように選択されてよい。ダイの深さは、例えば約 0 . 1、0 . 2、0 . 5 または 1 . 0 センチメートル以上であってよい。ダイの幅（図 3 中の図は、ダイ先端部の幅に沿って見たものである）はリボンの幅を決定し、例えば 1 0 c m、1 5 c m、2 0 c m、2 5 c m 以上であってよい。したがって、0 . 5 c m の深さおよび 2 0 c m の幅を有するダイ先端部は、およそ 0 . 5 c m の厚みとおよそ 2 0 c m の幅を有するリボンを生産し得る。ダイ先端部の寸法は、メルトをダイ先端部に補給するキャピラリー開口部の寸法とは無関係である。引抜くことのできるリボンの長さは、空間的要件および取扱いの容易さなどの実施上の配慮点によって制限を受ける。別段の規定のないかぎり、リボンの長さは、ネック部（リボンが播種される狭くなった箇所）から反対側の端部まで測定される。

20

【 0 0 3 3 】

結晶化が発生するにつれて、熱は伝導、対流および放射を通してサファイアリボンから失われ得る。熱は、例えば加熱器 1 4 4 およびつつば 1 1 0 を誘導結合することによってかまたはシステムを抵抗加熱することによって、システムに供給され得る。加熱ゾーン 1（z 1）の中に遮熱材 1 4 0 が位置づけされ、これは、リボンが形成後に放射し始めた時に失われる熱を減少させるのに役立つ。リボンからの熱損失を削減するのに役立つように、断熱容器 1 4 2 を設計してよい。この容器は、ゾーン 2（z 2）に熱を供給するべく上部 r f 誘導コイル 1 5 2 に誘導結合できるモリブデンなどの高温材料で作られていてよい。ゾーン 1 内では、遮熱材 1 4 0 および断熱容器が、リボンがその最高温度にある領域内での熱損失を減少させるのに役立つ。R F 誘導コイル 1 5 0 は、連続したコイルであっても、連続したコイルでなくてもよい。R F 誘導コイル 1 5 0 および 1 5 2 は、2 つの別々のコイルであってよく、独立して制御されてよい。

30

【 0 0 3 4 】

扉 1 6 0 は、エンクロージャの上面において開口部 1 6 2 の一部分を少なくとも被覆し、熱損失を削減しかつ気体流を誘導して結果として熱勾配を改変し得る。アルゴンなどの不活性ガスを典型的には装置内に流入させて酸化を制限するのを助ける。この気体流はシステムから熱を取除くことができ、気体流の量が減少すると、システムから失われる熱の量も同様に減少する。扉 1 6 0 は、本来であれば放射や対流を通して失われると思われる熱損失を防止し得る。扉は例えば単一の扉または二重跳上げ戸であってよく、開口部 1 6 2 を通して引き上げられるにつれてリボンを通過させるべく開放できるような形でヒンジ留めされていてよい。一部の実施形態では、扉は開口面積の 5 0 % 超、7 5 % 超、または 9 0 % 超を覆っているか、またはそのように調整されていてよい。

40

【 0 0 3 5 】

E F G 装置 1 0 0 には、ダイ先端部におけるリボンの形成の視覚的監視を可能にするように位置づけされた 2 つのビューポートを備えることができる。これらのビューポートの

50

サイズは約 0.22 × 0.66 インチであってよい。しかしながら、ビューポートのサイズを約 0.15 × 0.75 インチまで削減すると、熱損失はかなり減少し、温度勾配の制御が向上する結果となる。

【0036】

これらの変更を伴うおよび伴わない熱損失の比較が図 6、7 および 8 に示されている。図 6 は、能動第 2 段熱源が欠如し、標準サイズのビューポートならびに開放上面を含む装置 (A) 内の垂直方向温度勾配のグラフ表示を提供している。図 7 は、能動第 2 段熱源を使用しかつ標準サイズのビューポートならびに開放上面を含む装置 (B) 内の垂直方向温度勾配のグラフ表示を提供している。図 8 は、煙突の上面で開口部を被覆する旋回可能な跳上げ戸およびさらに小さいビューポートを伴う改良型装置 (C) 内の垂直方向温度勾配のグラフ表示を提供する (図 3 を参照のこと)。温度測定は、リボン成長をシミュレートする条件下で熱電対を使用し、ただし実際にリボンを引抜くことなく行なわれている。

【0037】

図 6 は、装置 A 内のダイ先端部とダイ先端部より上の最初の 2 分の 1 インチの間で摂氏 40 度超の初期降下を示す。第 2 段熱源を伴う装置 B からの結果を提供する図 7 は、ダイ先端部とダイ先端部より上最初の 2 分の 1 インチの間で摂氏 30 度の初期降下を示している。その後温度は、実際には約 1 インチの間上昇し、次にダイ先端部より 5 インチ上で摂氏約 100 度の正味降下まで下降する。温度上昇は、第 2 段熱源の使用に起因するものと考えられている。図 8 にデータを提供している装置 C では、最初の 2 分の 1 インチにおける初期降下は、20 度未満であり、最初の 6 インチにわたる合計降下は 80 度未満である。ここでも同様に、リボンが 2 分の 1 インチレベルから 2 インチレベルまで移動するにつれて温度ははるかに小さい上昇または無視できる程度の上昇しか示さない。装置 B は、2 インチから 6 インチまでの範囲にわたり 1 インチあたり約 20 の温度勾配を示す。しかしながら、装置 C は、対応する領域内で 1 インチあたり約 14 の温度勾配を示す。

【0038】

図 7 のプロフィールは、図 4 の x 線トポグラフの中で示された幅 6 インチの r 平面リボンを生産するために使用されてきた。広範囲のリネージがトポグラフ内に明らかに見える。これは、図 8 の勾配プロフィールを用いて幅 6 インチの r 平面リボンを成長させ、リネージの無い図 5 のトポグラフと対照的である。これらの低い方の温度勾配は、リボン内部の応力を減少させ、スリップを削減し、リネージの少ないまたはリネージの無いプレートを提供するのに役立つと考えられている。

【0039】

一態様においては、リネージの無い r 平面サファイアリボンを成長させるための方法が提供されている。図 3 に提供されている装置を用いた方法の一実施形態においては、るつぽ 110 にアルミナを充填し誘導結合された加熱用コイル 150 を用いて 2060 まで加熱することによって、 Al_2O_3 のメルトが提供される。r 平面 [1 - 102] が図 3 で左 (または右) を向いているように、各ダイ先端部の開口部にサファイア種結晶が設置される。種結晶はダイ先端部の上面でメルトと接触させられ、上に引き上げられてスプレッドを開始する。引抜き方向は、結晶の方向 [1 - 10 - 1] と同じ方向である。このとき、1 時間あたり約 1 インチ、約 0.5 インチ、約 2 インチまたは 2 インチ超などの適切な速度で、種結晶を上を引抜くことができる。

【0040】

公知の EFG 方法においては、スプレッドは典型的には、最大幅が達成されるまで最大速度すなわち最大重量増加速度で形成される。こうして、最大幅に到達するのに必要な時間が短縮され、スプレッド中に形成する比較的価値の低い結晶材料 (幅が比較的小さいことを理由とする) の量が減少する。重量増加量を測定するために、種結晶を保持する支持体は、オペレータが選択する任意の間隔でリボンの重量を測定できるロードセルに接続されている。例えば、重量を毎秒測定し記録することができる。一定の引抜き速度では、スプレッドが大きくなるにつれて、最大幅が得られるまで重量増加速度は増大することがわかる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 1 】

一般に、ダイ先端部における温度が低くなるほど、結晶化は速くなり、ひいては重量増加速度は速くなりかつより短いスプレッドがより急速に最大幅に達することになる。しかしながら、ダイ先端部（メルト界面）における温度が過度に低い場合、メルトはダイと接触して結晶化し、その結果リボンは役に立たなくなる。スプレッドが大きくなるにつれて、展開するリボンからより多くの熱量が失われ、その結果メルト界面により低い温度がもたらされる。温度補償を目的として、メルト界面において温度を維持するために R F コイル 1 5 0 から付加的な電力を供給することができる。

【 0 0 4 2 】

ダイに対する凍結無くスプレッド速度を最大限にするため、以下の手順が開発され、a 平面無欠陥単結晶サファイア上でうまく使用された。ダイ先端部近くのるつぼのフタの上に温度読取りを行なうために設置されたパイロメータを用いて、間接的に熱が測定される。最初に、メルトを摂氏 2 0 5 3 度より高い温度にセットし、種結晶をメルト界面でメルトと接触させる。結晶化が開始してから、引抜き中の特定のリボンについて適切な速度で引抜きが開始される。スプレッドの重量増加は頻繁に、例えば毎秒、監視される。スプレッドが大きくなり、付加的な冷却がダイ先端部において発生するにつれて、ロードセルは、結晶化がダイ表面に近づくにつれて発生するメルト内の粘度増加に起因し得る重量増加スパイクを検出することができる。コントローラーはこの突然の負荷増加（1 ~ 1 0 秒にわたる）を検出した時点で、パイロメータにおける温度が摂氏 1 度だけ上昇するまで R F コイル 1 5 0 への電力を増大させ、次に別の突然の負荷増加が検出されるまでこの設定値を維持する。増加が再び検出された時点で、プロセスを反復し、温度を摂氏 1 度だけ上昇させる。このようにして、リボンを損傷することなく、また欠陥を形成することなく、最大速度でリボンをスプレッドさせることができる。この手順にしたがった場合、スプレッド中の重量増加速度は成長期間中の任意の点でその最大値にあると考えられており、この増加速度は「最大重量増加速度」と呼ばれる。この重量増加速度を超えた場合、ダイと接触した結晶化に起因してリボンが不良になる結果がもたらされる確率が高い。

【 0 0 4 3 】

この最大重量増加速度を用いて、a 平面サファイアを生産することができるが、このスプレッド形成方法を用いて生産させた r 平面リボンは、たとえリボンが裸眼には欠陥の無いものに見えてもリネージを発生させる結果になる。さらに、r 平面材料がより温かいスプレッド相から恩恵を受けること、そして重量増加速度を最大重量増加速度より低く保った場合リネージの無い r 平面リボンを生産できることも発見されてきた。

【 0 0 4 4 】

最大重量増加速度でスプレッドを形成させる代りに、最大速度の 9 0 % 未満、8 0 % 未満または 7 0 % 未満でスプレッドを形成させた結果としてリネージの無いリボンひいてはウェーハをもたらしすることができるということが発見された。スプレッドの開始時における重量増加速度は、リボンの幅が非常に小さい場合百分率として可変的であることから、一般にこれは無視されるべきである。典型的には、重量増加速度を計算するのにスプレッド形成の最初の 2 分の 1 インチは使用されず、別段の規定のないかぎり、本明細書ではスプレッドの幅の最初の 2 分の 1 インチは、重量増加速度を考慮する際に無視されるべきである。

【 0 0 4 5 】

x 線トポグラフィを用いてリネージが全く見られない場合、r 平面サファイアプレートはリネージが無いものとみなされる。多結晶性および転位などの特徴が存在している場合でも、r - 平面プレートはなおリネージが無い状態であり得る。リネージを示すリボンの x 線トポグラフが図 4 に提供されている。典型的に見出されるように、リネージはリボンのほぼ全長にわたり中心にある。リネージの無いリボンの x 線トポグラフが図 5 に提供されている。

【 0 0 4 6 】

図 1 0 および 1 1 中に、重量増加速度対引張り長さの関係を示す 2 つのグラフが提供さ

10

20

30

40

50

れている。図 10 は、上述の通りの最大重量増加速度を示す。図 11 は、重量増加速度が最大速度の 80% 未満に維持されている制御された重量増加速度を示している。両データセット共に、一時間あたり 1 インチの引張り速度で生成された。図 11 の平滑な曲線を、指数方程式 $y = a \times b^x$ に当てはめることができ、ここで y は重量増加速度、 x は引張り長さであり、係数 a および b は組合わさってスプレッドの長さおよび角度を制御する。好ましくは、データはこの指数方程式に当てはまり、最小二乗回帰解析を用いて 0.95 超または 0.97 超の r^2 値を示す。この高い r^2 値は、重量増加速度の増大において最小限の急上昇または降下しか示さない平滑な成長速度を表わしている。一実施形態においては、リネージの無い r 平面材料を生産するための標的重量増加速度は $y = 32 \times 0.65^x$ である。指数関数に当てはめるのではなくむしろ、最大成長速度を示す曲線中のデータ (図 10) は、対数方程式 $y = 34 \ln(x) + 48$ を用いて最もうまくモデリングされる。

10

【0047】

その他の実施形態においては、スプレッドの重量増加速度は、そのスプレッドの先行部分における重量増加速度に対して制限されてよい。例えば長さの 1 インチ増加中の重量増加速度は、同じリボン内の任意の先行する 1 インチの成長長さの間の重量増加速度の例えば 150% 以下、200% 以下または 250% 以下であってよい。

【0048】

リネージを伴うリボンと伴わないリボンの比較は、裸眼では困難である。しかしながら、制御された重量増加速度の別の効果を視覚的に見ることが可能であり、これは、最大重量増加速度 (図 9 右側) でおよび最大重量増加速度の 80% 未満の制御された重量増加速度 (図 9 の左側) で成長させた r 平面リボンの縁端を示す図 9 の中で示されている。より制御された重量増加速度が使用された場合に、はるかに平滑な縁端 (図 9 の左側) が発達するということは明らかである。数多くの最終製品はリボンから切断されることから、縁端の質は典型的には監視されないが、縁端が平坦であるほど少ない応力が示されることがあり、これは、より少ないスリップおよび/またはより少ないリネージを結果としてもたらしかもしれない。

20

【0049】

別の態様においては、 r 平面単結晶サファイアは、結晶化されたりボンの冷却速度を制御する EFG 技術を用いて生産可能である。一組の実施形態において、これは、2 つの全く異なる冷却ゾーンを含んでいてよい。EFG 法により単結晶サファイアを生産するのに使用される公知のシステムは、典型的に、メルト界面の直ぐ下流側の領域内で 1 インチあたり 100 超の垂直方向温度勾配を使用する。このことはすなわち、点 a から点 b までサファイアリボン上の 1 点が下流側で 1 インチ (通常は垂直方向上へ) 前進するにつれて、点 b における温度はそれが点 a にあった時よりも 100 低くなることを意味している。これは同様に、リボンが上向きに 1 インチ引抜かれるにつれて約 100 だけ冷却し、1 時間あたり 1 インチで引抜かれるのであれば、それに約 1 時間かかるということも意味している。リボン温度は、生産中に直接測定するのが困難であることから、これらの値は通常、リボンが存在しない状態でとられた温度測定値から補間される。

30

【0050】

約 1850 より高い温度において、サファイア結晶の冷却速度の制御がその結晶品質に影響を及ぼすかもしれないということが判明した。例えば、過度に急速に冷却された場合、1 つの結晶平面の別の結晶平面上への「スリップ」が発生し、リネージを導くかもしれない。冷却を調節することによって制御可能な別のタイプの結晶欠陥は、転位である。結晶の温度が約 1850 より低く下降してから、それはより安定した単結晶構造の結晶となり得、冷却速度を入念に調節する必要はないかもしれない。例えば、結晶がその脆性 - 延性遷移点より低温で装置から退出する場合、結晶に対する不可逆的損傷が全くない状態で、結晶を高速で室温まで冷却できるかもしれない。

40

【0051】

リボン生産が開始したら勾配を一定の値に維持することが好ましいかもしれないが、装

50

置内の任意の特定の場所において熱勾配を変動させてよい。ただし、プロセスパラメータの変動を補償するかまたはリボンの品質を改善するために、生産中勾配を調整してもよい。熱勾配は、例えば、遮熱材を下降または上昇させること、断熱材を追加または除去すること、ビューポートのサイズを削減すること、装置の煙突部分に扉を追加すること、および/または装置の一部分または複数の部分を能動的に加熱または冷却することにより、熱勾配を制御してもよい。

【0052】

熱勾配は、勾配の長さ全体にわたり実質的に一定であってよい。例えば、熱勾配は、2分の1インチ未満、2分の1インチ超、1インチ超、1.5インチ超、2インチ超、4インチ超、6インチ超または8インチ超の距離にわたり実質的に一定であってよい。熱勾配は同様に、勾配の長さにより、特に勾配の始まりおよび/または終りにおいて変動してもよい。当然のことながら、1つの勾配から別の勾配へと移行する場合、勾配が第1の勾配から第2の勾配までシフトする遷移距離が存在するかもしれない。別段の規定のないかぎり、一つの特定領域についての熱勾配は、その領域全体にわたる平均熱勾配である。

【0053】

特定の引張り長さについてではなく時間の長さについて冷却を制御してもよい。例えば、結晶化後の形成の最初の一時間について、温度の低下を80 未満、60 未満、40 未満または30 未満に制限してよい。形成の最初の6時間について、温度の低下を例えば120 未満、100 未満、または80 未満に制限してよい。結晶化の後2時間~8時間の間、温度の低下を例えば140 未満、120 未満または100 未満に制限してもよい。

【0054】

図3の装置は、冷却速度を制御するために使用可能な2つの全く異なる冷却領域 Z_1 および Z_2 を含む。領域 Z_2 は、この領域に対し能動的に熱を供給できる独立した加熱器を含む。図示された実施形態においては、誘導加熱コイル152は、モリブデンエンクロージャ142と結合されて、領域に能動的に熱を加える。これはリボンから外部環境へと失われた熱を補償するのに役立つ。熱の大部分がリボン自体により誘導される放射線を通して失われるということが発見された。この熱の多くは扉160を用いることで保持でき、2つのビューポート(図示せず)のサイズを縮小することでも熱損失を削減できるということも示された。扉160は同様に、エンクロージャ142の表面に沿った不活性ガス流の対流に起因して失われる熱の量を削減するのにも役立つかもしれない。これらの変更を実施すると、領域 Z_2 内の温度勾配を1インチあたり20 未満、18 未満、16 未満、または14 未満となるように制御することができる。同様にして、典型的には2つのゾーンのうちの高温の方であるゾーン Z_1 における温度勾配を、従来のEFG勾配よりも小さい勾配を提供するように制御することも可能である。この制御は、少なくとも一部には、より小さいビューポートの実施、扉160の設置、遮熱材140の使用を通しておよび内部ダイ先端部124に対して外部ダイ先端部122の高さをずらして配置することによって達成可能である。メルト界面に隣接するゾーン Z_1 内で達成可能な有利な温度勾配は、1インチあたり100 未満、80 未満、60 未満または40 未満である。

【実施例】

【0055】

以下の方法により、検出可能なリネージを全く示さない長さ18インチのr平面単結晶サファイアリボンを成長させた。

【0056】

図3の結晶成長装置を用いて、サファイア種結晶をそれぞれのダイ先端部の上部表面上でアルミナメルトと接触状態に置いた。ダイ開口部の幅(長い水平方向寸法)と面[1-102]を位置合わせさせた状態で種結晶を配向し、[1-10-1]方向に垂直方向に引張った。結晶化が進むにつれて、種結晶を1時間あたり1インチの速度で上向きに引抜いた。温かいスプレッドを生産するため、制御された重量増加のプログラムを実施し、制御された重量増加速度を最大重量増加速度の80%未満に保った。重量増加速度は図11

10

20

30

40

50

に示されており、 0.96 という r^2 値で等式 $y = 3.2 \times 10^{-6.5}$ に当てはまる。約 6 インチの引張り長さの後に最大リボン幅を達成した。

【0057】

図 8 に示された温度プロファイルを再現するように装置を作動させた。リボンが装置の領域 Z 1 を通して引張られるにつれて、垂直方向の温度勾配（中心にある）は 1 インチあたり約 40 未満に維持され、上向き方向で徐々に低温になった。領域 Z 1 と Z 2 の間に、領域 Z 1 の勾配から領域 Z 2 の 1 インチあたり平均 14 の勾配まで温度勾配が減少する遷移ゾーンが存在する。Z 1 および Z 2 を通して、リボンの温度を約 1850 超に維持した。より小さいビューポート、能動的な加熱そして断熱扉 160 の使用を通して、少なくとも部分的には、低い冷却速度を持続させることが可能である。

10

【0058】

1 時間あたり 1 インチの引張り速度を、長さ 18 インチのリボンが得られるまで維持した。その後、結晶がダイから分離するまで、成長速度を増大させた。その後リボンをゆっくりと開口部 162 まで上へ移動させ、跳上げ戸 160 を開くことによりこの開口部 162 を通してとり出し、室温までの冷却を終了した。材料が脆性 - 延性遷移点より低く冷却してから、それを無制御の冷却速度に付してよいが、それでもなお幾分かの制御が望ましいかもしれない。リボンの一部分の x 線トポグラフが図 5 に示されており、これがリネージの不在を表わしている。

【0059】

本発明の複数の実施形態について本明細書中で記載し例示してきたが、当業者であれば、本明細書中に記述された機能を実施しかつ / または結果および / または利点のうちの 1 つ以上を得るためのさまざまなその他の手段および / または構造を容易に想定するものであり、かかる変形形態および / または修正の各々は本発明の範囲内に入るものとみなされる。より一般には、当業者であれば、本明細書に記載されている全てのパラメータ、寸法、材料および形態が例示的なものであるように意図されていること、そして実際のパラメータ、寸法、材料および / または形態が、本発明の教示を使用する具体的な 1 つまたは複数の利用分野によって左右されるものであることを容易に認識するものである。当業者であれば、単に日常的な実験を用いて、本明細書中で記載されている本発明の具体的実施形態に対する数多くの均等物を認識するかまたはそれを確認することができる。したがって、以上の実施形態はあくまでも一例として提示されていることそして、添付の特許請求の範囲およびその均等物の範囲内で、具体的に記載され権利請求された通りのもの以外の形で本発明を実施してもよいこと、を理解すべきである。本発明は、本明細書中で記載されている各々の個別の特徴、システム、物品、材料、キットおよび / または方法に関する。さらに、かかる特徴、システム、物品、材料、キットおよび / または方法が相互に整合性を有するものである場合、それらの特徴の 2 つ以上の任意の組合せが本発明の範囲内に入る。

20

30

【0060】

本明細書中で定義され使用されている通りの全ての定義は、辞書の定義、本明細書に参照により援用されている文献中の定義および / または定義された用語の通常の意味に優先するものであると理解されるべきである。

40

【0061】

本明細書中および特許請求の範囲中で使用されている不定冠詞「a」および「an」は、明らかに相反する指示のない限り、「少なくとも 1 つ」を意味するものとして理解されるべきである。

【0062】

本出願中で引用または参照されている全ての参考文献、特許および特許出願そして刊行物は、その全体が本明細書に参照により援用されるものである。

【 図 1 】

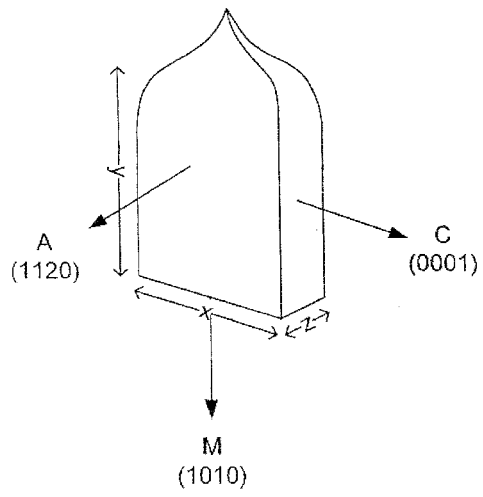


図 1

【 図 2 】

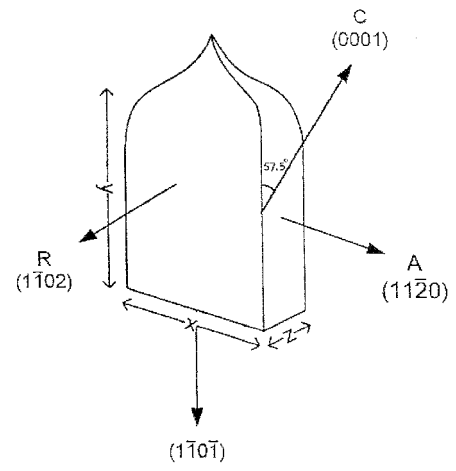


図 2

【 図 3 】

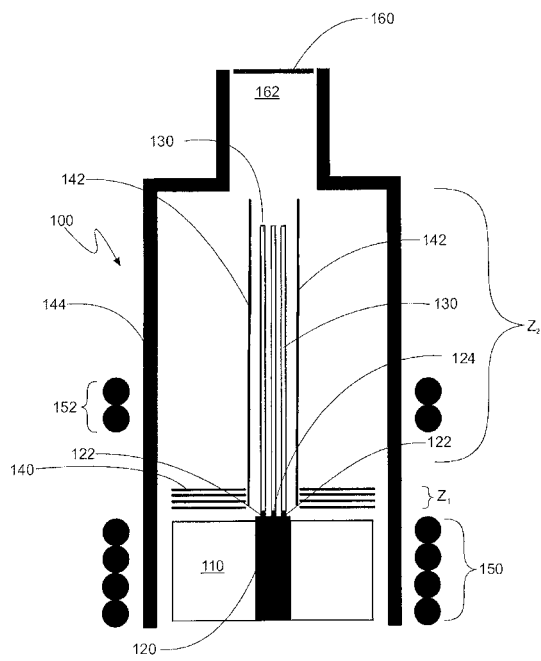


図 3

【 図 4 】



図 4

【図5】

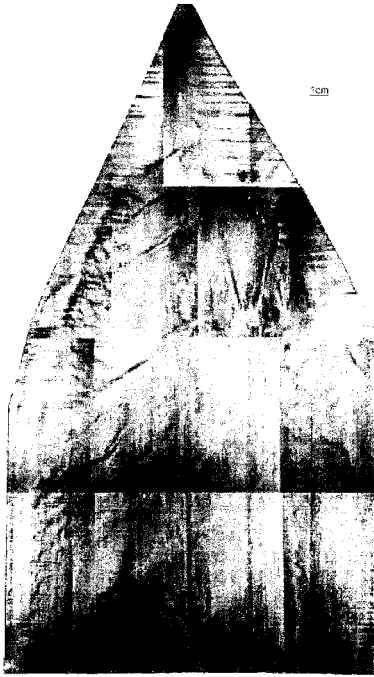


図 5

【図6】

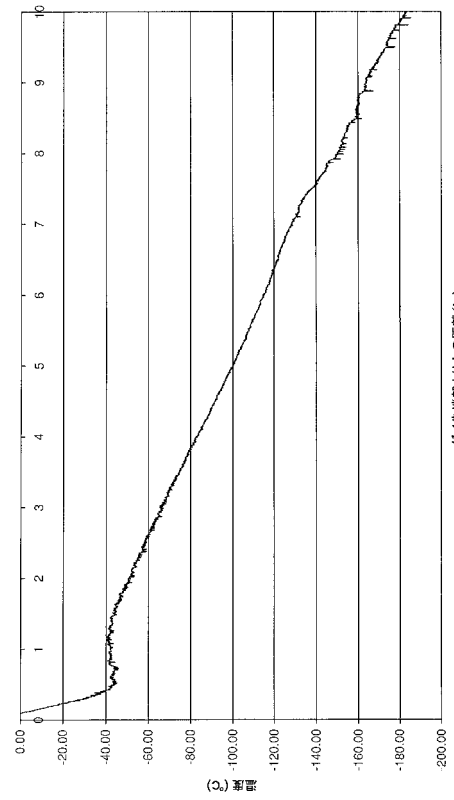


図 6

【図7】

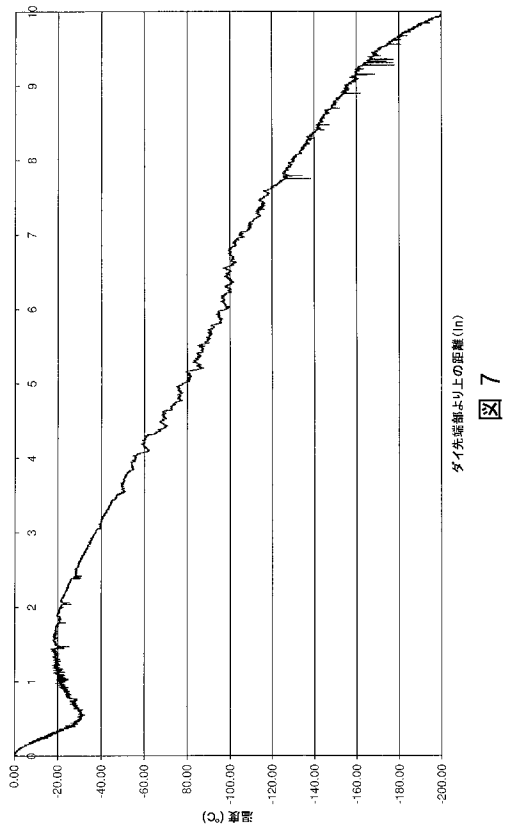


図 7

【図8】

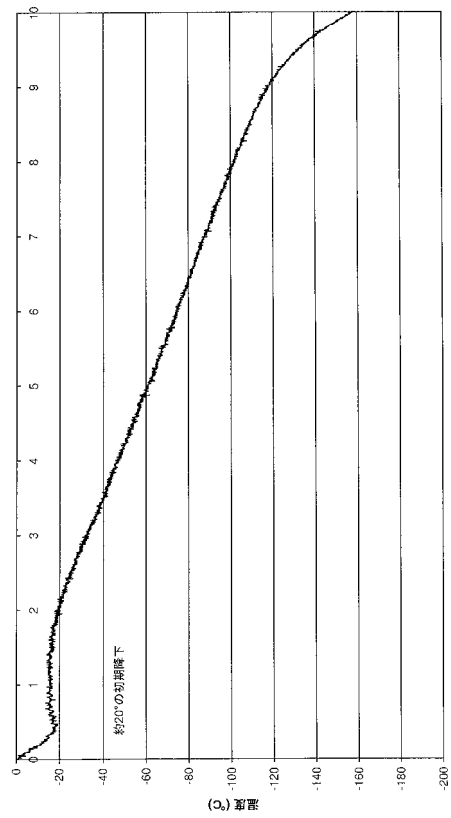


図 8

【図 9】

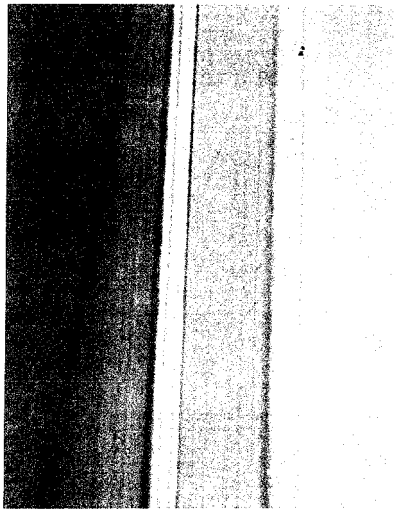


図 9

【図 10】

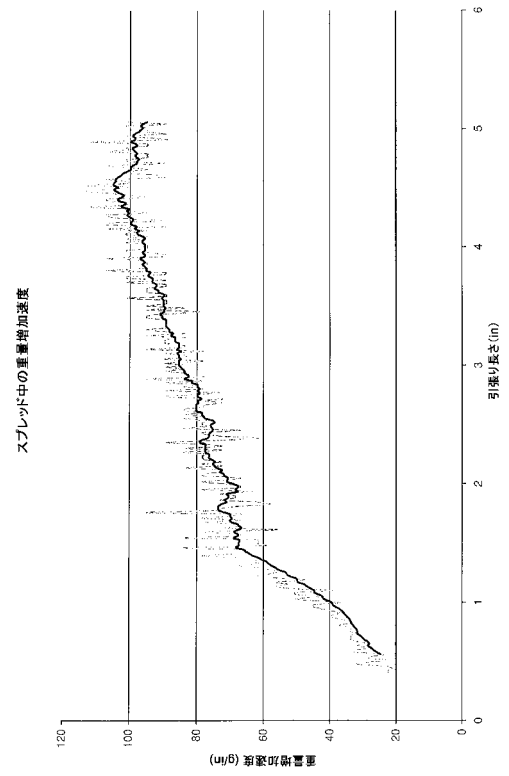


図 10

【図 11】

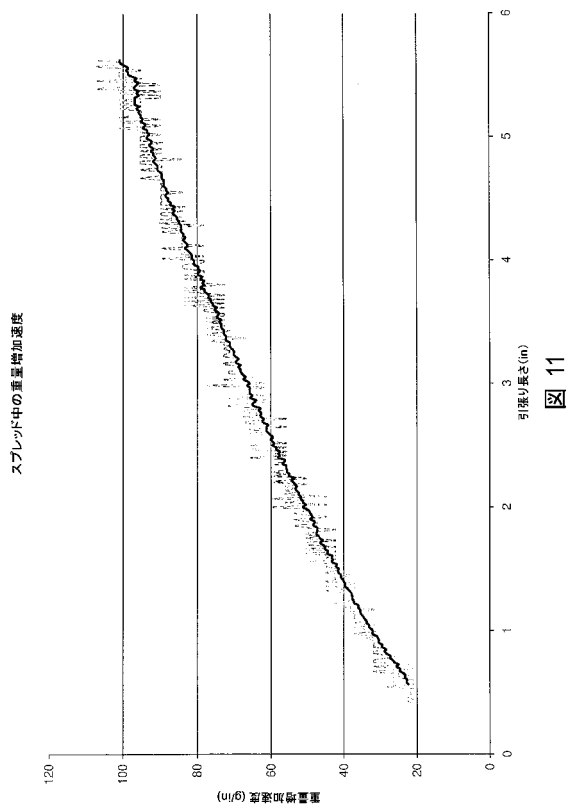


図 11

フロントページの続き

- (72)発明者 マック・スリー・エル・ギルフォード
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 01432 エーア ケンブリッジ・ストリート 18ビ
ー
- (72)発明者 ジョーンズ・ディー・クリストファー
アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03031 アマースト コートハウス・ロード 41
- (72)発明者 パラナディ・フェリー
アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03062 ナシュア ロッキー・ヒル・ドライブ 1
0
- (72)発明者 ロッヒャー・ダブリュ・ジョン
アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03031 アマースト カーネル・ウィルキンス・ロ
ード 10
- (72)発明者 ザネラ・エー・スティーブン
アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03444 ダブリン メイン・ストリート 1471
- (72)発明者 ベイツ・イー・ハーバート
アメリカ合衆国 ニューハンプシャー州 03031 アマースト ファウンダリー・ストリート
18

審査官 塩谷 領大

- (56)参考文献 特開2000-314809(JP, A)
特表2007-532458(JP, A)
特開2003-313092(JP, A)
国際公開第2008/036888(WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 29/20
C30B 15/34