



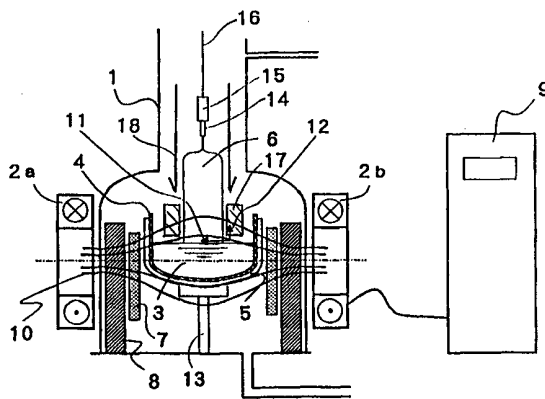
PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類 C30B 15/00, 29/06, 30/04</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO00/55393</p> <p>(43) 国際公開日 2000年9月21日(21.09.00)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP00/01337</p> <p>(22) 国際出願日 2000年3月6日(06.03.00)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平11/71205 1999年3月17日(17.03.99) JP 特願平11/71208 1999年3月17日(17.03.99) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべ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] 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 糸井桐夫(ITOI, Kirio)[JP/JP] 石塚 徹(ISHIZUKA, Tohru)[JP/JP] 太田友彦(OHTA, Tomohiko)[JP/JP] 布施川泉(FUSEGAWA, Izumi)[JP/JP] 〒961-8061 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 白河工場内 Fukushima, (JP) 飯野栄一(IINO, Eiichi)[JP/JP] 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gumma, (JP)</p>		<p>(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 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)</p> <p>(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL AND APPARATUS FOR PRODUCING THE SAME, AND SINGLE CRYSTAL AND WAFER PRODUCED WITH THE METHOD

(54) 発明の名称 シリコン単結晶の製造方法及びその製造装置並びにこの方法で製造された単結晶及びシリコンウエーハ



(57) Abstract

A method for producing a silicon single crystal comprising growing the single crystal(6) through pulling up the crystal from a silicon melt (3) in a quartz crucible (4) while applying a horizontal magnetic field (10), characterized in that crystal growth is carried out in a manner such that either of a higher temperature portion and a lower temperature portion which are formed on the surface of the silicon melt (3) in the quartz crucible (4) is positioned at a solid-liquid interface observed during the crystal growth or in a manner such that a magnetic field at a crystallization center on the surface of the silicon melt (3) in the quartz crucible (4) has a strength wherein the ratio of its perpendicular component(12) to its horizontal component (11) is 0.3 to 0.5. The method can be used for producing a silicon single crystal rod having a highly uniform concentration distribution for interstitial oxygen atoms in the direction of crystal growth with high productivity and in good yield in the horizontal magnetic field-applied CZ method.

(57)要約

石英ルツボ（４）内のシリコン融液（３）から単結晶（６）を引上げるに際し、該石英ルツボ（４）内の融液（３）に結晶成長軸と垂直方向の磁場（１０）を印加しながら単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、ルツボ（４）内のシリコン融液（３）表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行う。あるいは、石英ルツボ（４）内のシリコン融液（３）表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分（１２）と水平磁場成分（１１）の比を０．３以上０．５以下とする。

横磁場を印加するＣＺ法において、成長単結晶の成長方向の格子間酸素濃度の均一性が高いシリコン単結晶棒を高生産性、高歩留りで育成できるシリコン単結晶の製造方法が提供される。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサウ		共和国	TT	トリニダード・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	ML	マリ	TZ	タンザニア
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	US	米国
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IN	インド	MZ	モザンビーク	VN	ヴェトナム
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノルウェー	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド		
CZ	チェッコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

## シリコン単結晶の製造方法及びその製造装置

並びにこの方法で製造された単結晶及びシリコンウエーハ

5

## 技術分野

本発明は、横磁場を印加するチョクラルスキー法（Horizontal Magnetic-field-applied Czochralski Method、HMCZ法）により、シリコン単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法と製造装置等に関する。

10

## 背景技術

半導体製造に用いられるシリコン単結晶の製造方法として、石英ルツボ内のシリコン融液から結晶を成長させつつ引上げるチョクラルスキー法（CZ法）が広く行われている。CZ法では、ルツボの側面から加熱を行うために融液中に自然対流が発生する。また、高品質のシリコン単結晶を得るために、結晶の回転数やルツボの回転数を調整するので、シリコン融液内には強制対流も生じて複雑な流れとなる。かかる融液内対流の制御には、シリコンメルトに静磁場を印加する方法が有効であるといわれている（「磁場応用CZシリコン結晶成長とその特性」、集積回路シンポジウム、1980. 11参照）。

15

20

このような方法は、横磁場型のHMCZ法として広く知られ、メルト表面の縦（垂直）磁場成分については、これを0とするか、あるいは横（水平）磁場成分に対して非常に小さい比率（約0.025程度）として製造が行われてきた。これは、HMCZ法では上下の融液対流を抑制し、単結晶の育成を容易にすることが大きな目的であるからである。

25

ところで近年の高集積化された半導体素子の製造では、基板であるシリコンウエーハ中に混入された格子間酸素原子が様々な形で利用されて

おり、素子作製プロセスでの熱応力に耐えるための機械的強度の向上や、素子作製プロセスで過剰に混入した格子間酸素原子が析出して形成される微小欠陥（Bulk Micro Defect）による重金属不純物のゲッターリングサイトとしての利用等が挙げられる。従って、近年  
5 の高品質シリコン単結晶においては、格子間酸素濃度の制御やその均一性が重要となっている。

しかし、上記のようなHMCZ法による引上げ方法では、石英ルツボ内のシリコン融液対流が抑制されており、結晶製造は容易であるが、結晶品質として格子間酸素濃度の微小変動が生じ、単結晶の製品収率が低下する場合があった。すなわち、結晶の成長軸方向長さにおいて数百ミクロン～数ミリ程度で振幅が1ppma（JEIDA）程度の格子間酸素濃度の変動が生じ、この部分から作られるシリコンウエーハの面内方向の酸素濃度分布を著しく悪化させた。この部分は不良品となるので、シリコン単結晶の製造においては、収率低下となり、生産性が悪化し、  
15 コストアップにつながることになる。

HMCZ法の磁場分布については、例えば特開昭62-256788号公報には石英ルツボの底部または周方向の曲率と一致させるように、磁場分布を設定することが開示されているが、使用する加熱体の寿命を長くする効果が示されているのみであり、作製した単結晶の品質を改善  
20 することはできない。さらに特開平9-188590号公報にはHMCZ法によるシリコン単結晶の品質改善方法が開示されているが、必ずしも十分な効果を挙げることはできなかった。

#### 発明の開示

25 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、横磁場を印加するCZ法において、成長単結晶の成長軸方向の格子間酸素濃度の均一性が高いシリコン単結晶棒を高生産性、高歩留りで育成できるシリコン単結晶の製造方法と製造装置を提供することを主たる目的

とする。

上記課題を解決するため本発明の第1の態様は、石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げるに際し、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加しながら単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、ルツボ内のシリコン融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

このように、ルツボ内のシリコン融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うことによって、結晶成長中に生じる成長方向の酸素濃度の変動を抑制することができると共に、結晶の径方向面内の格子間酸素濃度の均一性を向上させることができる。

そしてこの場合、前記高温部、低温部のいずれか一方が常にシリコン融液表面の中心部に位置する状態で結晶成長するようにすることができる。

このようにすれば、結晶成長が容易であると共に、結晶成長固液界面に高温部あるいは低温部が位置することができ、この状態を長時間安定して保持出来るので、より一層結晶成長方向の格子間酸素濃度の変動を抑制することができ、格子間酸素濃度の均一性の高い単結晶の生産性と歩留りの向上を図ることができる。

さらにこの場合、前記融液表面の高温部、低温部の検出を放射温度計、熱電対またはCCDカメラで行うことができる。

このように融液表面の温度分布を放射温度計、熱電対またはCCDカメラで測定して高温部または低温部の位置と範囲を検出、確認するようになれば、高温部、低温部を容易に検出して常に融液表面の中心部に位置させることができ、温度分布の変動防止に有効であり、単結晶成長方向の格子間酸素濃度の均一性を向上させることができる。

そして、上記シリコン単結晶の製造方法において、前記放射温度計、熱電対またはCCDカメラによる融液表面の温度分布のモニタを、結晶成長中常時連続して行い、融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うことが望ましい。

次に、本発明は、上記シリコン単結晶の製造方法において、前記放射温度計、熱電対またはCCDカメラによる融液表面の温度分布のモニタを、予め結晶成長実験を行って、融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置する条件を求め、結晶成長操業に適用することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方を常に結晶成長の固液界面に位置させる条件としては、融液内部の温度分布、融液の対流方向・位置・速度、成長結晶回転速度、ルツボ回転速度、炉内温度分布、炉内雰囲気ガス流量・流速・吹き出し位置、横磁場強度・磁場中心位置、各炉の特性等の要因が複雑に絡み合っているため、予め結晶成長実験を行って要因を絞り込むことになる。そして実際の操業においては、その絞り込んだ要因に放射温度計、熱電対またはCCDカメラの検出結果をフィードバックして融液表面の温度分布の安定化を図り、これを結晶成長中保持することによって成長結晶中の格子間酸素濃度の変動を抑制することができる。

さらに、本発明は、前記の方法により製造されたシリコン単結晶であり、結晶中の成長方向格子間酸素濃度の均一性の極めて高いシリコン単結晶も提供する。

そして、本発明は、前記の方法により製造されたシリコン単結晶から得られるシリコン単結晶ウエーハであり、格子間酸素濃度の面内径方向分布の微少変動を著しく低減したシリコン単結晶ウエーハも提供する。

さらに本発明は、石英ルツボ内のシリコン融液から引上げる単結晶の結晶成長軸方向の長さ40mmの任意の区間において、格子間酸素濃度

## 5

の変動幅が0.5 ppm以下であることを特徴とする水平磁場型チョクラスキー法で製造されたシリコン単結晶であり、格子間酸素濃度の結晶成長軸方向の微少変動を著しく低減したシリコン単結晶も提供する。

- 5 さらに、上記課題を解決するため本発明の第2の態様は、石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げるに際し、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加しながら単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、石英ルツボ内のシリコン融液表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比が0.3以上0.5以下であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

- 10 このように、石英ルツボ内のシリコン融液表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比を0.3以上0.5以下とすれば、垂直磁場成分が増加して磁力線が上下方向に湾曲し、融液の対流を全体的に抑制すると共に、融液表面を水平に流れる対流を抑制することができるので、結晶成長軸方向の格子間酸素濃度の変動を抑えることが可能となり、高品質シリコン単結晶の生産性と歩留りの向上を図ることができる。

- 20 そしてこの場合、単結晶育成時のシリコン融液表面の磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比が前記範囲となるように、磁場発生装置および/または石英ルツボの位置を調整することで達成することができる。

- 25 このようにすれば、前記磁場強度比を0.3以上0.5以下の範囲内の所望の値に長時間安定して保持することができ、融液表面を水平に流れる対流を抑制することが可能となるので、結晶成長軸方向の格子間酸素濃度の変動を抑制することができる。

さらにこの場合、単結晶育成時のシリコン融液表面の磁場強度比が前記範囲となるように、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁場

強度調整部材を配置し、その位置を調整するようにしても良い。

例えば、磁場発生装置と単結晶育成装置（石英ルツボ）の位置関係が相互に制約を受けているため、磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比が前記の範囲から外れている場合でも、上記のように、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁場強度調整部材を配置し、その位置を調整することによって融液表面における磁場強度比を前記範囲内に納めることができ、成長結晶の格子間酸素濃度の均一性を向上させることができる。

そして、本発明は、石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げる単結晶育成装置に、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加する磁場発生装置を配備したシリコン単結晶の製造装置において、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁場強度比を調整するための部材を配置して成ることを特徴とするシリコン単結晶の製造装置も提供する。

このように、横磁場を印加する磁場発生装置を配備したシリコン単結晶の製造装置において、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁場強度調整部材を配置したシリコン単結晶製造装置を構成すれば、融液表面における横磁場強度の垂直成分／水平成分比を所望の数値に設定することが可能となり、融液表面を水平に流れる対流を抑制して、成長結晶軸方向の格子間酸素濃度のバラツキを抑えることができると共に、高品質シリコン単結晶を歩留りよく、生産性の向上とコストの改善を図ることができるシリコン単結晶製造装置となる。

本発明の横磁場印加チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法と製造装置によれば、成長結晶中の成長軸方向の格子間酸素濃度のバラツキを抑え、ウエーハの面内格子間酸素濃度の微小変動を著しく低減することができるので、高い収率で高品質シリコン単結晶を工業的に安価に製造することができる。

## 図面の簡単な説明

図 1 は、本発明の第 1 の態様に係る H M C Z 法シリコン単結晶製造装置の一例を示す概略説明図である。

図 2 は、H M C Z 法によるシリコン融液の対流の様子の一例を示した  
5 説明図である。

図 3 は、シリコン単結晶中の成長軸方向の格子間酸素濃度の変動を示した図である（結晶の周辺から 1 0 m m 入った位置の測定値）。

（ a ）メルトの低温部上で成長し、時々、低温部が結晶下から外側にずれた場合、

10 （ b ）メルトの低温部上でのみ成長した場合、

（ c ）メルトの高温部上で成長し、時々、低温部が結晶下を通過した場合、

（ d ）メルトの高温部上でのみ成長した場合。

図 4 は、テスト 1 におけるシリコン単結晶中の成長軸方向の格子間酸素濃度の変動を示した図である（結晶の周辺から 1 0 m m 入った位置の  
15 測定値）。

（ a ）単結晶棒の肩部から 1 0 c m 内側寄りよりの直胴部、

（ b ）単結晶棒の直胴部中央 [図 3 （ b ）と同じ]、

（ c ）単結晶棒のテール部から 5 c m 内側の直胴部。

20 図 5 は、H M C Z 法シリコン単結晶製造装置における水平面磁場強度分布図である。

図 6 は、本発明の第 2 の態様に係る H M C Z 法シリコン単結晶製造装置の一例を示す概略説明図である。

図 7 は、横磁場強度の垂直磁場成分 / 水平磁場成分比が 0 . 4 0 の条件下で製造したシリコン単結晶の成長軸方向の格子間酸素濃度のバラツキを示した図である。  
25

図 8 は、横磁場強度の垂直磁場成分 / 水平磁場成分比が 0 . 2 6 の条件下で製造したシリコン単結晶の成長軸方向の格子間酸素濃度のバラツ

キを示した図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定され  
5 るものではない。

本発明者らは、横磁場を印加するCZ法によるシリコン単結晶の成長  
に際し、従来のHMCZ法で上げた場合に単結晶成長軸方向の格子間  
酸素濃度の均一性が十分でない場合があり、その原因を調査、究明した  
所、融液表面に発生する高温部または低温部が深く関係していること  
10 を見出し、また、シリコン融液（以下、メルトまたは湯ということがある）  
表面を水平に流れる対流を抑制すれば改善できることも見出し、メルト  
表面の高温部または低温部、あるいはメルト表面の対流に関して詳細  
に条件を見極めて本発明を完成させた。

先ず、本発明の第1の態様に関して、HMCZ法における融液の温度  
15 分布を測定し、対流を観察した。

本発明者等の調査、実験によると、融液表面温度の測定と、表面对流  
の観察から、HMCZ法においては、融液表面にある特定の温度分布が  
生じることが判った。また、その温度分布に対応するようなメルト対流  
も観察された。その様子は、例えば図2に示したように、石英ルツボ4  
20 のほぼ対向するルツボの周辺の2箇所で上昇流が生じ、ルツボの中心線  
付近に向かって融液3が流れ込むというものである。この際、融液表面  
における上昇流の部分が高温部となり、融液の流れ込む部分が低温部と  
なる。

上昇流の生じる場所は、図1および図5に示した磁場強度分布に見ら  
25 れるように、ルツボ周辺部の内で、電磁石コイル2a、2bから最も離  
れた部分である場合が多く、電磁石コイルから離れた位置では磁場強度  
が弱くなり、対流抑制効果が減少し、そのため図2に示したような位置  
で生じる上昇流が、上記のような特徴的なメルト対流の要因であると推

定している。

このようなメルトの対流と結晶中の格子間酸素濃度の関係について、発明者等が実験、調査した結果、低温部であるメルトの流れ込み部分から結晶成長を行うと、結晶中の格子間酸素濃度が上昇することが判った。  
5 この原因は未確定であるが、温度が低い程、メルト中への酸素の固溶度が増す、あるいは、温度が高い程、メルトからの酸素の蒸発が多くなるといったことが原因として推定される。

問題はこの温度分布が常に一定しているわけではなく、結晶の引上げ条件の変化によって、低温部の流れ込みの位置が変化することにある。

10 例えば、1本の結晶成長中であっても、メルトの量が変化したり、メルトに対する加熱分布が変化したり、磁場との相対位置が変化したりすることによって、その温度分布が変化する。そこで、例えば、それまで高温部で結晶を成長していたところに、低温部が結晶下を通過するようなことがあると、そこで結晶中に取り込まれる格子間酸素濃度がその部分だけ上昇し、酸素濃度変動の問題が生じる  
15 ことになる。このようなHMCZ法のメルトにおける温度分布の偏りは、HMCZ法の宿命ともいえる問題であり、これを無くすことは非常に難しいと考えられる。

しかし本発明者等は、逆にこの温度分布の偏りを利用してこれを安定して維持できるならば、酸素濃度の変動を抑制できるのではないかと発  
20 想し、調査、実験を重ねた結果、本発明の第1の態様により結晶成長を行うこと、すなわち、HMCZ法におけるメルト表面に生じる温度分布の高温部と低温部の内、高温部または低温部のいずれか一方が常に成長する結晶の下に位置する様な状態で結晶成長を行うことで、成長中に生じる格子間酸素濃度のバラツキを抑制することが可能であることが判っ  
25 てきた。残る問題は、いかにメルトの温度分布、言い換えれば、対流のパターンをある一定の範囲内に維持するかということである。

この場合、融液表面の高温部、低温部の検出を放射温度計、熱電対またはCCDカメラで行うのが極めて有効であり、結晶成長中常時連続し

て融液表面の温度分布のモニタを行うことが望ましい。ここで、CCDカメラによる温度の検出とは、融液表面から発射される放射エネルギーの二次元分布を撮影し、信号電荷を温度に変換して融液表面の二次元温度分布を得るというものである。

- 5       そして、予め結晶成長実験を行って、融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置する条件を求め、結晶成長操業に適用することになる。

- 10       融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方を常に結晶成長の固液界面に位置させる条件としては、融液内部の温度分布、融液の対流方向・位置・速度、成長結晶回転速度、ルツボ回転速度、炉内温度分布、炉内雰囲気ガス流量・流速・吹き出し位置、横磁場強度・磁場中心位置、各炉の特性等の要因が複雑に絡み合っているため、予め結晶成長実験を行って要因を絞り込むことになる。そして実際の結晶成長操業においては、その絞り込んだ要因を制御しつつ結晶を引上げればよいが、この場合、放射温度計、熱電対またはCCDカメラの検出結果をフィードバックして融液表面の温度分布の安定化を図り、これを結晶成長中保持することによって成長結晶中の格子間酸素濃度の変動を抑制するようにするのが好ましい。

- 20       これらの要因の内、具体的に絞り込んだ例として、融液表面の低温部を成長する結晶の下に常に位置するようにするためには、炉内の温度分布や、雰囲気ガス（アルゴン）流れの成長結晶軸対称性のよい状態において、ルツボの回転速度をある範囲内に維持することで可能となることが判ってきた。このルツボの回転速度は、結晶の成長条件によって異なるので、経験的に求める必要がある。ルツボの回転速度が速くなると、その回転によって、融液表面の温度分布がルツボの回転方向に回転し、あるところで、また元の位置に戻るような振動現象を繰り返すので、温度分布が周期的に乱れて良くない。ルツボ回転速度が遅い場合には、低温部がルツボの中心線上付近にあっても、平行移動し易く良くない。こ

の平行移動の原因はよくわからないが、炉内の環境のわずかな非軸対称性を反映するのではないかと思われる。

さらには、ルツボ壁部分での上昇流が強いほど、中心に安定した流れ込み部が出来る傾向があるので、磁場成分の湾曲を大きくして、コイルと直交する側の磁場強度を弱くすることでも温度分布の安定化に効果がある。この値についても、加熱分布や、炉内の構造による温度分布や、メルト深さに対する磁場中心の位置によって変化するので、経験的に求める必要がある。

他に、磁場強度を非常に強くすることも考えられるが、装置のコストが嵩む、漏洩磁場の問題などがあり、工業的には適さない。

逆に、高温部を成長結晶下に常に位置するようにするには、炉内の温度分布や、雰囲気ガス流れを非軸対称にすることで、ルツボ壁での上昇流の強さに差異が生じ、結果的に流れ込みの場所を、電磁石コイルの中心軸から偏らせることが出来る。具体的に、炉内温度分布を変更するには、融液面上に配置する断熱筒等の配置に偏りを設けたり、雰囲気ガスの整流筒の配置に偏りを設けてガスの流れを非軸対称にしたりするのが比較的容易な方法である。

本発明の第2の態様は、石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げるに際し、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加しながら単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、石英ルツボ内のシリコン融液表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比を0.3以上0.5以下の範囲内に設定し、これを保持してシリコン単結晶の育成を行う製造方法である。

このように、石英ルツボ内のシリコン融液表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比（垂直磁場成分／水平磁場成分）が0.3以上0.5以下になるように垂直磁場成分を増やせば、水平方向磁力線がルツボの前後で上下垂直方向に湾曲して、融液の対流を全体的に抑制すると共に、融液表面での結晶中心における水平に流れ

る対流を抑制することができる。従って、結晶成長軸方向の格子間酸素濃度の変動を低減することができ、結晶の径方向面内の格子間酸素濃度のバラツキを抑えて均一性を向上させることができる。

この場合、この比が0.5を超えると、育成したシリコン単結晶から  
5 切り出したシリコンウエーハの径方向面内格子間酸素濃度のバラツキが大きくなる傾向があり、歩留りが低下し易いので、0.5以下に制御するのがよい。一方、有効に水平方向の対流を抑制するには、0.3以上とするようにする。

シリコン融液表面における磁場強度比を前記0.3以上0.5以下と  
10 するには、磁場発生装置および／または石英ルツボの位置を調整すればよい。この場合、ルツボを動かしても磁場発生装置を動かしてもよい。

次に、単結晶育成装置と磁場発生装置との位置関係において、相互の制約のために、上記磁場強度分布（垂直成分／水平成分＝0.3～0.5）が達成できない場合には、単結晶育成装置または磁場発生装置の周  
15 辺に磁場強度調整部材、すなわち、強磁性体または常磁性体であるところの透磁率の高い部材を取り付けることによって、優先的に磁性体内に磁束が集まるので、磁界の磁場分布を変更することになり、所定の磁場強度分布を得ることが可能であり、高品質なシリコン単結晶を製造することができる。

具体的には、例えば、直径24インチ（600mm）の石英ルツボを用いて直径200mmのシリコン単結晶を育成する場合に、鉄製の直径100cm、幅5cm、厚さ0.4cmの磁場強度調整部材を単結晶育成装置の周囲に配置することにより、単結晶育成装置内のシリコンメル  
20 ト表面の磁場強度成分比を格子間酸素濃度のバラツキの大きい0.26から品質改善効果が十分見られる0.4にすることができた。従って、  
25 単結晶育成装置と磁場発生装置との干渉等により前記の磁場強度成分比の範囲を選択できない場合においても、この磁場強度調整部材を磁場発生装置の外側もしくは内側に適宜配置する方法により容易に磁場分布を

変更することができる。

次に、本発明で使用する横磁場を印加するCZ法によるシリコン単結晶製造装置の構成例を図1及び図6により説明する。なお、図1は本発明の第1の態様に係る単結晶製造装置の構成例であり、図6は本発明の第2の態様に係る単結晶製造装置の構成例であるが、単結晶製造装置としての基本的な構成に関しては両装置に共通している。

上記基本的な構成に関しては、図1に示すように、このシリコン単結晶製造装置は、単結晶育成装置としてチャンバー1と、チャンバー1中に設けられた石英ルツボ4と、石英ルツボ4の周囲に配置された黒鉛抵抗加熱ヒータ7と、石英ルツボ4を回転させるルツボ回転軸13及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種結晶14を保持する種保持具15と、種保持具を引上げるワイヤー16と、ワイヤーを回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。石英ルツボ4はシリコン融液（湯）3を収容し、その外側には黒鉛サセプター（ルツボ）5が設けられている。また、加熱ヒータ7の外側周囲には断熱材8が配置されている。そして、単結晶育成装置のチャンバー1の水平方向の外側に、磁場発生装置として横磁場用電磁石2a、2bをルツボ回転軸13に対して左右対称に設置し、磁場装置制御盤9により磁場強度を制御している。ここで発生する磁力線10は水平磁場成分11と垂直磁場成分12から成っている。

加えて本発明の第1の態様において、ルツボ内のシリコン融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うための付加装置の例としては、図1に示すように、炉内温度分布を調整するために成長結晶周りに配置する断熱筒17、炉内雰囲気ガスの結晶表面への当たり方を調整するために成長結晶周りに配置する雰囲気ガス整流筒18等が挙げられる。

次に、本発明の第1の態様に係る上記図1の横磁場を印加するCZ法の単結晶引上げ装置による単結晶育成方法について説明する。

まず、電磁石 2 a、2 b の磁場中心位置を不図示の電磁石昇降機構により所定の位置に設定する。次に、石英ルツボ 4 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1 4 2 0 ° C）以上に加熱して融解する。そして、横磁場を印加し、ワイヤー 1 6 を繰り出すことにより融液 3 の表面略

5 中心部に種結晶 1 4 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ回転軸 1 3 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤー 1 6 を回転させながら巻き取り種結晶 1 4 を引上げることにより、シリコン単結晶 6 の育成が開始される。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を得ることができる。

10 一方、本発明の第 2 の態様において、所望の磁場成分比とするために使用される単結晶製造装置の例としては、図 6 に示されるように、単結晶育成時のシリコン融液表面の磁場強度比が所定の範囲に収まるように、磁場発生装置（横磁場用電磁石 2 a、2 b）と石英ルツボ 4 には、両者の相対的な位置関係を調整する必要があるので、両者に不図示の昇降

15 手段を備えている。

また、磁場強度比調整用として磁場発生装置（横磁場用電磁石 2 a、2 b）または単結晶育成装置の周辺に配置した磁場強度調整部材 1 9 a、1 9 b も、その配置する位置を調整可能なように構成されている。

次に、本発明の第 2 の態様に係る上記図 6 の横磁場を印加する C Z 法の

20 のシリコン単結晶製造装置による単結晶育成方法について説明する。

まず、石英ルツボ 4 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1 4 2 0 ° C）以上に加熱して融解する。次に、この融液表面における磁場強度比が所定の値になるように電磁石 2 a、2 b および／または石英ルツボ 4 の位置を不図示の磁場発生装置昇降手段、ルツボの昇降手段により

25 調整する。

そして、横磁場を印加し、ワイヤー 1 6 を繰り出すことにより融液 3 の表面略中心部に種結晶 1 4 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ回転軸 1 3 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤー 1 6 を回

転させながら巻き取り種結晶 14 を引上げることにより、シリコン単結晶 6 の育成が開始される。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を得ることができる。

5 以上のように、上記で説明した本発明の第 1 の態様または第 2 の態様に係る製造方法と製造装置によって製造されたシリコン単結晶において、本発明の横磁場を印加する C Z 法の適切な条件下に成長させれば、成長結晶中の軸方向の格子間酸素濃度の変動は著しく小さく、ウエーハの径方向面内格子間酸素濃度の均一性は極めて高いものとなると共に、シリコン単結晶の生産性と歩留りの向上を図り、コストを大きく改善する  
10 ことができる。

以下、実施例等を示して本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

まず、第 1 の態様に関して温度分布改善要因の例を挙げてその効果を  
15 確認した。

(テスト 1)

図 1 に示した H M C Z 法によるシリコン単結晶製造装置を用いて、直径 24 インチサイズの石英ルツボに多結晶シリコンを 150 kg 投入し、該多結晶シリコンを抵抗加熱の黒鉛ヒーターにより溶解した。磁場装  
20 置制御盤の出力を調整して石英ルツボ内に形成されたシリコンメルトにほぼ水平方向に磁場を 4000 Gauss 印加し、該シリコンメルトに面方位 { 100 } を有する種結晶を浸漬させ、種絞り工程を経て直径 200 mm のシリコン単結晶を育成した。この時、シリコンメルト表面の温度分布が、結晶成長全長にわたって、低温部がほぼ中心に固定される  
25 ように、ルツボ回転速度を 1.0 rpm とし、成長結晶の周囲に雰囲気ガス（アルゴンガス）の整流筒を設け、結晶周囲に均一にガスが当たるようにした。また、融液表面の温度分布のモニタは放射温度計、熱電対または CCD カメラで連続して行った。

以上の条件で引き上げた単結晶棒において、結晶中に取り込まれた格子間酸素濃度の均一性評価を行った。引き上げたシリコン単結晶を結晶の中心部から成長軸に平行な〔001〕面を有する厚さ2mmのウェーハを切り出し、両面を研磨して、 $\mu$ -FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) にて格子間酸素濃度を300 $\mu$ m間隔で結晶直胴部中央で長さ40mmにわたって測定した。測定のスポット径は、成長方向×直径方向：100 $\mu$ m×200 $\mu$ m=0.02mm<sup>2</sup>である。結晶の外周から径方向に10mm入った位置で成長方向に行った。周辺を測る理由は、メルトの酸素濃度の変化に対して、感度が高いからである。

格子間酸素濃度の測定結果を図3(b)に示す。

図3(b)から、雰囲気ガスの結晶への当たり方が均一で、ルツボ回転を1.0rpm程度まで上昇させると、融液表面の低温部は安定してメルトの中心付近に存在しており、格子間酸素濃度の変動は著しく小さくなっていることが判る。図4は、単結晶棒の(a)は肩部から10cm内側寄りの直胴部、(b)は直胴部中央〔図3(b)に同じ〕、(c)はテール部から5cm内側の直胴部、における測定結果を示した。図4から結晶全長にわたって格子間酸素濃度の均一性が改善されたことが判る。

20

(テスト2)

上記テスト1の結晶成長条件の内、ルツボの回転速度を0.3rpmとした以外はテスト1と同条件で結晶を引上げた。

その結果を図3(a)に示す。

25

図3(a)に示したように、雰囲気ガスの結晶表面への当たり方が均一でも、ルツボ回転が低速の場合には、ときどき酸素濃度の低い部分が生じ、大きくバラツキているのが判る。これは、通常は低温部が中心に存在していて、それが周期的に結晶の下から外側に向かって移動し、ま

た元に戻るといふメルトの動きが生じるためと考えられる。

(テスト3)

上記テスト1の結晶成長条件の内、雰囲気ガス整流筒のガスの吹き出し側の一部に切り欠きを設けた以外はテスト1と同条件で結晶を上げた。

その結果を図3の(d)に示す。この場合は、雰囲気ガスの結晶への当たり方が不均一で、炉内温度分布に偏りが生じるが、結晶下に高温部が発生し、ルツボ回転を1.0rpm程度まで上昇させると、高温部は安定してメルトの中心付近に存在することになり、格子間酸素濃度の変動は極めて小さくなった。

(テスト4)

上記テスト1の結晶成長条件の内、ルツボの回転速度を0.3rpmとし、雰囲気ガス整流筒のガスの吹き出し側の一部に切り欠きを設けた以外はテスト1と同条件で結晶を上げた。

その結果を図3(c)に示す。図3(c)では、テスト2(図3(a))とは逆に、時々酸素濃度の高い部分が生じた。これは、雰囲気ガスの流れを非軸対称にしたことによって、メルト表面の温度分布に偏りが生じ、通常は高温部が中心に存在し、低温部は中心からずれてルツボ周辺に存在するが、この低温部が時々メルト中央に向かって移動して結晶の下を通過し、また元に戻るといふメルトの動きが生じるためと考えられる。

以上のように、上記で説明した製造方法と装置によって製造されたシリコン単結晶において、本発明の横磁場を印加するCZ法の適切な条件下に成長させれば、ルツボ内の融液表面における高温部と低温部の内、いずれか一方が常に成長結晶の固液界面に位置するようにし、融液表面の中心部に位置する状態で結晶成長を行うと、成長結晶中の軸方向の格

子間酸素濃度のバラツキは著しく小さく、ウエーハの面内酸素濃度の均一性は極めて高いものとなると共に、シリコン単結晶の生産性と歩留りの向上を図ることができる。

また、従来のHMCZ法では、石英ルツボ内のシリコン融液対流が抑制されてはいたが、時々対流に変動が生じ、それにより結晶成長方向において格子間酸素濃度の微小変動が存在していた。この結晶部分から作られるシリコンウエーハは、面内酸素濃度分布が著しく悪化し、製品歩留りが低下していた。そこで、面内の酸素濃度分布が良好なシリコンウエーハを得るためには、結晶成長界面での酸素濃度を均一とすれば、成長界面の高さは約20～30mmであり、結晶成長方向において、任意の40mm区間での酸素濃度の微小変動が0.5ppma以下で製造された結晶であればよい。

次に、本発明の第2の態様に係る垂直磁場成分と水平磁場成分の比に関して以下の実施例等を行った。

(実施例1)

図1に示したHMCZ法によるシリコン単結晶製造装置を用いて直径24インチ(600mm)サイズの石英ルツボに多結晶シリコンを150kg投入し、該多結晶シリコンを抵抗加熱の黒鉛ヒーターにより溶解した。磁場装置制御盤の出力を調整して石英ルツボ内に形成されたシリコンメルトにほぼ水平方向に磁場を4000Gauss印加し、該シリコンメルトに面方位{100}を有する種結晶を浸漬させ、種絞り工程を経て直径200mmのシリコン単結晶を育成した。

この時のシリコンメルト表面での結晶中心における垂直磁場成分/水平磁場成分の磁場強度比は、0.26であった。さらにこの比を0.34、0.40、0.44、0.52と計5水準の条件で5本のシリコン単結晶を製造した。

以上の条件で引き上げた単結晶棒において、結晶中に取り込まれた格

子間酸素濃度（ppma、JEIDA：日本電子工業振興協会規格）の均一性評価を行った。引き上げたシリコン単結晶を結晶の中心部から成長軸に平行な（001）面を有する厚さ2mmのウェーハを切り出し、その両面を化学研磨して、両面ポリッシュウェーハを作製し、 $\mu$ -FTIR（Fourier Transform Infrared Spectroscopy）にて格子間酸素濃度を300 $\mu$ m間隔で全長45mmにわたって測定した。測定スポットは100 $\mu$ m $\times$ 200 $\mu$ m（成長方向 $\times$ 直径方向）で行った。

この測定結果の例を図7と図8に示す。

10 図7には、磁場強度比（垂直磁場成分／水平磁場成分）が0.40の場合、図8には0.26で育成したシリコン単結晶棒の成長軸方向の格子間酸素濃度プロファイルを結晶肩部からの距離（cm）別にそれぞれ示した。

15 図7、図8から明らかなように、磁場強度比が0.26の条件では格子間酸素濃度のバラツキが大きいが（図8）、0.40では格子間酸素濃度の標準偏差が0.16ppmaと小さく、極めて良好な値である（図7）。

20 表1には、格子間酸素濃度の安定度の指標として前記5条件で製造した結晶の定径部の結晶肩側より採取したサンプルの格子間酸素濃度の測定結果から得られたデータの標準偏差を示した。標準偏差の値が小さい程、成長軸方向の格子間酸素濃度のバラツキが小さく、高品質な結晶であることを示している。表1から判るように、磁場強度比が0.3～0.5の範囲内で標準偏差が小さく、本発明の有効性が明白である。

25 （表1）

磁場強度成分比（垂直／水平）	0.26	0.34	0.40	0.44	0.52
酸素濃度標準偏差（ppma） :JEIDA	0.40	0.18	0.16	0.16	0.58

(実施例 2)

次に、格子間酸素濃度のバラツキが大きかった実施例 1 の磁場強度比が融液表面で 0.26 になるように磁場発生装置と単結晶育成装置の位置関係をセットした単結晶育成装置の周囲に、鉄製の直径 100 cm、幅 5 cm、厚さ 0.4 cm のリング状部材を配置することにより、石英ルツボ内のシリコンメルト表面の磁場強度比を 0.4 にすることができた。

この磁場強度調整部材を配置した製造装置を使用して磁場強度比を 0.4 とした以外は実施例 1 と同条件で単結晶を育成した。単結晶棒の結晶成長軸方向格子間酸素濃度を測定した結果、図 7 とほぼ同様の小さいバラツキであった。

従って、単結晶育成装置と磁場発生装置との干渉等により前記の磁場強度比の範囲を選択できない場合においても、この磁場強度調整部材を配置する方法により容易に磁場分布を変更することができ、所望の磁場強度比に設定して高品質なシリコン単結晶を製造することが可能となる。

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。

例えば、上記実施形態においては、本発明の第 1 の態様に係る方法につき、ルツボ内のシリコン融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に融液表面の中心に来るようにして結晶成長させたが、偏心した軸上で成長させても良い。また、雰囲気ガスの結晶表面への当たり方を調整するのに、切り欠きを設けた雰囲気ガス整流筒を用いたが、該整流筒を偏心させてもよく、十分効果を挙げることができる。

また、育成する単結晶の大きさに関しては、例えば、上記実施形態に

においては、直径 200 mm (8 インチ) のシリコン単結晶を育成する場合につき、例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、直径にかかわらず、例えば、直径 10 インチ、直径 16 インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。

## 請 求 の 範 囲

1. 石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げるに際し、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加しながら単結晶棒
- 5 を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、ルツボ内のシリコン融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
- 10 2. 前記高温部、低温部のいずれか一方が常にシリコン融液表面の中心部に位置する状態で結晶成長することを特徴とする請求項1に記載したシリコン単結晶の製造方法。
3. 前記融液表面の高温部、低温部の検出を、放射温度計、熱電対または
- 15 はCCDカメラで行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶の製造方法。
4. 請求項3のシリコン単結晶の製造方法において、前記放射温度計、熱電対またはCCDカメラによる融液表面の温度分布のモニタを、結晶
- 20 成長中常時連続して行い、融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置するようにして結晶成長を行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
5. 請求項3のシリコン単結晶の製造方法において、前記放射温度計、
- 25 熱電対またはCCDカメラによる融液表面の温度分布のモニタを、予め結晶成長実験を行って、融液表面に発生する高温部と低温部の内、いずれか一方が常に結晶成長の固液界面に位置する条件を求め、結晶成長操

業に適用することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

6. 請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項に記載の方法により製造されたことを特徴とするシリコン単結晶。

5

7. 請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項に記載の方法により製造されたシリコン単結晶から得られることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。

10 8. 石英ルツボ内のシリコン融液から引上げる単結晶の結晶成長軸方向の長さ 40 mm の任意の区間において、格子間酸素濃度の変動幅が 0.5 ppm 以下であることを特徴とする水平磁場型チョクラルスキー法で製造されたシリコン単結晶。

15 9. 石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げるに際し、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加しながら単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法において、石英ルツボ内のシリコン融液表面での結晶中心における磁場強度の垂直磁場成分と水平磁場成分の比が 0.3 以上 0.5 以下であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

25

10. 単結晶育成時のシリコン融液表面の磁場強度比が請求項 9 に記載した範囲となるように、磁場発生装置および/または石英ルツボの位置を調整することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

11. 単結晶育成時のシリコン融液表面の磁場強度比が請求項 9 に記載した範囲となるように、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁

場強度調整部材を配置し、その位置を調整することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

- 1 2 . 石英ルツボ内のシリコン融液から単結晶を引上げる単結晶育成装置に、該石英ルツボ内の融液に結晶成長軸と垂直方向の磁場を印加する磁場発生装置を配備したシリコン単結晶の製造装置において、磁場発生装置または単結晶育成装置の周辺に磁場強度比を調整するための磁場強度調整部材を配置して成ることを特徴とするシリコン単結晶の製造装置。

図 1

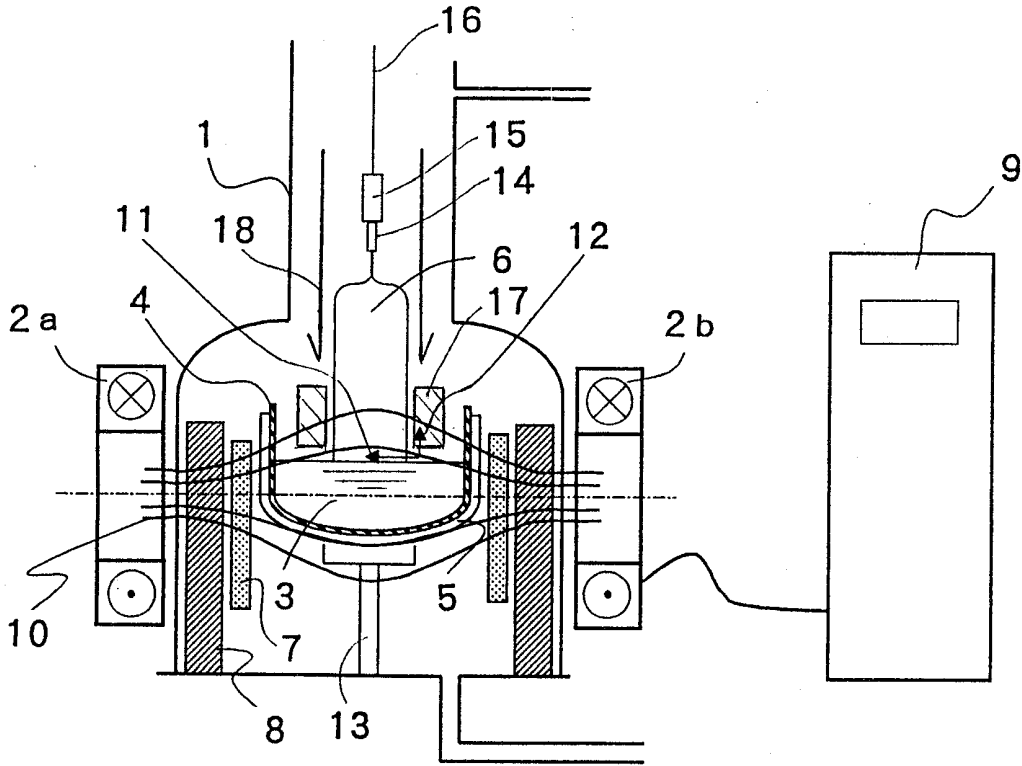


図 2

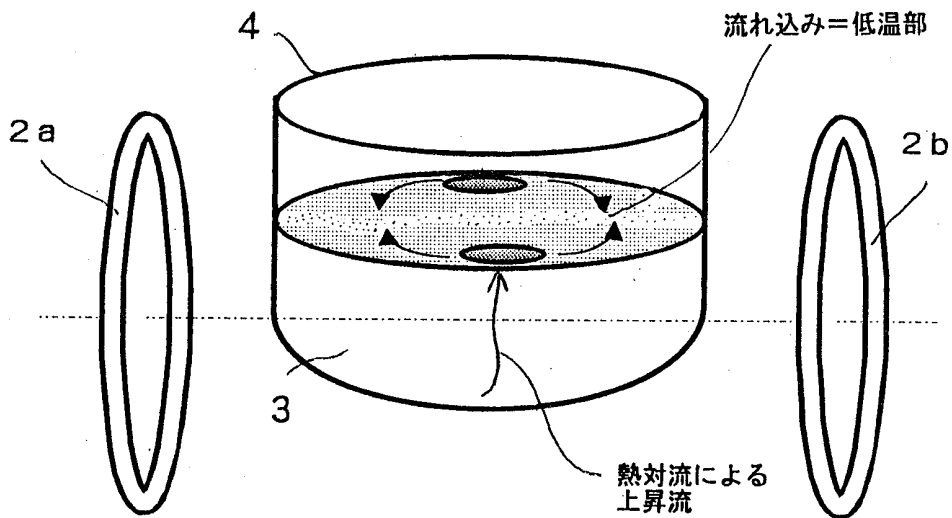


図 3

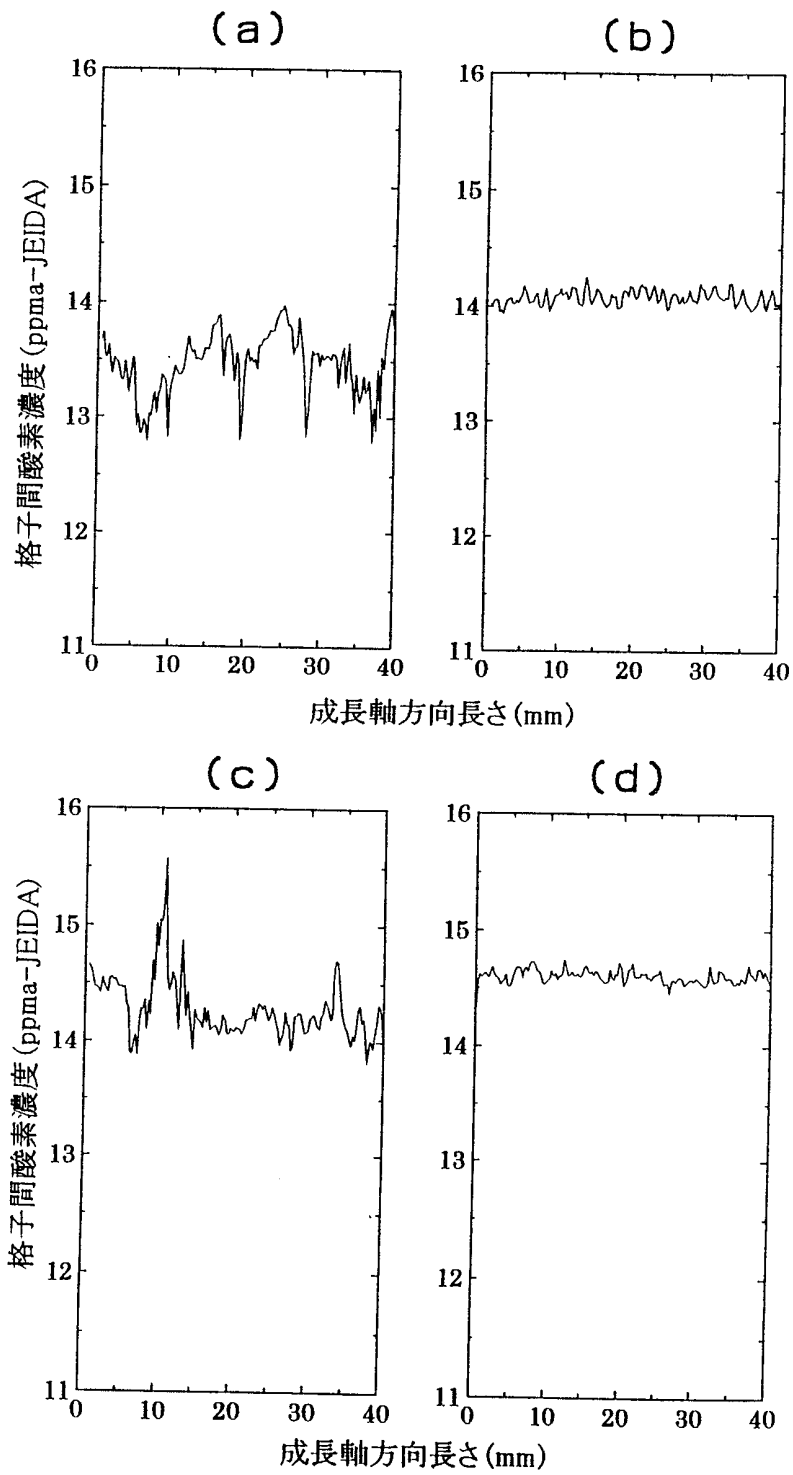


図 4

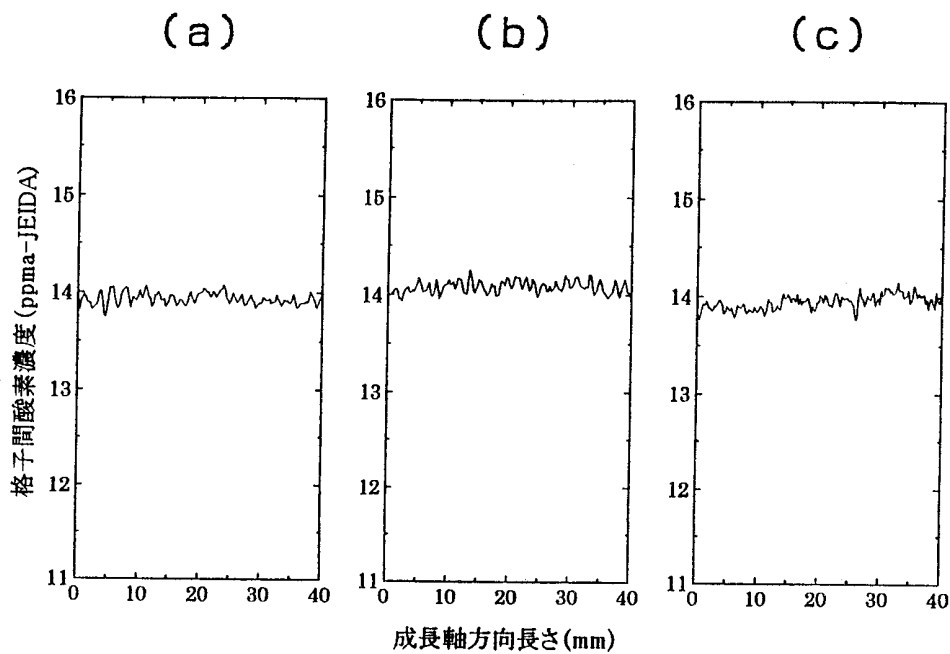
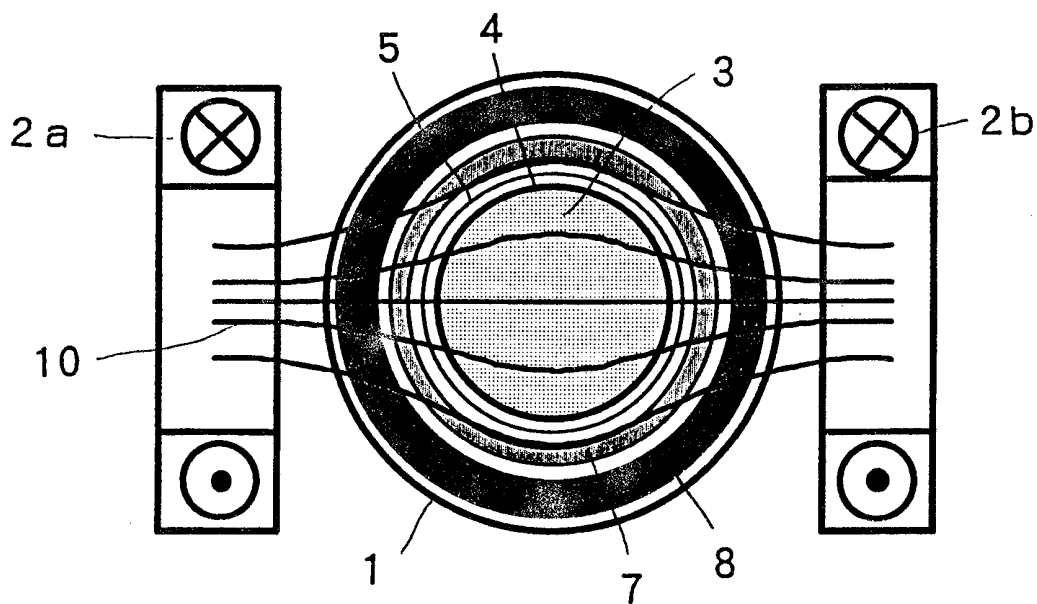


図 5



4 / 5

図 6

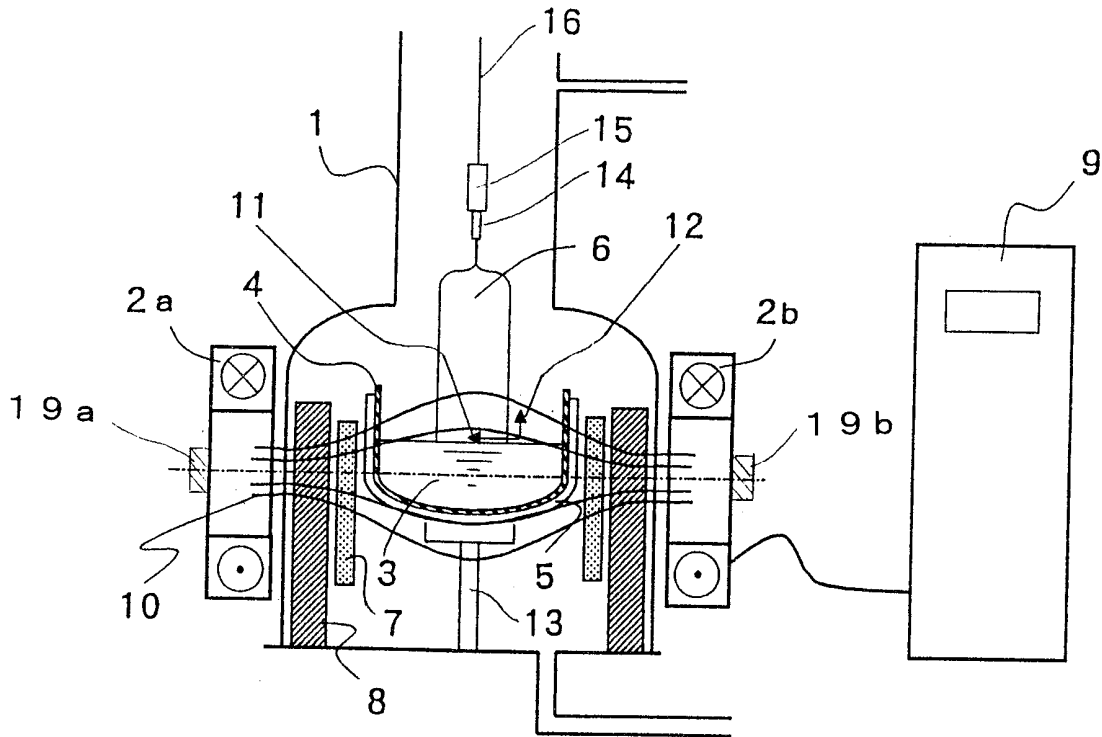


図 7

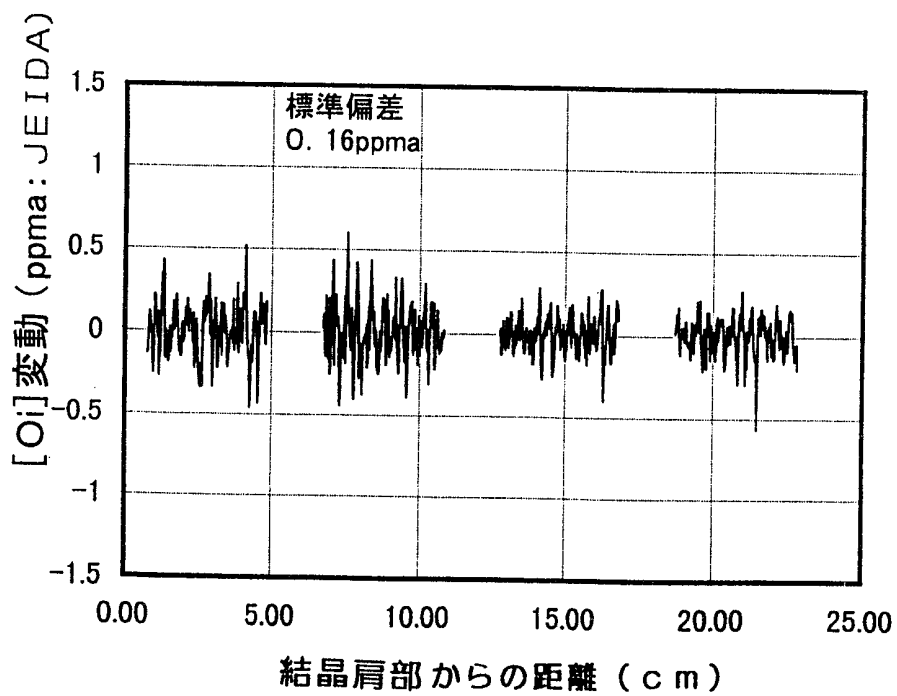
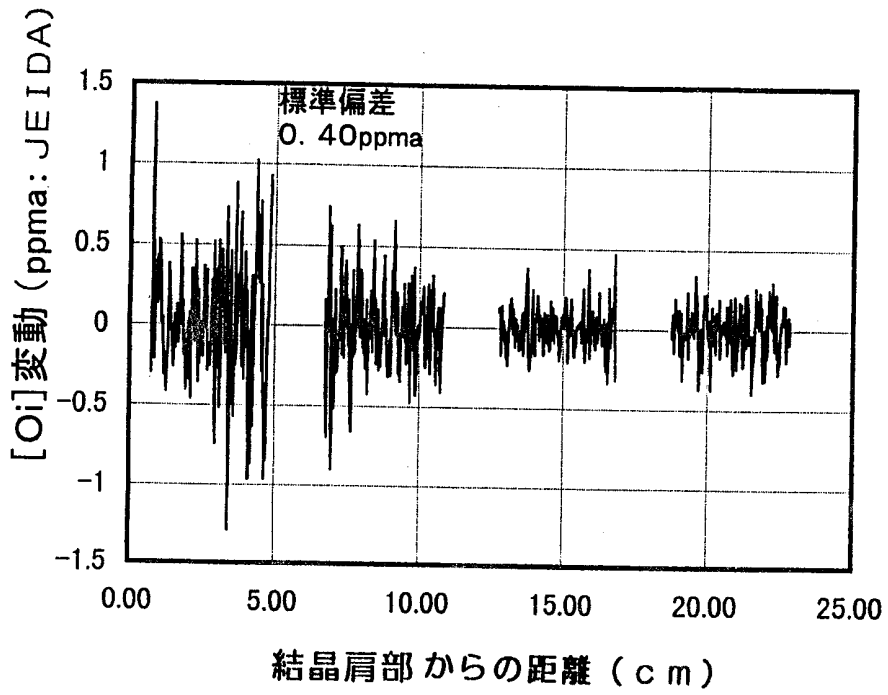


図 8



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP00/01337

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B15/00, 29/06, 30/04

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)  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

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

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	EP, 781876, A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO. LTD.), 02 July, 1997 (02.07.97), Fig.3 & JP, 09-188590, A	8 1-7,9-12
X A	JP, 09-183692, A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 15 July, 1997 (15.07.97), Fig. 4 (Family: none)	8 1-7,9-12

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 document 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  
02 May, 2000 (02.05.00)


Date of mailing of the international search report  
16 May, 2000 (16.05.00)

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. <sup>7</sup> C30B15/00, 29/06, 30/04		
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. <sup>7</sup> C30B1/00-35/00		
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 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2000年 日本国登録実用新案公報 1994-2000年 日本国実用新案登録公報 1996-2000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) CAS ONLINE		
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
X A	EP, 781876, A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO. LTD.), 2.7月. 1997 (02.07.97), Fig. 3 & JP, 09-188590, A	8 1-7, 9-12
X A	JP, 09-183692, A (信越半導体株式会社), 15.7月. 1997 (15.07.97), 図4 (ファミリーなし)	8 1-7, 9-12
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> 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 02.05.00	国際調査報告の発送日 16.05.00	
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) 五十 棲 毅	4G 9440 
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		