(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2025-518243
(P2025-518243A)
(43)公表日　令和7年6月12日(2025.6.12)

(51)国際特許分類			FI			テーマコード（参考）
Ｃ３０Ｂ	*29/06*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	29/06	５０２Ｂ	４Ｇ０７７
Ｃ３０Ｂ	*15/10*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	15/10		

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全22頁）

(21)出願番号　特願2024-570799(P2024-570799)
(86)(22)出願日　令和5年5月30日(2023.5.30)
(85)翻訳文提出日　令和7年1月28日(2025.1.28)
(86)国際出願番号　PCT/US2023/023812
(87)国際公開番号　WO2023/235285
(87)国際公開日　令和5年12月7日(2023.12.7)
(31)優先権主張番号　63/347,897
(32)優先日　令和4年6月1日(2022.6.1)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(81)指定国・地域　AP(BW,CV,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV
最終頁に続く

(71)出願人　518112516
グローバルウェーハズ カンパニー リミテッド
ＧｌｏｂａｌＷａｆｅｒｓ Ｃｏ．，Ｌｔｄ．
台湾 ３００７５ シンチュ シンチュ サイエンス パーク インダストリー イー．ロード セカンド ナンバー８
(74)代理人　100145403
弁理士　山尾 憲人
(74)代理人　100184343
弁理士　川崎 茂雄
(72)発明者　フィリップス，リチャード ジェイ
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピーターズ、パール・ドライブ５
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　炭素汚染を低減した単結晶シリコンインゴットの形成方法およびそのような方法で使用するサセプタ

(57)【要約】
結晶成長プロセス中に石英るつぼを支持するための黒鉛サセプタは、内面を有する本体と、内面に堆積されたコーティングとを含む。本体の内面はキャビティを画定し、キャビティはるつぼの外部サイズおよび形状と相補的なサイズおよび形状を有する。コーティングには窒化ホウ素と焼結助剤とが含まれている。焼結助剤は、窒化ホウ素の緻密化を促進するように構成されている。

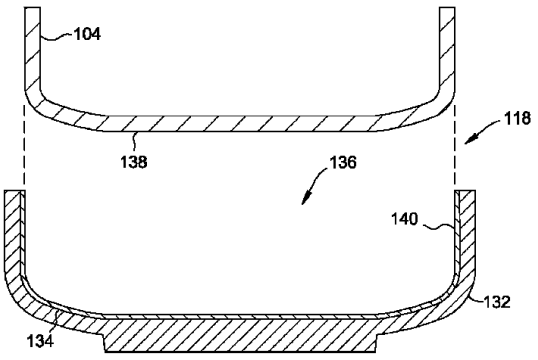

FIG. 2

【特許請求の範囲】
【請求項１】
シリコン融液から単結晶シリコンインゴットを製造する方法であって、
キャビティを画定する内面を有する黒鉛サセプタを提供すること、
前記サセプタの前記内面にコーティングを堆積させること、ここで、前記コーティングは窒化ホウ素と焼結助剤とを含んでおり、前記焼結助剤は前記窒化ホウ素の緻密化を促進し、
石英るつぼを前記サセプタの前記キャビティ内に配置すること、ここで、前記るつぼは前記コーティングに接触する外面を有し、
前記るつぼに多結晶シリコンを加えること、
前記多結晶シリコンを加熱して、前記るつぼ内にシリコン融液を形成させること、および
前記シリコン融液から単結晶シリコンインゴットを引き上げること
を含む、方法。
【請求項２】
前記コーティングを堆積させることは、前記窒化ホウ素と前記焼結助剤とを前記サセプタの前記内面にプラズマ溶射することを含む、
請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記コーティング中の前記窒化ホウ素に対する前記焼結助剤の質量比が１：２０～１：１である、
請求項１または請求項２に記載の方法。
【請求項４】
前記コーティングを堆積させることは、コーティング組成物を前記サセプタの前記内面に塗布することを含み、前記コーティング組成物が、前記窒化ホウ素、前記焼結助剤、有機媒体、および任意に安定剤、バインダ、および分散剤の１つ以上を含む、
請求項１に記載の方法。
【請求項５】
前記有機媒体と、存在する場合には、前記安定剤、前記バインダ、および前記分散剤の１つ以上とを、前記サセプタの前記内面に塗布された前記コーティング組成物から除去し、それによって前記コーティングを形成することをさらに含む、
請求項４に記載の方法。
【請求項６】
前記有機媒体、および存在する場合には前記安定剤、前記バインダ、および前記分散剤の１つ以上を除去する間、および／または除去した後に、前記コーティングを焼結することをさらに含む、
請求項５に記載の方法。
【請求項７】
前記コーティング組成物が、０．１重量％～５０重量％の前記窒化ホウ素を含む、
請求項４～６のいずれか１つに記載の方法。
【請求項８】
前記コーティング中の前記窒化ホウ素に対する前記焼結助剤の質量比が、１：１００～１：１である、
請求項４～７のいずれか１つに記載の方法。
【請求項９】
前記焼結助剤が、シリカ、炭化ケイ素、ホウ酸、アルミナ、イットリア、ジルコニア、窒化アルミニウム、ランタナ、またはそれらの組み合わせを含む、
請求項１～８のいずれか１つに記載の方法。
【請求項１０】
結晶成長工程中に石英るつぼを支持するための黒鉛サセプタであって、

キャビティを画定する内面を有する本体であって、前記キャビティが、前記るつぼの外側のサイズおよび形状と相補的なサイズおよび形状を有する、前記本体と、
前記内表面に堆積されたコーティングであって、窒化ホウ素と焼結助剤とを含み、前記焼結助剤が前記窒化ホウ素の緻密化を促進するように構成されている、コーティングと
を有するサセプタ。
【請求項１１】
前記コーティング中の前記窒化ホウ素に対する前記焼結助剤の質量比が、１：１００～１：１である、
請求項１０に記載のサセプタ。
【請求項１２】
前記コーティング中の前記窒化ホウ素に対する前記焼結助剤の質量比が、１：２０～１：１である、
請求項１０に記載のサセプタ。
【請求項１３】
前記コーティングが、前記窒化ホウ素と前記焼結助剤とを前記サセプタの前記内面にプラズマ溶射することによって堆積される、
請求項１０～１２のいずれか１つに記載のサセプタ。
【請求項１４】
前記コーティング中の前記窒化ホウ素に対する前記焼結助剤の質量比が、１：５～１：１である、
請求項１０～１３のいずれか１つに記載のサセプタ。
【請求項１５】
前記コーティングが、前記窒化ホウ素、前記焼結助剤、および有機媒体を含むコーティング組成物を、前記サセプタの前記内面に塗布し、その後、前記媒体を除去することによって堆積される、
請求項１０～１２のいずれか１つに記載のサセプタ。
【請求項１６】
前記焼結助剤が、シリカ、炭化ケイ素、ホウ酸、アルミナ、イットリア、ジルコニア、窒化アルミニウム、ランタナ、またはそれらの組み合わせを含む、
請求項１０～１５のいずれか１つに記載のサセプタ。
【請求項１７】
黒鉛サセプタの内面と石英るつぼの外面との間にコーティングを形成する方法であって、
前記窒化ホウ素と前記焼結助剤との微粒子混合物を提供すること、
前記窒化ホウ素と前記焼結助剤との前記微粒子混合物を前記サセプタの前記内面に堆積させること、および
前記堆積された微粒子混合物を焼結して、それにより前記コーティングを形成すること、ここで、前記堆積された微粒子混合物を焼結することは前記焼結助剤を使用して前記窒化ホウ素の緻密化を促進する、
を含む方法。
【請求項１８】
前記堆積された微粒子混合物を焼結することが、前記微粒子混合物の堆積中および／または堆積後に起こる、
請求項１７に記載の方法。
【請求項１９】
前記焼結助剤が、シリカ、炭化ケイ素、ホウ酸、アルミナ、イットリア、ジルコニア、窒化アルミニウム、ランタナ、またはそれらの組み合わせを含む、
請求項１７または請求項１８に記載の方法。
【請求項２０】
前記粒子混合物を提供することは、前記窒化ホウ素と前記焼結助剤との別々の粒子を混

合して、分離された粒子混合物を形成することを含む、
請求項１７～１９のいずれか１つに記載の方法。
【請求項２１】
前記粒子状混合物を堆積させることは、前記分離された粒子状混合物を前記サセプタの前記内面にプラズマ噴射することを含む、
請求項２０に記載の方法。
【請求項２２】
有機媒体に懸濁させた前記分離した粒子混合物と、任意に安定剤、バインダ、および分散剤の１つ以上とを含む、コーティング組成物を提供すること、
前記コーティング組成物を前記サセプタの前記内面に塗布することにより、前記分離された粒子混合物を堆積させること、および
前記堆積して分離された粒子混合物の焼結中および／または焼結後に、前記媒体、および任意で前記安定剤、前記バインダ、および前記分散剤の１つ以上を除去すること
をさらに含む、請求項２０に記載の方法。
【請求項２３】
前記粒子混合物を提供することは、前記焼結助剤でコーティングされた前記窒化ホウ素の粒子を含む、コーティングされた粒子混合物を提供することを含む、
請求項１７～１９のいずれか１つに記載の方法。
【請求項２４】
前記粒子状混合物を堆積させることは、前記コーティングされた粒子状混合物を前記サセプタの前記内面にプラズマ噴霧することを含む、
請求項２３に記載の方法。
【請求項２５】
有機媒体に懸濁した前記コーティングされた粒子混合物と、任意選択で安定剤、バインダ、および分散剤の１つ以上とを含む、コーティング組成物を提供すること、
前記コーティング組成物を前記サセプタの前記内面に塗布することにより、前記コーティングされた粒子混合物を堆積させること、および
前記堆積してコーティングされた粒子混合物の焼結中および／または焼結後に、前記媒体、および任意で前記安定剤、前記バインダ、および前記分散剤の１つ以上を除去すること
をさらに含む、請求項２３に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
［関連出願の相互参照］
本出願は、２０２２年０６月０１日に出願された米国仮特許出願第６３／３４７，８９７号の優先権を主張するものであり、その開示内容は参照によりその全体が本明細書に組み込まれる。
【０００２】
本開示の分野は、チョクラルスキプロセスにおいて炭素汚染を低減した単結晶シリコンインゴットを形成する方法に関する。本明細書に開示される実施形態では、保護コーティングは、プロセス中に使用される黒鉛サセプタと石英るつぼとの間の反応を低減または防止するために使用される。いくつかの実施形態では、コーティングは、窒化ホウ素と、窒化ホウ素の緻密化を促進する焼結助剤とを含み、シリコンインゴットのホウ素および／または窒素による相互汚染を防止または最小化することを容易にする。
【背景技術】
【０００３】
単結晶シリコンは、半導体デバイスおよび太陽電池などの多くの電子部品を製造するためのほとんどのプロセスの出発材料であり、一般的にはバッチ式チョクラルスキ（ＣＺ）法または連続式チョクラルスキ（ＣＣＺ）法によって調製される。これらの方法では、多

結晶シリコン（「ポリシリコン」）などの多結晶原料材を固体供給原料材の形態で石英るつぼに投入して溶融し、単一の種結晶を溶融シリコンまたは融液に接触させ、単結晶シリコンインゴットを緩慢な抽出によって成長させる。

【０００４】

ポリシリコンは、方向性凝固プロセスを用いて直接インゴットに鋳造することもできる。ポリシリコンのインゴットからスライスされたウエハは、エレクトロニクス産業および太陽エネルギの生産に使われる太陽電池で一般的に利用されている。ポリシリコンは、一般的な単結晶シリコンの生産に比して、高いスループット率、労働集約的でない作業、消耗品のコスト削減により低コストであるため、概して単結晶シリコンよりも太陽電池のためのシリコン源として好まれる。方向性凝固プロセスでは、原料シリコンは石英るつぼ内で溶融され、別のるつぼ内または同じるつぼ内で方向性凝固される。インゴットの凝固は、溶融シリコンが鋳物の凝固前線で一方向に凝固するように制御される。このような方法で製造されたポリシリコンは、結晶粒の凝集体であり、るつぼ壁面に不均質な核生成サイトが高密度に存在するため、結晶粒の方位は互いにランダムである。ポリシリコンインゴットが形成されると、インゴットはブロックに切断され、さらにウエハに切断される場合がある。

【０００５】

これらの方法では、石英るつぼは固体供給原料材を溶融するのに必要な高温では寸法的に不安定である。結晶成長過程でのるつぼの反りまたは変形を防止するために、るつぼはサセプタによって支持され、このサセプタは好適には黒鉛などの炭素含有材料から形成される。黒鉛は、シリコン供給原料材を溶融するのに必要な温度で寸法的に安定している。

【０００６】

結晶成長過程において、黒鉛サセプタからの炭素と石英るつぼからのシリカが互いに反応し、例えば以下の反応によって、ガス状の酸化炭素とケイ素生成物を生成することがある。

$SiO_2 + C \rightarrow SiO(g) + CO(g)$

$SiO_2 + 3C \rightarrow SiC + 2CO(g)$

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

これらのガス状生成物および他の生成物（例えばCO_2）は、サセプタおよびるつぼの周囲を流れる不活性ガスによって運び去られ、シリコン融液に吹き込まれる場合があり、それによって融液が炭素で汚染される。ガス状反応生成物が不活性ガス流によって運び去られると、新たな炭素とシリカの表面が露出し、るつぼとサセプタとの間の連続反応が促進され、その結果、融液がさらに汚染される。融液から成長したシリコン結晶インゴットおよび、そのようなインゴットからスライスされたウエハは、比較的高い炭素濃度を有することがある。

【０００８】

炭素汚染は、半導体デバイスの電流リーク、ひいては半導体デバイスの性能低下の一因となることが知られている。したがって、融液の炭素汚染を最小限に抑え、ＣＺおよびＣＣＺ結晶成長プロセス中の潜在的な炭素源を除去することが望ましい。

【０００９】

るつぼと反応器との間の連続反応も、るつぼとサセプタの浸食を助長する。通常、るつぼは１回の成長プロセスに使用されるが、サセプタは複数回の成長プロセスに使用される。しかしながら、サセプタの継続的な浸食サイクルにより、サセプタは急速に劣化し、サセプタの耐用年数が短くなる。それ故、ＣＺおよびＣＣＺ結晶成長プロセスの両方において、並びに方向性凝固プロセスにおいて、より長持ちするサセプタを提供するために、るつぼとサセプタとの間の反応を最小限に抑えることが望ましい。

【００１０】

結晶成長プロセス中の融液の炭素汚染に対処及び／又は低減しようとする既知のシステ

ム及び方法は、先端半導体デバイスの現在及び将来の炭素要件を満たすには、及び／又は、るつぼとサセプタとの間の反応を防止するために使用される材料によるシリコン結晶の相互汚染を防止するには、満足できるものではない。

【００１１】

シリコン結晶中の炭素含有量を低減することを容易にし、および不活性コーティング材料によるシリコン結晶の相互汚染を防止することを容易にする、シリコン結晶インゴットの調製方法が必要とされている。

【００１２】

本セクションは、本開示の様々な側面に関連し得る技術の様々な側面を読み手に紹介することを意図したものであり、これらは以下に説明され及び／又は特許請求される。この考察は、本開示の様々な側面をよりよく理解することを容易にするための背景情報を読み手に提供する上で有用であると考えられる。したがって、これらの記述はこのような観点から読まれるべきであり、先行技術を自認するものではないと理解されるべきである。

【課題を解決するための手段】

【００１３】

一態様では、シリコン融液から単結晶シリコンインゴットを製造する方法は、キャビティを画定する内面を有する黒鉛サセプタを提供することと、サセプタの内面にコーティングを堆積させることとを含む。コーティングは窒化ホウ素と焼結助剤とを含む。焼結助剤は窒化ホウ素の緻密化を促進する。この方法は、サセプタのキャビティ内に石英るつぼを配置することも含む。るつぼは、コーティングに接触する外面を有する。この方法はさらに、多結晶シリコンをるつぼに加えること、多結晶シリコンを加熱して、るつぼ内にシリコン融液を形成させること、およびシリコン融液から単結晶シリコンインゴットを引き上げることを含む。

【００１４】

他の態様において、結晶成長プロセス中に石英るつぼを支持するための黒鉛サセプタは、内面を有する本体と、内面上に堆積されたコーティングとを含む。内面はキャビティを画定している。キャビティは、るつぼの外寸と外形とに相補的な寸法と形状とを有する。コーティングは窒化ホウ素と焼結助剤とを含む。焼結助剤は、窒化ホウ素の緻密化を促進するように構成されている。

【００１５】

他の態様において、黒鉛サセプタの内面と石英るつぼの外面との間にコーティングを形成する方法は、窒化ホウ素と焼結助剤との粒子状混合物を提供することと、窒化ホウ素と焼結助剤との粒子状混合物をサセプタの内面に堆積させることと、堆積された粒子状混合物を焼結させてコーティングを形成することとを含む。堆積した微粒子混合物を焼結することは、焼結助剤を用いて窒化ホウ素の緻密化を促進することを含む。

【００１６】

本開示の上述の態様に関連して言及された特徴の様々な改良点が存在する。本開示の上述の態様には、さらなる特徴も組み込むことができる。これらの改良点および追加機能は、個々に存在してもよいし、任意の組み合わせで存在してもよい。例えば、本開示の図示された実施形態のいずれかに関連して後述する様々な特徴は、単独でまたは任意の組み合わせで、本開示の上述の態様のいずれかに組み込むことができる。

【図面の簡単な説明】

【００１７】

【図１】図１は、単結晶シリコンインゴットを形成するための引き上げ装置の概略断面側面図である。

【００１８】

【図２】図２は、図１に示す引き上げ装置で使用するためのるつぼおよびサセプタの分解断面図であり、サセプタは、本開示の実施形態に係る保護コーティングを有している。

【００１９】

【図３Ａ】図３Ａは、図２に示す保護コーティングの調製に使用する不活性材料と焼結助

剤との粒子状混合物の概略図である。
【図３Ｂ】図３Ｂは、図２に示す保護コーティングの調製に使用する不活性材料と焼結助剤との粒子状混合物の概略図である。
【００２０】
対応する参照符号は、図面全体を通して対応する部品を示す。
【発明を実施するための形態】
【００２１】
図１を参照して、インゴット引き上げ装置またはインゴット引き上げ機が概略的に示されており、概して１００で示されている。インゴット引き上げ機１００は、例えば単結晶シリコンインゴットなどの半導体またはソーラーグレード材料の単一結晶（すなわち単結晶）インゴットを製造するために使用される。いくつかの実施形態では、インゴットは、結晶引き上げ機１００のるつぼ１０４内に保持されたシリコン融液１０２からインゴットが引き上げられる、いわゆるチョクラルスキ（ＣＺ）プロセスによって成長される。いくつかの実施形態では、インゴットは、バッチＣＺプロセスによって成長され、このバッチＣＺプロセスでは、１つのインゴットを成長させるのに十分な量の多結晶シリコンがるつぼ１０４に投入され、１つのインゴットの成長後に、るつぼ１０４はシリコン融液１０２が実質的に使い尽くされる。他の実施形態では、インゴットは、成長プロセス中にシリコン融液１０２を補充するために多結晶シリコンをるつぼ１０４に継続的または定期的に添加する連続ＣＺ（ＣＣＺ）プロセスによって成長される。ＣＣＺプロセスは、単一の溶融物１０２から引き上げられる複数のインゴットの成長を促進する。しかしながら、本明細書に記載された主題の実施形態は、特定の結晶成長プロセスに限定されるものではない。例えば、他の実施形態では、多結晶シリコンインゴットは、ソーラ用途の方向性凝固プロセスを用いて成長させてもよい。
【００２２】
インゴット引き上げ機１００は、結晶成長チャンバ１０８を画定するハウジング１０６と、成長チャンバ１０８よりも横方向寸法が小さい引き上げチャンバ１１０とを含む。成長チャンバ１０８は、成長チャンバ１０８から幅狭の引き上げチャンバ１１０に移行する概ねドーム状の上壁１１２を有する。インゴット引き上げ機１００は、結晶成長中にインゴット引き上げ機１００へのプロセスガスの導入および除去に使用され得る入口ポート１１４および出口ポート１１６を含む。
【００２３】
インゴット引き上げ機１００内のるつぼ１０４には、シリコンインゴットが引き上げられるシリコン融液１０２が収容されている。るつぼ１０４は、石英または溶融シリカ製であってもよく、石英または溶融シリカは、融点および熱安定性が高く、溶融物１０２中の溶融シリコンとは概して非反応性である。るつぼ１０４は、本開示の範囲から逸脱することなく、石英に加えて他の材料から作製されてもよいことが理解されるべきである。例えば、石英るつぼ１０４は、シリカと、例えば窒化ケイ素または炭化ケイ素などの追加材料を含む複合材料製であってもよい。
【００２４】
シリコン融液１０２は、るつぼ１０４に投入された多結晶シリコンを溶融することにより得られる。連続システムでは、固体原料供給材をるつぼアセンブリ１０４及び／又は溶液１０２に供給するために供給システム（図示せず）が使用される。るつぼ１０４は、サセプタ１１８内に配置され、サセプタ１１８によって支持されており、サセプタ１１８はさらに回転可能なシャフト１２０によって支持されている。サセプタ１１８および回転可能なシャフト１２０は、インゴット引き上げ機１００の中心長手方向軸Ｘを中心とするるつぼ１０４の回転を容易にする。
【００２５】
加熱システム１２２（例えば、１つ以上の電気抵抗ヒータ）は、サセプタ１１８およびるつぼ１０４を取り囲み、溶液１０２を生成するためにシリコン投入物を溶融するため、及び／又は溶液１０２を溶融状態に維持するために、サセプタ１１８及びるつぼ１０４を

通して伝導により熱を供給する。ヒータ１２２は、サセプタ１１８及びるつぼ１０４の下方に延びることもある。加熱システム１２２は、制御システム（図示せず）によって制御され、溶液１０２の温度が引き上げプロセス全体にわたって正確に制御される。例えば、制御装置は、加熱システム１２２に供給される電流を制御して、加熱システム１２２によって供給される熱エネルギの量を制御してもよい。制御装置は、融液１０２の温度がほぼシリコンの融解温度（例えば、約１４１２℃）以上に維持されるように加熱装置１２２を制御してもよい。例えば、溶液１０２は、少なくとも約１４２５℃、少なくとも約１４５０℃、またはさらに少なくとも約１５００℃の温度に加熱してもよい。加熱システム１２２を取り囲む断熱材（図示せず）は、ハウジング１０６を通して失われる熱の量を減少させ得る。インゴット引き上げ機１００はまた、固体－溶融界面における軸方向の温度勾配を増大させるために、インゴットをるつぼ１０４の熱から遮蔽するための、溶液１０２の表面上方の熱シールドアセンブリ（図示せず）を含んでもよい。

【００２６】

引き上げ機構（図示せず）には、機構から下方に延びる引き上げワイヤ１２４が取り付けられている。この機構は、引き上げワイヤ１２４を昇降させ、引き上げワイヤ１２４を回転させることができる。インゴット引き上げ機１００は、引き上げ機の種類によっては、ワイヤではなく引き上げシャフトを有してもよい。引き上げワイヤ１２４は、シリコンインゴットの成長に使用される種結晶１３０を保持する種結晶チャック１２８を含む引き上げアセンブリ１２６で終端している。インゴットを成長させる際、引き上げ機構は、シリコン融液１０２の表面に接触するまで種結晶１３０を下降させる。種結晶１３０が溶融し始めると、引き上げ機構は成長チャンバ１０８と引き上げチャンバ１１０とを通して種結晶をゆっくりと引き上げ、単結晶インゴットを成長させる。引き上げ機構が種結晶１３０を回転させる速度および引き上げ機構が種結晶を持ち上げる速度（すなわち、引き上げ速度ｖ）は、制御システムによって制御される。種結晶１３０が融液１０２からゆっくりと持ち上げられるにつれて、融液１０２からのシリコン原子が種結晶１３０に整列して付着し、インゴットを形成する。

【００２７】

プロセスガス（例えば、アルゴン）は、入口ポート１１４を通して成長チャンバ１０８および引き上げチャンバ１１０に導入され、出口ポート１１６を通して引き出される。プロセスガスはハウジング内に雰囲気を作り出し、溶液と雰囲気は溶融－ガス界面を形成する。出口ポート１１６は、インゴット引き上げ機の排気システム（図示せず）に流体連通している。

【００２８】

作動中、シリコン投入物の溶融および／または溶液１０２の維持に必要な温度は、石英るつぼ１０４の軟化を引き起こす可能性もある。サセプタ１１８は、黒鉛または熱安定性の高い他のグラフェンもしくは炭素含有材料で作られることがあり、軟化したるつぼ１０４を支持するための剛性の高い外部構造を提供する。引き上げプロセス温度でのるつぼ１０４とサセプタ１１８との接触が、石英るつぼ１０４からのシリカがサセプタ１１８からの炭素と反応することを可能とする。この反応によって、シリカは酸化ケイ素（ＳｉＯ）ガスに分解し、炭素は酸化して、例えば一酸化炭素（ＣＯ）および二酸化炭素（CO_2）などのガス状の炭素含有反応生成物を形成する。その結果、黒鉛サセプタ１１８が浸食され、サセプタ１１８に空隙またはキャビティが生じる可能性がある。この浸食によって引き起こされる構造劣化はサセプタ１１８の耐用年数を短くし、サセプタ１１８の交換を必要とする場合がある。加えて、インゴット引き上げ機１００を流れるプロセスガスは、ガス状炭素含有反応生成物をるつぼ１０４およびサセプタ１１８から運び去り、溶液１０２中に運ぶことができる。これにより、新鮮な炭素とシリカの表面が露出し、ガス状の炭素含有反応生成物の連続的な形成と、サセプタ１１８の侵食とに至る。融液１０２中に運ばれた炭素種は、対流によって、インゴットが成長する固体－融液界面まで移動する可能性がある。その結果、溶液１０２から引き上げられたインゴットは炭素で汚染される可能性がある。インゴットの炭素汚染は、最終用途の構造またはデバイスにおいて、インゴット

からスライスされたウエハの性能低下に至る可能性がある。

【００２９】

次に図２を参照すると、サセプタ１１８とるつぼ１０４の分解断面図が示されている。サセプタ１１８は、石英るつぼ１０４を受け入れる大きさのキャビティ１３６を画定する内面１３４を含む本体１３２を含む。るつぼ１０４は、るつぼ１０４がキャビティ１３６内に配置されたとき、サセプタ１１８の内面１３４に向く外面１３８を有する。るつぼ１０４の外面１３８は、サセプタ１１８の内面１３４によって画定されるキャビティ１３６の形状に対応する形状を有し、これにより、るつぼ１０４は、引き上げプロセス中にサセプタ１１８の内面１３４にフィットし、サセプタ１１８の内面１３４によって支持される。

【００３０】

サセプタ１１８の内面１３４は保護コーティング１４０で覆われている。コーティング１４０は、内面１３４を完全に覆い、または実質的に覆ってもよく、内面１３４の少なくとも一部を覆ってもよい。るつぼ１０４は、インゴット成長中にコーティング１４０に接触する。コーティング１４０は、好適には、石英るつぼ１０４の外面１３８と黒鉛サセプタ１１８の内面との間の接触を抑制または防止するために、内面１３４の十分な部分を覆う。いくつかの実施形態において、コーティング１４０は、黒鉛サセプタ１１８と石英るつぼ１０４との間の接触を抑制または防止し、そうでなければ本明細書に記載されるように機能することを可能にするために、内面１３４以外の領域を追加的または代替的に覆ってもよい。例えば、コーティング１４０は、サセプタ１１８の内面１３４への被覆に加えてまたはそれに代えて、るつぼ１０４の外面１３８の少なくとも一部を覆ってもよい。

【００３１】

コーティング１４０は、好適には、引き上げプロセス条件下（例えば、引き上げ温度）で、サセプタ１１８の炭素およびるつぼ１０４のシリカの両方に対して化学的に不活性である材料から形成される。この点で、コーティング１４０は、黒鉛サセプタ１１８と石英るつぼ１０４との間の直接接触を制限し、抑制し、または防止して、インゴット引き上げ装置１００の内側で生成される処理条件下で、サセプタ１１８の炭素とるつぼ１０４のシリカとの間の反応を制限し、抑制し、または防止する、化学的に不活性なバリアを提供する。

【００３２】

コーティング１４０を形成するために使用される不活性材料は、窒化ホウ素（ＢＮ）、窒化ケイ素（Si_3N_4）、またはそれらの組み合わせであってもよい。窒化ホウ素は、熱的、および化学的安定性が高く、高温でも酸化されにくいため、不活性材料として特に適していてもよい。窒化ケイ素は、引き上げ加工中の高温で、いくつかの化学量論組成を有するＳｉ－Ｏ－Ｎ化合物を形成する傾向がある可能性がある。温度が上昇するにつれて、例えば１５５０℃を超えると、Ｓｉ－Ｏ－Ｎ結合が他の気相に昇華する傾向があり、これがコーティング１４０を劣化させる。窒化ホウ素（ＢＮ）は、ホウ素原子と窒素原子との間の共有結合の強さにより、酸化生成物を形成する同様の傾向を有さず、窒化ケイ素よりも高い上限温度範囲で機能する可能性がある。

【００３３】

コーティング１４０は、液体溶液中に懸濁された不活性材料の粒子を含むコーティング組成物として適用されてもよい。好適には、コーティング組成物は、コーティング組成物がサセプタ１１８の内面１３４に塗布されたときに不活性材料粒子間の十分な重なりを容易にする量の液体溶液中に懸濁された不活性材料（例えば、窒化ホウ素）粒子を含む。例えば、コーティング組成物は、少なくとも約５重量％の不活性材料粒子を含んでもよい。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は、少なくとも約１５重量％、さらには少なくとも約３０重量％の不活性材料粒子を含む。様々な実施形態において、コーティング組成物は、約５重量％から約５０重量％の不活性材料粒子、約１５重量％から約５０重量％の不活性材料粒子、約１０重量％から約４０重量％の不活性材料粒子、約２０重量％から約４０重量％の不活性材料粒子、または約３０重量％から約４０重量％の不活性材料粒

子を含んでもよい。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は、約３７．５重量％の不活性材料粒子を含む。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は、約２５重量％の不活性物質粒子を含む。本開示の目的のために、そして特に別段の説明がない限り、「コーティング組成物」または単に「組成物」の成分の含有率は、サセプタ１１８の内面１３４に最初に塗布される材料（例えば、液体溶液に懸濁された不活性材料粒子）を参照し、追加の処理工程（例えば、媒体の気化、加熱、または焼結など）の後に形成されるコーティング１４０自体を参照するものではない。特に他の記載がない限り、成分の重量パーセント（％）とは、組成物の総重量に基づく、組成物中の成分の量を意味する。

【００３４】

特定の理論に束縛されることなく、不活性材料粒子の大きさはコーティング組成物のレオロジーに影響を与えることができ、塗布のしやすさに影響を与えることができると考えられる。いくつかの実施形態では、不活性材料粒子の平均公称直径は約１００μｍ未満であってもよい。他の実施形態では、不活性材料粒子の平均公称直径は約５０μｍ未満、約２５μｍ未満、またはさらに約１０μｍ未満であってもよい。一般に、粒子径を小さくすると、コーティング組成物の流動性が向上する。不活性材料粒子が窒化ホウ素である場合、窒化ホウ素粒子は、約０．５ｕｍのd_{50}（中央値）、約０．８ｕｍのd_{90}（すなわち、粒子の９０％が約０．８ｕｍを下まわる粒径を有する）の粒度分布を有する。不活性材料粒子は、粉末またはナノメートルサイズの粒子と説明されてもよい。

【００３５】

懸濁された不活性材料粒子を有する液体溶液の形態で塗布される場合、コーティング組成物は、媒体、バインダ、分散剤、安定剤などの追加成分を含む。成分は、配合が石英またはＳｉＯを結晶化させないように選択される。次に、コーティング組成物への使用が想定される成分について説明する。

【００３６】

組成物は、不活性材料（例えば、窒化ホウ素）が実質的に粒子状のままである媒体を含んでもよい。一般に、バインダ、分散剤、安定剤などの不活性材料および添加剤の１つ以上は、媒体に溶解しない、部分的に溶解しない、または完全に溶解しない可能性があり、「媒体」、「希釈剤」および「溶媒」という用語は、互換的に使用されてもよく、１つ以上の成分が媒体に溶解する、または溶解しない組成物に本開示の実施形態を限定することを意味するものではないことが理解されるべきである。

【００３７】

媒体は有機化合物を含んでいてもよく、水性であってもよい。しかしながら、水溶液中に水が存在すると、硬化したコーティング中に酸素が多く含まれることになり、高い処理温度で黒鉛サセプタ１１８と反応する可能性があることに留意するべきである。それ故、本開示から逸脱することなく水溶液を利用できる一方で、いくつかの実施形態では、非水性媒体を使用することが好ましい場合がある。好ましくは、媒体は任意の乾燥工程の間に容易に気化する。水性媒体が液体溶液に使用される例では、組成物は、液体コーティング組成物の所望の流体粘度を達成するように、存在する追加成分（例えば、バインダ、分散剤、および／または後述される安定剤）の量のいずれかの点で調整されてもよい。

【００３８】

媒体はＣ１～Ｃ１０アルコールを含んでもよく、イソプロピルアルコールまたはエタノールであってもよい。媒体の量は、液体コーティング組成物の適切な流動粘度を得るために選択される。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は少なくとも約１０重量％の媒体を含む。他の実施形態では、組成物は、少なくとも約３０重量％、少なくとも約５０重量％、またはさらには少なくとも約７０重量％の媒体を含んでもよい。他の様々な実施形態では、組成物は約１０重量％から約８０重量％の媒体、約３０重量％から約７０重量％の媒体、約４０重量％から約６０重量％の媒体、またはさらには約４５重量％から約５５重量％の媒体を含む。いくつかの実施形態では、組成物は約４９．５重量％の媒体を含んでもよい。組成物は、組成物中の媒体の合計重量分率が上述された通りである複数の媒体を含んでもよい。液体コーティング組成物の適切な流体粘度を得るために、組成物は

他の量の媒体を含んでもよいことが理解されるべきである。媒体の量は、例えば、使用される媒体のタイプ（例えば、有機または水性）に依存して異なってもよい。さらに、液体コーティング組成物の適切な流体粘度は、液体コーティング組成物を塗布するために使用される技術に応じて変化し得る。例えば、後述するように、エアロゾル噴霧技術は、はけ塗り技術に比して、液体コーティング組成物のより低い流体粘度を必要とする場合がある。

【００３９】

コーティング組成物はまた、組成物の成分、より詳細には不活性材料（例えば、窒化ホウ素）粒子を、サセプタ１１８の内面１３４に、および塗布後に互いに結合させるように作用する１つ以上のバインダを含んでもよい。一般に、バインダはコーティング組成物のレオロジーを変化させ、塗布と乾燥を通して媒体中の粒子の分布を維持する。いくつかの実施形態では、バインダは媒体に溶解される。いくつかの実施形態では、バインダは、ＢＵＴＶＡＲ（登録商標）Ｂ－７６（Ｅａｓｔｍａｎから入手可能）などのポリビニルブチラールである。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は、少なくとも約０．５重量％、少なくとも約２重量％、少なくとも約５重量％、または少なくとも約１０重量％、またはさらには少なくとも約１５重量％のバインダを含む。様々な実施形態では、組成物は、約０．５重量％から約２０重量％のバインダ、約０．５重量％から約１０重量％のバインダ、約０．５重量％から約８重量％のバインダ、または約２重量％から約８重量％のバインダを含む。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は約５．６重量％のバインダを含む。いくつかの実施形態では、組成物はバインダを含まない。組成物は、組成物中のバインダの総重量分率が上述した通りである複数のバインダを含んでもよい。

【００４０】

コーティング組成物はまた、１つ以上の分散剤を含んでもよい。一般に、分散剤は、サセプタ１１８の内面１３４にコーティング組成物の塗布前に、不活性材料粒子が沈降するのを防ぐように作用する。適切な分散剤は一般に、コーティング組成物に金属不純物を寄与せず、クリーンな燃焼性を有し、熱サイクル中に分解する。安定剤（後述される）と分散剤の組み合わせは、コーティング１４０を形成するためのコーティング組成物の乾燥が、クラックなしに、または最小限のクラックで実現されるように選択されてもよい。いくつかの実施形態では、分散剤は、ＳＯＬＳＰＥＲＳＥ（登録商標）２００００（Ｌｕｂｒｉｚｏｌ　Ｃｏｒｐ．から入手可能）などの非水系ポリマー分散剤である。コーティング組成物は、少なくとも約０．０５重量％の分散剤、他の実施形態では、少なくとも約０．１重量％、少なくとも約０．５重量％、少なくとも約１重量％、またはさらには少なくとも約５重量％の分散剤を含んでもよい。他の様々な実施形態では、組成物は、約０．０５重量％から約１０重量％の分散剤、約０．０５重量％から約５重量％の分散剤、または約０．５重量％から約２．５重量％の分散剤を含む。いくつかの実施形態では、コーティング組成物は約１．８重量％の分散剤を含む。いくつかの実施形態では、組成物は分散剤を含まない。組成物は、組成物中の分散剤の総量が上述した通りである複数の分散剤を含んでもよい。

【００４１】

コーティング組成物はまた、安定剤を含んでもよい。適切な安定剤は一般に、コーティング組成物に金属不純物を寄与せず、クリーンな燃焼性を有し、熱サイクル中に分解する。安定剤と分散剤（上述した）の組み合わせは、コーティング１４０を形成するためのコーティング組成物の乾燥が、クラックなしに、または最小限のクラックで実現されるように選択されてもよい。安定剤は、例えばポリエチレングリコール、例えばＣＡＲＢＯＷＡＸ（登録商標）Ｐｏｌｙｅｔｈｙｌｅｎｅ　Ｇｌｙｃｏｌ　４００（Ｄｏｗ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏ．で入手可能）。コーティング組成物は、少なくとも約０．５重量％、少なくとも約２重量％、少なくとも約５重量％、少なくとも約１０重量％、またはさらには少なくとも約１５重量％の安定剤を含んでもよい。様々な実施形態では、組成物は、約０．５重量％から約２０重量％の安定剤、約０．５重量％から約１０重量％の安定剤、約０．５重量％から約８重量％の安定剤、または約２重量％から約８重量％の安定剤を含む。い

くつかの実施形態では、コーティング組成物は約５．６重量％の安定剤を含む。いくつかの実施形態では、組成物は安定剤を含まない。組成物は、組成物中の安定剤の総量が上述した通りである複数の安定剤を含んでもよい。

【００４２】

液体溶液中に懸濁された不活性材料粒子を有するコーティング組成物を塗布する技術の非限定的な例として、はけ塗りまたはエアロゾル噴霧が含まれる。はけ塗り用途では、コーティング組成物は、サセプタ１１８の内表面１３４にはけ（例えば、発泡はけ）で塗られてもよい。エアゾール噴霧用途では、コーティング組成物は、加圧スプレーガンを用いてサセプタ１１８の内面１３４に塗布してもよい。一般に、エアゾール噴霧により塗布される場合のコーティング組成物は、コーティング組成物の効果的な噴霧を可能にするために、はけ塗り技術により塗布される場合よりも低い流体粘度を有する。この点で、コーティング組成物は、エアロゾル噴霧により塗布される場合、はけで塗布される場合よりも少ない量の不活性材料粒子を含んでもよい。例えば、はけ塗り可能なコーティング組成物は、約３０重量％から約５０重量％の不活性材料粒子など、３０重量％を超える不活性材料粒子を含んでもよく、一方、噴霧可能なコーティング組成物は、約５重量％から約３０重量％の不活性材料粒子など、３０重量％未満の不活性材料粒子を含んでもよい。同様に、コーティング組成物は、エアゾール噴霧により塗布される場合、はけにより塗布される場合よりも多量の媒体を有してもよい。例えば、はけ塗り可能なコーティング組成物は、７０重量％を超える媒体、例えば約７０重量％から約８０重量％の媒体を含んでもよく、一方、噴霧可能なコーティング組成物は、６０重量％未満の媒体、例えば約４０重量％から約６０重量％の媒体を含んでもよい。

【００４３】

はけ塗りおよび／または噴霧塗布は、換気フード下、好適には大気圧下、コーティング組成物の引火点より下の温度で実行されてもよい。サセプタ１１８の内面１３４上のコーティング組成物は、その後、空気乾燥または熱処理のいずれかによって乾燥され、媒体が除去される。コーティング組成物中の分散剤、バインダ、および／または安定剤は、十分な媒体が底層からの蒸発によって除去されるように、媒体の表面蒸発を遅らせるのを容易にするのに十分な量で含まれてもよい。そうでないと、薄膜バルクから十分な媒体が蒸発する前に、最外層の表面が早く剥がれすぎてしまい、コーティング１４０にピンホールが形成される場合がある。いくつかの実施形態では、コーティング組成物を塗布し、その後乾燥させて媒体を除去することを、所望の厚さに到達するように数回繰り返してもよい。

【００４４】

所望の厚さが達成されると、サセプタ１１８は、残りの液体成分（例えば、バインダ、分散剤、安定剤、任意の残りの媒体など）を分解し、気化し、及び／又はオフガス化するのに十分な温度まで加熱されてもよい。一般に、加熱は、内面１３４に塗布されたコーティング組成物を有するサセプタ１１８を所望の温度に到達するまで加熱することによって達成されてもよい。バインダ、分散剤、安定剤、残存媒体などが除去されて、コーティング１４０が形成される。これらの成分は、コーティング１４０の残留炭素が、５重量％未満になるまで、または約３重量％未満になるまで、または約１重量％未満になるまで、除去されてもよい。いくつかの実施形態では、サセプタ１１８は、少なくとも約１５０℃まで、少なくとも約２００℃まで、少なくとも約３００℃まで、少なくとも約４００℃まで、またはさらに少なくとも約７５０℃まで加熱されて、バインダ、安定剤、分散剤、および残りの媒体の化合物が除去される。他の様々な実施形態では、サセプタ１１８は約１００℃から７５０℃、または４００℃から７５０℃に加熱されてもよい。サセプタ１１８は、少なくとも約１時間、他の実施形態では、少なくとも約２時間、少なくとも約３時間、または約１時間から約５時間加熱されてもよい。いくつかの実施形態では、サセプタ１１８は少なくとも約３００℃に少なくとも約２時間加熱される。雰囲気は、約６０トール（０．０８ａｔｍ）から約１気圧、または約１５０トール（０．２０ａｔｍ）から約１気圧の圧力（真空）であってもよい。他の実施形態では、例えば少なくとも１気圧、少なくとも２気圧、またはさらには少なくとも５気圧など、大気圧を超える圧力が使用される。

【００４５】
サセプタ１１８は、例えば窒素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガスの存在下で加熱されてもよい。加熱中の雰囲気として周囲空気が使用されてもよいが、コーティング１４０に酸素を導入する可能性があるため、あまり好ましくない。さらに、当業者に理解されるように、炉の構造材料ならびにガス流を制御して、コーティング１４０の酸化を回避できる。
【００４６】
これにより、コーティング１４０は、コーティング組成物から残留する粒子状材料（例えば、以下にさらに後述される不活性材料粒子および焼結助剤）を含む。コーティング１４０を緻密化し、強化するために、焼結工程が実施されてもよい。これは、コーティング組成物から液体成分を除去するために上述した加熱に加えておよび引き続いて実施されてもよく、またはコーティング１４０を形成するための液体成分の除去とコーティング１４０を焼結するための液体成分の除去の両方を単一の工程として実施されてもよい。特定の実施形態では、処理時間を最短化するために、シリコン投入物の溶解中に焼結が実施される。焼結を達成するために、サセプタ１１８は約９００℃から約１６００℃の温度に加熱されてもよい。いくつかの実施形態では、サセプタ１１８は、少なくとも約１０００℃、少なくとも約１１００℃、少なくとも約１４００℃、またはさらには少なくとも約１５００℃の温度に加熱される。コーティング１４０は、温度で少なくとも約１時間から数日の期間、焼結されてもよい。いくつかの実施形態では、コーティング１４０は少なくとも約６時間焼結される。コーティング１４０は、例えば窒素、ヘリウム、またはアルゴンなどの不活性ガスの存在下で焼結されてもよい。雰囲気は、約６０トール（０．０８ａｔｍ）から約１気圧、または約１５０トール（０．２０ａｔｍ）から約１気圧の圧力（真空）であってもよい。他の実施形態では、例えば少なくとも１気圧、少なくとも２気圧、またはさらには少なくとも５気圧など、大気圧を超える圧力が使用される。
【００４７】
コーティング１４０は、例えば、化学蒸着またはプラズマ溶射などの他の塗布技術により形成されてもよい。プラズマ溶射用途では、不活性材料粒子および追加の粉末状または粒子状の添加剤（例えば、以下に詳述される焼結助剤など）は、１つまたは複数の粉末供給機を介して高温プラズマジェット（例えば、ＤＣプラズマトーチ）に供給され、そこで粒子はプラズマガス（例えば、アルゴン、ヘリウム、窒素、水素、またはそれらの組み合わせである）と混合される。粒子は、適切なサイズ分布（例えば、約５～１００μｍのサイズ）を有し、プラズマジェットを通して十分な混合と移動を容易にする。粒子は高速（例えば５０～３０００ｍ／ｓ）で加速され、高温（例えば約２０００℃～約３０００℃）に急速に加熱され、サセプタ１１８の内面１３４に向けられる。軟化または溶融した粒子は、内面１３４に衝突し、それによってサセプタ１１８とるつぼ１０４との間に所望の厚さを有するコーティング１４０を堆積させる。プラズマ溶射技術には、他の成膜技術、例えばハケ塗りまたは噴霧塗布を超える、いくつかの利点を有する場合がある。例えば、プラズマ溶射は、スループットおよび操作のしやすさという点で、高効率を促進する可能性がある。プラズマ溶射は、コーティング１４０を形成するための別個の加熱および／または焼結工程の必要性が排除され得るので、処理時間の短縮も促進し得る。さらに、プラズマ溶射の処理条件を制御して、コーティング特性を調整しやすくできる。さらに、プラズマ溶射によって堆積されたコーティング１４０は、好適には、準永久的な層状の（インターリーブ型）コーティング１４０となる可能性があり、コーティング１４０がはけ塗り可能または噴霧可能なコーティング組成物から形成される場合にあり得る、サセプタ１１８を使用する数回の引き上げ工程後のコーティング１４０の再塗布の必要性を低減する。
【００４８】
コーティング１４０が形成されると、コーティング１４０に含まれる粒子（例えば、不活性材料粒子および以下で更に詳述される焼結助剤などの追加粒子）は、黒鉛サセプタ１１８と石英るつぼ１０４との間に介在する薄膜を形成する。層状のコーティング１４０は、焼結モノリス部品として振る舞い、黒鉛サセプタ１１８と石英るつぼ１０４との間で優

れた化学的不活性を呈する。しかしながら、本質的に不活性材料粒子（例えば、窒化ホウ素）で形成された層状のコーティング１４０は、最小限の強度を有することが観察されている。それによって、コーティング１４０の不活性物質粒子は、互いにばらばらになって分離する可能性がある。緩い不活性材料粒子は、例えば、インゴット引き上げ機１００を流れるプロセスガスによって、引き上げ工程中にシリコン融液１０２中に運ばれてもよい。その後、不活性材料粒子は、インゴットが成長する固体－溶融界面に移動してもよい。その結果、融液１０２から引き上げられたインゴットは、不活性材料粒子で汚染される可能性があり、それはインゴットおよびインゴットからスライスされたウエハの抵抗率に悪影響を及ぼす。例えば、緩い窒化ホウ素粒子からのホウ素または窒素原子が、意図しないドーパントとして融液１０２に導入される場合があり、インゴットの抵抗率の変動を引き起こす可能性がある。さらに、緩い粉末は時間の経過とともにコーティング１４０から分離し続けるため、この問題は後の引き上げ工程で悪化する。緩い粉末は、サセプタ１１８とるつぼ１０４との間の、引き上げ工程を止めても十分に洗浄できない、領域に集まるため、処理遅延を引き起こし、製造時間とコストを増加させる。コーティング１４０をより機能的にし、炭素表面とシリカ表面との間の反応性の低下を利用するためには、より強度の高い層状のコーティング１４０を提供することが望まれる。

【００４９】

この目的のために、焼結助剤を不活性材料粒子と混合して、コーティング１４０の耐久性を向上させることを容易にし、不活性材料粒子がコーティング１４０から分離し、相互汚染を介して引き上げ機１００を使用して成長したインゴットにおいて有害な特性を引き起こす可能性を最小限にすることを容易にできることが見出されている。

【００５０】

したがって、本開示の実施形態では、コーティング１４０は、不活性材料粒子（例えば、窒化ホウ素）と、コーティング１４０中の不活性材料粒子の緻密化を促進し、一般に、サセプタ１１８の内面１３４および互いに対する不活性材料粒子の付着性を改善する焼結助剤との混合物から形成される。特に、焼結助剤は、焼結温度（例えば、約９００℃から約１６００℃）で粒界液相を形成することにより、不活性材料の拡散及び結合を容易にし、それにより、焼結コーティング１４０中の不活性材料の緻密化を促進する。助剤は、例えば、シリカ（二酸化ケイ素、SiO_2）、炭化ケイ素（ＳｉＣ）、ホウ酸（ホウ酸水素、H_3BO_3）、アルミナ（二酸化アルミニウム、Al_2O_3）、イットリア（酸化イットリウム、Y_2O_3）、ジルコニア（ZrO_2）、窒化アルミニウム（ＡｌＮ）、およびランタナ（酸化ランタン、La_2O_3）の１つまたは複数を含む。

【００５１】

焼結助剤は、コーティング１４０の目標とする緻密化特性を達成するのに適した量で含まれる。この点で、コーティング１４０に含まれる焼結助剤の量は、コーティング１４０の達成可能な強度特性の広い範囲を可能にするために、かなり変えることができる。目標とする緻密化特性は、引き上げ工程におけるシリコン融液中の不活性材料（例えば、窒化ホウ素）の許容可能な相互汚染量によって決定されてもよく、この相互汚染量は、インゴットおよびこれらのインゴットからスライスされたウエハの目標とする抵抗率に依存してもよい。

【００５２】

いくつかの例では、インゴットは高い目標とする抵抗率を有してもよい。高抵抗率インゴットは、少なくとも約５０００Ω－ｃｍ、少なくとも約７５００Ω－ｃｍ、少なくとも約１０，０００Ω－ｃｍ、またはさらには少なくとも約１００，０００Ω－ｃｍの目標とする抵抗率を有してもよい。これらの例では、融液に導入される不要なドーパントが抵抗率変動に比較的大きな影響を及ぼす可能性があるため、相互汚染が好適に最小限に抑えられる。したがって、これらの例では、焼結助剤は、コーティング１４０が焼結されるときに不活性材料（例えば、窒化ホウ素）の少なくとも適度に結合した薄膜を形成するのに十分な量で含まれてもよい。

【００５３】

いくつかの例では、インゴットは比較的低い目標とする抵抗率を有してもよい。例えば、インゴットは、約５０００Ω－ｃｍ未満、例えば約１０００Ω－ｃｍ未満、またはさらには約５００Ω－ｃｍ未満の目標とする抵抗率を有してもよい。これらの例では、シリコン融液中の不活性材料（例えば、窒化ホウ素）の相互汚染が比較的多くても許容される場合がある。したがって、これらの実施例において、焼結助剤は、コーティング１４０が焼結されるときに窒化ホウ素を緻密化するための緩い潤滑システムを提供するのに十分な量で含まれてもよい。

【００５４】

さらに、コーティング１４０に含まれる焼結助剤の量は、コーティング１４０が不活性材料（例えば、窒化ホウ素）によって提供される不活性特性を保持するような量でなければならない。

【００５５】

したがって、コーティング１４０中の焼結助剤と不活性材料（例えば、窒化ホウ素）との質量比は、少なくとも約１：１００から約１：１までであってもよい。通常、焼結助剤は、焼結助剤と不活性材料との質量比が約１：１を超えるような量では添加されない。いくつかの実施形態では、焼結助剤の不活性材料に対する質量比は、約１：５０、約１：４０、約１：３０、約１：２０、約１：１５、約１：１０、約１：９、約１：８、約１：７、約１：６、約１：５、約１：４、約１：３、約１：２、または約１：１である。上述したように、質量比は、コーティング１４０の目標とする緻密化特性を達成するのに適した任意の量として選択されてもよい。コーティング１４０のはけ塗りまたは噴霧塗布において、液体コーティング組成物は、少なくとも約０．０１重量％から最大約３０重量％の焼結助剤を含んでもよい。様々な実施形態では、はけ塗りまたは噴霧塗布によって塗布される液体コーティング組成物は、約１重量％～約２５重量％の焼結助剤、約５重量％～約２０重量％の焼結助剤、または約１０重量％～約１５重量％の焼結助剤を含んでもよい。コーティング１４０のプラズマ溶射用途では、焼結助剤は、上述したように不活性材料粒子と質量比で含まれてもよい。好適には、コーティング１４０がプラズマ溶射によって塗布される場合、質量比は、不活性材料に対する焼結助剤が約１：２０から約１：１、約１：１５から約１：１、または約１：１０から約１：１である。コーティング１４０がプラズマ溶射によって塗布される一例では、不活性材料に対する焼結助剤の質量比は約１：４である。コーティング１４０がプラズマ溶射によって塗布される場合、焼結助剤は、不活性材料粒子の重量に対して、少なくとも約０．０１重量％から最大で約５０重量％の量で含まれてもよい。様々な実施形態では、コーティング１４０がプラズマ溶射によって塗布される場合、焼結助剤は、不活性材料粒子の重量に対して、約１重量％から約５０重量％、約１０重量％から約４０重量％、または約２０重量％から約３０重量％の量で含まれる。一例では、コーティング１４０がプラズマ溶射によって塗布される場合、焼結助剤は、不活性材料粒子の重量に対して約２５重量％の量で含まれる。

【００５６】

上述したように、焼結助剤は、熱コーティングプロセス（例えば、プラズマ溶射）または湿潤様コーティングプロセス（例えば、液体コーティング組成物のはけ塗りまたはエアロゾル噴霧）を用いて塗布できる。焼結助剤は、好適には、不活性材料粒子（例えば、窒化ホウ素）が互いに固着して緻密な硬化コーティング１４０を形成するのに十分な量で含まれる。この点で、焼結助剤は、不活性材料（例えば、窒化ホウ素）から完全にまたは実質的に完全に形成されたコーティング１４０よりもはるかに緩みの少ないコーティング１４０を得るために含まれる。したがって、焼結助剤は、コーティング１４０が窒化ホウ素を粒子として脱落させ結果として溶液１０２を相互汚染する可能性を低減させるのを容易にする。さらに、焼結助剤は、本明細書に記載のコーティング１４０の熱耐久性および不活性機能性を低下させるのを防止するのに適した量で含まれる。すなわち、焼結助剤の量が過剰になると、コーティング１４０の熱耐久性を、不活性材料（例えば、窒化ホウ素）から全体的にまたは実質的に全体的に形成されたコーティング１４０の熱耐久性を大幅に下回らせる可能性がある。一実施例では、コーティング１４０はプラズマ溶射によって塗

布され、コーティング１４０は、不活性材料としての窒化ホウ素と、炭化ケイ素（ＳｉＣ）、イットリア（酸化イットリウム、Y_2O_3）、窒化アルミニウム（ＡｌＮ）、ランタナ（酸化ランタン、La_2O_3）、およびこれらの材料の２種以上の混合物から選択される焼結助剤との微粒子混合物から形成され、この場合、窒化ホウ素に対する焼結助剤の質量比が約１：４（つまり、焼結助剤は、窒化ホウ素の重量に対して約２５重量％の量で含まれる）である。

【００５７】

不活性材料粒子（例えば、窒化ホウ素）および焼結助剤を含むコーティング１４０（またはコーティング１４０を形成するために使用されるコーティング組成物）を焼結して、コーティング１４０を緻密化および強化することは、上述したように実施されてもよい。しかしながら、焼結工程は、特定の焼結工程に限定されるものではなく、コーティング１４０が、液体溶液として塗布されたコーティング組成物から形成されても、またはプラズマ溶射によって形成されても、焼結工程が利用されてもよい。焼結助剤は、真空中、不活性ガス雰囲気中、空気中のいずれで焼結しても、本明細書に説明したように好適に機能できる。空気中で焼結する場合、酸化物（例えば、シリカ、ホウ酸、アルミナ、イットリア、ジルコニア、およびランタナ）を含む焼結助剤は、焼結時に空気中で最も反応しにくいので好適には使用される。さらに、焼結にはいくつかのメカニズムが有効であることを理解すべきである。例えば、粒界間のガラス質相形成などのメカニズムは、ガラス質系の粘度にもよるが、９００℃という低い温度で開始されることもあるが、より一般的には１２００℃から１８００℃の範囲であり、これは高温での所望の処理時間に依存する。別のメカニズムとしては、焼結助剤の蒸発と凝縮があり、焼結助剤を蒸発させることにより輸送とそれに続く緻密化が起こり、焼結助剤が蒸気輸送された後、成分が蒸気凝縮モードで凝縮し、それに続く緻密化と強度発現が起こる。他のメカニズムは、焼結助剤内での固体の拡散で、これもまた強度の向上につながる。所定の温度または圧力における強度または物理特性の発現の程度は、要因として同様に時間にも左右される。

【００５８】

図３Ａ及び図３Ｂを参照して、焼結助剤と不活性材料粒子（例えば、窒化ホウ素）との混合物の分布例３００Ａ及び３００Ｂが示されている。特に、これらは、焼結コーティング１４０の強度を向上させやすくするために、不活性材料粒子と焼結助剤の混合物を得るための２つのアプローチ例を示している。

【００５９】

図３Ａにおいて、分離された微粒子混合物３００Ａは、不活性材料粒子３０４Ａと直接に混合された焼結助剤粒子３０２Ａを含む。分離された粒子混合物３００Ａは、不活性材料の粒子３０４Ａおよび焼結助剤の粒子３０２Ａとして、粒子をプラズマ溶射してコーティング１４０（図２）を形成するための高温プラズマジェットに供給されてもよい。さらに、分離された微粒子混合物３００Ａは、不活性材料の分離された粒子３０４Ａおよび焼結助剤の粒子３０２Ａとしてコーティング組成物に添加されてもよく、それにより、粒子３０２Ａおよび３０４Ａは、例えば、媒体、分散剤、バインダ、安定剤などを含む液体溶液中に懸濁される。

【００６０】

図３Ｂにおいて、被服微粒子混合物３００Ｂは、焼結助剤３０２Ｂでコーティングされた不活性材料粒子３０４Ｂを含む。被覆微粒子混合物３００Ｂを形成するために、焼結助剤３０２Ｂを水溶液に添加し、不活性材料の粒子３０４Ｂを、焼結助剤３０２Ｂを含む溶液で洗浄する。不活性材料粒子３０４Ｂを被覆するための洗浄の後、スラリーを乾燥させて水性媒体（例えば、水）を除去し、それによってコーティングされた微粒子混合物３００Ｂを製造する。コーティングされた微粒子混合物３００Ｂは、その後、コーティングされた微粒子混合物３００Ｂをプラズマ溶射してコーティング１４０（図２）を形成するための高温プラズマジェットに供給されてもよい。さらに、コーティングされた微粒子混合物３００Ｂは、コーティング組成物に添加されてもよく、それにより、コーティングされた微粒子混合物３００Ｂは、例えば、媒体、分散剤、バインダ、安定剤などを含む液体溶

液中に懸濁される。

【００６１】

この２つのアプローチは、本開示に係る不活性材料粒子と焼結助剤との混合物について、より広い範囲の機能性を促進し得る。選択されるアプローチは、使用が意図されている焼結助剤の量に依存しており、そこから十分な焼結強度が得られる。このように、選択されるアプローチは、コーティング１４０の目標とする緻密化特性、コーティング１４０の目標とする不活性度、および／または相互汚染の許容レベルに依存する。コーティングされた微粒子混合物３００Ｂ（図３Ｂに示す）の１つの利点は、混合物３００Ｂが、焼結助剤３０２Ｂと接触するであろう他の粒に対して、焼結助剤３０２Ｂのより高い点接触を提供することである。従って、コーティング１４０の機械的強度を得るためには、焼結助剤３０２Ｂを潜在的に少なくすることが必要であってもよい。しかしながら、微粒子混合物３００Ｂの前処理自体は、コーティング１４０の所望の機械的特性をもたらす焼結助剤３０２Ｂでコーティングされた不活性材料粒子３０４Ｂの粒径を制御するだけでなく、そのような分布を得るために、いくつかの追加の工程を必要とする。逆に、分離された微粒子混合物３００Ａ（図３Ａに示す）は、焼結助剤粒子３０２Ａと不活性材料粒子３０４Ａの流入粒度分布を利用した機械的混合物のより多くである。焼結助剤粒子３０２Ａが粒を挟んで互いに接触する粒子間接触は、発生率が低いため、焼結助剤粒子３０２Ａの重量負荷を高くする必要がある場合がある。粒子の実際の形態および分布は、所望の被膜密度、耐スクラッチ性、耐久性など、最終コーティング１４０に望まれる要因に基づいて選択されてもよい。

【００６２】

開示されたコーティングを使用する利点には、黒鉛サセプタからの炭素（Ｃ）と石英るつぼからのシリカ（SiO_2）との反応（Ｃ（ｓ）＋SiO_2（ｓ）→ＣＯ（ｇ）＋ＳｉＯ（ｇ））から生じる酸化炭素（ＣＯ）および酸化ケイ素（ＳｉＯ）などのガス状生成物の形成を低減しまたは防止することが含まれる。その他の利点としては、コーティングの形成に使用される不活性材料の緻密化を促進し、それによってコーティングの強度を高め、シリコン融液と不活性コーティング材料との相互汚染を低減することが含まれる。さらに、このコーティングは、引き上げ工程により成長させたインゴットの目標とする仕様に合わせることができる、より幅広い機能性を促進する材料を利用している。さらに、コーティングは、好適には半永久的な薄膜として塗布でき、引き上げ工程の間に必要なコーティング塗布の頻度を減らすことを容易にする。

【００６３】

本明細書において、寸法、濃度、温度、またはその他の物理的もしくは化学的性質もしくは特性の範囲とともに使用される「約」、「実質的に」、「本質的に」、および「おおよそ」という用語は、例えば、丸め、測定方法、またはその他の統計的変動に起因する変動を含め、性質もしくは特性の範囲の上限および／または下限に存在し得る変動を網羅することを意味する。

【００６４】

本開示の要素またはその実施形態（複数可）を紹介する場合、冠詞「ａ」、「ａｎ」、「ｔｈｅ」および「ｓａｉｄ」は、要素が１つ以上あることを意味することを意図している。「ｃｏｍｐｒｉｓｉｎｇ」、「ｉｎｃｌｕｄｉｎｇ」、「ｃｏｎｔａｉｎｉｎｇ」、および「ｈａｖｉｎｇ」という用語は、包括的であることを意図しており、列挙された要素以外の追加要素が存在する可能性があることを意味する。特定の向きを示す用語（例えば、「上」、「底」、「横」など）の使用は、説明の便宜のためであり、説明されるアイテムの特定の向きを要求するものではない。

【００６５】

本開示の範囲から逸脱することなく、上記の構成および方法において様々な変更がなされ得るため、上記の説明に含まれ、添付図面に示されるすべての事項は、例示的なものとして解釈され、限定的な意味において解釈されないことが意図される。

【図面】

【図１】

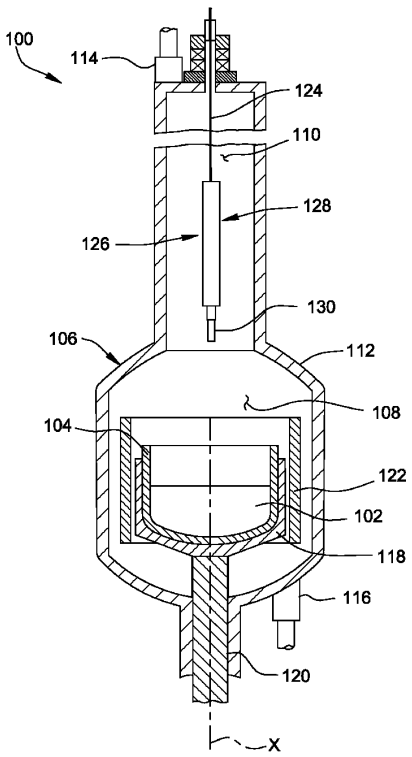

FIG. 1

【図２】

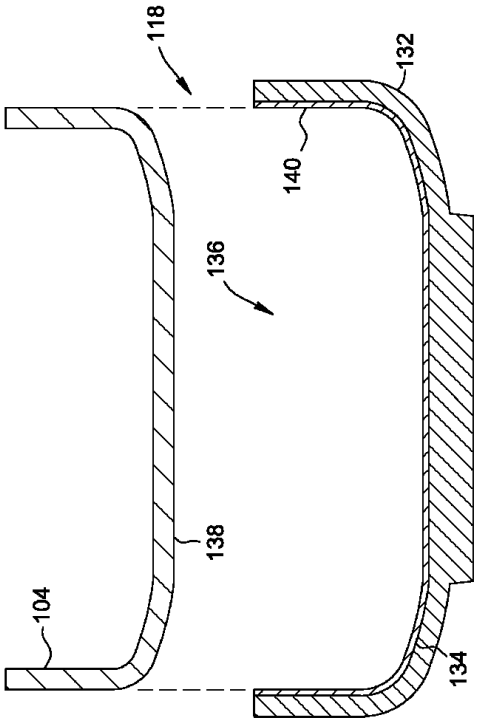

FIG. 2

【図３Ａ】

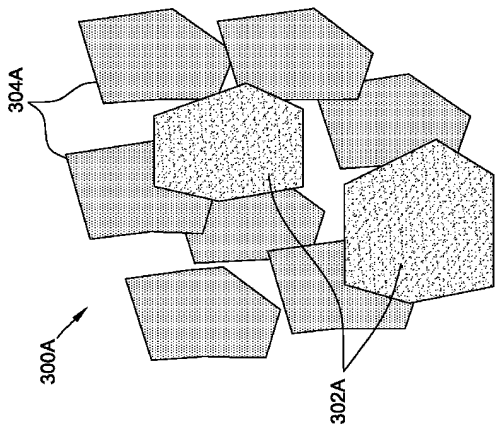

FIG. 3A

【図３Ｂ】

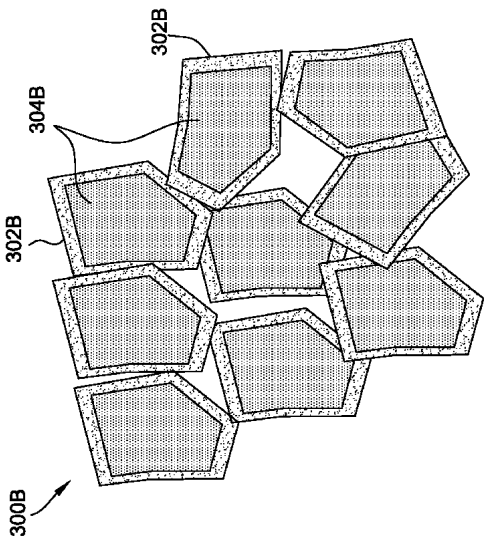

FIG. 3B

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2023/023812

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C30B15/10 C09D1/00 C30B29/06
ADD.

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)
C30B C09G C09D C04B

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

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2014/182511 A1 (RATHOD SHAILENDRA B [US] ET AL) 3 July 2014 (2014-07-03) claims 1-20 paragraphs [0003], [0005]	1-25
A	GB 1 448 732 A (LUCAS INDUSTRIES LTD) 8 September 1976 (1976-09-08) column 2, lines 40,59-82	1,9,10, 16-19
A	WO 2004/053207 A1 (VESUVIUS FRANCE SA [FR]; SHIMIZU KOICHI [JP] ET AL.) 24 June 2004 (2004-06-24) claim 4	1,9,10, 16-19
A	US 5 858 486 A (METTER ROBERT HOWARD [US] ET AL) 12 January 1999 (1999-01-12) claims 1-27	1-25

-/--

[x] Further documents are listed in the continuation of Box C. [x] 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	Date of mailing of the international search report
8 September 2023	15/09/2023

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Reich, Claus

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2023/023812

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 02/072926 A1 (HITCO CARBON COMPOSITES INC [US]) 19 September 2002 (2002-09-19) claims 1-13	1-25

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2023/023812

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2014182511 A1	03-07-2014	NONE	
GB 1448732 A	08-09-1976	NONE	
WO 2004053207 A1	24-06-2004	AT 335094 T	15-08-2006
		AU 2002358101 A1	30-06-2004
		BR 0215961 A	13-09-2005
		CA 2507389 A1	24-06-2004
		CN 1742120 A	01-03-2006
		DE 60213687 T2	18-10-2007
		EP 1570117 A1	07-09-2005
		ES 2269794 T3	01-04-2007
		MX PA05006031 A	18-08-2005
		RU 2303663 C2	27-07-2007
		UA 81278 C2	25-12-2007
		US 2006057317 A1	16-03-2006
		WO 2004053207 A1	24-06-2004
US 5858486 A	12-01-1999	DE 1007225 T1	01-03-2001
		EP 1007225 A1	14-06-2000
		IL 132591 A	12-02-2003
		JP 3454516 B2	06-10-2003
		JP 2000513702 A	17-10-2000
		KR 20010020451 A	15-03-2001
		MY 116744 A	31-03-2004
		TW 495563 B	21-07-2002
		US 5858486 A	12-01-1999
		WO 9855238 A1	10-12-1998
WO 02072926 A1	19-09-2002	US 2002166503 A1	14-11-2002
		WO 02072926 A1	19-09-2002

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

,MC,ME,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MU,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW
０１

(72)発明者　ルーター，ウィリアム
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピーターズ、パール・ドライブ５０１
(72)発明者　ハドソン，カリシマ マリー
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピーターズ、パール・ドライブ５０１
(72)発明者　リュー，ジェウ
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピーターズ、パール・ドライブ５０１

Ｆターム（参考）　4G077　AA02 BA04 CF10 EG02 PD11 PD12