

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年3月12日(12.03.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/050145 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/66 (2006.01) *C30B 29/06* (2006.01)
C30B 15/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/034034
- (22) 国際出願日: 2019年8月30日(30.08.2019)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2018-164532 2018年9月3日(03.09.2018) JP
- (71) 出願人: 株式会社SUMCO (SUMCO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 大戸 貴史(NEGI Takafumi); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP). 江里口 和隆(ERIGUCHI Kazutaka); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP). 三次 伯知(MITSUGI Noritomo); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP). 佐俣 秀一(SAMATA Shuichi); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人特許事務所サイクス(SIKS & CO.); 〒1040031 東京都中央区京橋一丁目8番7号 京橋日殖ビル8階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,

(54) Title: EVALUATION METHOD OF CARBON CONCENTRATION IN SILICON SAMPLE, EVALUATION METHOD OF SILICON WAFER MANUFACTURING PROCESS, MANUFACTURING METHOD OF SILICON WAFERS, AND MANUFACTURING PROCESS OF SILICON SINGLE CRYSTAL INGOT

(54) 発明の名称: シリコン試料の炭素濃度評価方法、シリコンウェーハ製造工程の評価方法、シリコンウェーハの製造方法およびシリコン単結晶インゴットの製造方法

(57) Abstract: An evaluation method of the carbon concentration in a silicon sample is provided in which hydrogen atoms are introduced into the silicon sample under evaluation; the silicon sample under evaluation, into which the hydrogen atoms were introduced, is subjected to evaluation with an evaluation method that evaluates the trap level in the band gap of the silicon; and, on the basis of the evaluation results obtained in the aforementioned evaluation that relate to the density of at least one trap level selected from the group consisting of Ec-0.10eV, Ec-0.13eV and Ec-0.15eV, the carbon concentration of the silicon sample under evaluation is evaluated. The aforementioned introduction of hydrogen atoms is performed by contacting the silicon sample under evaluation with a solution, and said solution is nitrohydrochloric acid with the molar ratio (HNO₃/(HNO₃+HF)) in the range 0.72-0.82 or 0.87-0.91.

(57) 要約: 評価対象シリコン試料に水素原子を導入すること、上記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価する評価法による評価に付すこと、および上記評価により得られた評価結果の中で、Ec-0.10eV、Ec-0.13eVおよびEc-0.15eVからなる群から選ばれる少なくとも1つのトラップ準位の密度に関する評価結果に基づき、上記評価対象シリコン試料の炭素濃度を評価することを含み、上記水素原子の導入を評価対象シリコン試料を溶液と接触させることにより行い、かつ上記溶液はモル比(HNO₃/(HNO₃+HF))が0.72以上0.82以下の範囲または0.87以上0.91以下の範囲のフッ硝酸であるシリコン試料の炭素濃度評価方法が提供される。

TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称：

シリコン試料の炭素濃度評価方法、シリコンウェーハ製造工程の評価方法、シリコンウェーハの製造方法およびシリコン単結晶インゴットの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン試料の炭素濃度評価方法、シリコンウェーハ製造工程の評価方法、シリコンウェーハの製造方法およびシリコン単結晶インゴットの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、シリコン試料の炭素濃度を評価することが検討されている（例えば特許文献1参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2017-191800号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 半導体基板として使用されるシリコンウェーハには、デバイス特性の低下を引き起こす不純物汚染を低減することが望まれる。近年、シリコンウェーハに含まれる不純物として炭素が注目され、シリコンウェーハの炭素汚染を低減することが検討されている。

[0005] 炭素汚染低減のためには、シリコン試料の炭素濃度を評価し、評価結果に基づき、シリコンウェーハの製造工程やシリコンウェーハを切り出すシリコン単結晶インゴットの製造工程を、製造工程で混入する炭素を低減するように管理することが望ましい。シリコン試料の炭素濃度を評価するための新たな方法を見出すことは、そのような工程管理を行ううえで有用である。

[0006] 本発明の一態様は、シリコン試料の炭素濃度を評価するための新たな方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の一態様は、

評価対象シリコン試料に水素原子を導入すること、

上記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価する評価法による評価に付すこと、および

上記評価により得られた評価結果の中で、 E_c （伝導帯の底のエネルギー） -0.10 eV 、 $E_c-0.13\text{ eV}$ および $E_c-0.15\text{ eV}$ からなる群から選ばれる少なくとも1つのトラップ準位の密度に関する評価結果に基づき、上記評価対象シリコン試料の炭素濃度を評価すること、を含み、

上記水素原子の導入を、評価対象シリコン試料を溶液と接触させることにより行い、かつ

上記溶液は、モル比（ $\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$ ）が 0.72 以上 0.82 以下の範囲または 0.87 以上 0.91 以下の範囲のフッ硝酸である、シリコン試料の炭素濃度評価方法（以下、「炭素濃度評価方法」とも記載する。））、

に関する。

[0008] 一態様では、上記炭素濃度評価方法において、上記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、電子線照射処理を行うことなく、上記評価に付すことができる。

[0009] 一態様では、上記評価対象シリコン試料の炭素濃度の評価を、上記評価により得られた評価結果の中で、 $E_c-0.15\text{ eV}$ のトラップ準位の密度に関する評価結果に基づいて行うことができる。

[0010] 一態様では、上記評価法は、DLTS法（Deep-Level Transient Spectroscopy）であることができる。

[0011] 本発明の一態様は、

評価対象のシリコンウェーハ製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度を上記炭素濃度評価方法により評価すること、および

上記評価の結果に基づき評価対象のシリコンウェーハ製造工程における炭素汚染の程度を評価すること、

を含むシリコンウェーハ製造工程の評価方法（以下、「製造工程評価方法」とも記載する）、

に関する。

[0012] 本発明の一態様は、

上記製造工程評価方法によりシリコンウェーハ製造工程の評価を行うこと、および

上記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルと判定されたシリコンウェーハ製造工程において、または、上記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルを超えると判定されたシリコンウェーハ製造工程に炭素汚染低減処理を施した後に、このシリコンウェーハ製造工程において、シリコンウェーハを製造すること、

を含むシリコンウェーハの製造方法、

に関する。

[0013] 本発明の一態様は、

シリコン単結晶インゴットを育成すること、

上記シリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料の炭素濃度を、上記炭素濃度評価方法により評価すること、

上記評価の結果に基づき、シリコン単結晶インゴットの製造条件を決定すること、および、

決定された製造条件下でシリコン単結晶インゴットを育成すること、

を含むシリコン単結晶インゴットの製造方法、

に関する。

発明の効果

[0014] 本発明の一態様によれば、シリコン試料の炭素濃度を評価するための新たな

な方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]実施例で使用されたシリコン単結晶引き上げ装置の構成を示す説明図である。

[図2]実施例および比較例で得られた各モル比のフッ硝酸を用いてウェット処理された試料について求められたトラップ準位密度を示すグラフである。

[図3]実施例および比較例で得られた各モル比のフッ硝酸を用いてウェット処理された試料について求められたトラップ準位密度を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0016] [シリコン試料の炭素濃度評価方法]

本発明の一態様は、評価対象シリコン試料に水素原子を導入すること、上記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価する評価法による評価に付すこと、および上記評価により得られた評価結果の中で、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ および $E_c - 0.15 \text{ eV}$ からなる群から選ばれる少なくとも1つのトラップ準位の密度に関する評価結果に基づき、上記評価対象シリコン試料の炭素濃度を評価することを含み、上記水素原子の導入を評価対象シリコン試料を溶液と接触させることにより行い、かつ上記溶液はモル比 ($\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$) が 0.72 以上 0.82 以下の範囲または 0.87 以上 0.91 以下の範囲のフッ硝酸であるシリコン試料の炭素濃度評価方法に関する。

[0017] 上記炭素濃度評価方法において行われる水素原子の導入により、シリコンのバンドギャップ中に上記 E_c のトラップ準位を形成することができる。こうして、上記 E_c のトラップ準位の密度に関する評価結果を得ることが可能となる。そのような評価結果の一例としては、DLTS法による評価によって得られるピーク強度 (DLTS信号強度) を挙げることができる。この点について詳細は後述する。

トラップ準位に関しては、水素原子導入後のシリコンのバンドギャップ中

の上記E cのトラップ準位は炭素関連準位であり、このトラップ準位の密度はシリコン試料の炭素濃度と相関する。したがって、水素原子導入後に行われる評価により得られる上記E cのトラップ準位の密度に関する評価結果、即ち、トラップ準位の密度と相関する評価結果は、シリコン試料の炭素濃度と相関する。更に、本発明者らの鋭意検討の結果、評価対象シリコン試料への水素原子の導入をフッ硝酸との接触により行う場合、フッ硝酸中の酸成分である HNO_3 と HF との混合比により上記評価法によって評価される上記E cのトラップ準位の密度の値が変化すること、そして先に記載の範囲のモル比で HNO_3 と HF とを含むフッ硝酸を使用することによってトラップ準位の密度を高めることが可能となることが、新たに見出された。これは、シリコン試料をフッ硝酸と接触させるとシリコン試料中での水素原子の拡散とシリコン試料表面のエッチング反応とが並行して生じること起因し、シリコン試料への実効的な水素原子導入量がフッ硝酸の HNO_3 と HF との混合比によって変化するためと推察される。トラップ準位の密度が高くなるほど、例えばDLTS法においては、測定されるDLTS信号強度の値は大きくなる。例えば、ある炭素濃度のシリコン試料について、トラップ準位密度の値をより高密度の値として得ることができれば、微量炭素であっても高感度に検出および評価することが可能になる。即ち、評価対象シリコン試料への水素原子の導入を上記モル比で HNO_3 と HF とを含むフッ硝酸を用いて行うことは、炭素濃度の評価の感度向上に寄与すると考えられる。

以下、上記炭素濃度評価方法について、更に詳細に説明する。

[0018] <評価対象シリコン試料>

上記炭素濃度評価方法の評価対象とされるシリコン試料は、例えば、シリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料であることができる。例えば、シリコン単結晶インゴットからウェーハ形状に切り出した試料から更に一部を切り出して得た試料を、評価に付すことができる。また、評価対象シリコン試料は、半導体基板として用いられる各種シリコンウェーハ（例えば、ポリッシュドウェーハ、エピタキシャルウェーハ等）から切り出した

シリコン試料であることもできる。上記シリコンウェーハは、シリコンウェーハに通常行われる各種加工処理（例えば、研磨、エッチング、洗浄等）が付されたシリコンウェーハであることもできる。シリコン試料は、*n*型シリコンであっても*p*型シリコンであってもよい。また、シリコン試料の抵抗率は、例えば $1 \sim 1000 \Omega \text{ cm}$ 程度であることができるが、特に限定されない。

[0019] 評価対象シリコン試料の格子間酸素 O_i の濃度（以下、「酸素濃度」と記載する。）は、特に限定されるものではない。一態様では、評価対象シリコン試料の酸素濃度は、例えば、 $1.0 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上（例えば $1.0 \times 10^{17} \sim 27.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ ）であることができる。ここでいう酸素濃度は、FT-IR法（Fourier Transform Infrared Spectroscopy）により測定される値とする。例えばチョクラルスキー法（CZ法）により育成されたシリコン単結晶に由来するシリコン試料は、通常、酸素を含んでいる。一方、特許文献1（特開2017-191800号公報）に記載されているように、シリコン試料の炭素濃度評価方法として従来提案されていたルミネッセンス法では、定量される炭素濃度が酸素濃度に依存してしまう。これは、従来提案されていたルミネッセンス法では、電子線照射を要するためである。そのため、ルミネッセンス法では、酸素濃度が高いシリコン試料ほど、炭素濃度の評価の精度は低下する傾向がある。これに対し、水素原子の導入により、電子線照射を行わなくとも、上記の炭素関連準位を、活性化した状態で形成することができる。その結果、酸素濃度に依存することなく、炭素濃度を評価することが可能になる。これにより、酸素濃度が比較的高いシリコン試料、例えば酸素濃度が上記範囲であるシリコン試料の炭素濃度も、高精度に評価することができる。本発明および本明細書における「電子線照射処理を行わない」とは、シリコン試料に対して積極的に電子線を照射する処理を行わないことをいい、太陽光、照明等の下で不可避免的に生じる電子線照射は許容されるものとする。また、電子線とは、電子に加速電圧を加えて得られる電子の

流れである。電子線照射処理は、リードタイムが長い、大規模設備を要する、コスト増を招く、電子線照射工程に加えて保護酸化膜の作製等を要し工程数が増える等の点で課題がある。したがって、電子線照射処理を行わなくともシリコン試料の炭素濃度を評価できることは好ましい。ただし、上記炭素濃度評価方法の評価対象シリコン試料の酸素濃度は、先に例示した範囲に限定されるものではない。また、上記炭素濃度評価方法の一態様では、公知の方法により電子線照射を行うこともできる。

[0020] <評価対象シリコン試料への水素原子の導入>

評価対象シリコン試料には、水素原子が導入される。水素原子を導入することにより、炭素関連準位である上記E cのトラップ準位を形成することができる。上記炭素濃度評価方法では、水素原子の導入は溶液との接触（ウェット処理）によって行われ、この溶液として上記範囲のモル比で HNO_3 と HF とを含むフッ硝酸（ HNO_3 と HF との混酸水溶液）が使用される。例えば、硝酸（硝酸水溶液）とフッ酸（フッ化水素酸の水溶液）とを混合してフッ硝酸を調製する場合、モル比は、以下のように算出されるモル数から求められる。

$$\text{HNO}_3 \text{のモル数} = \text{硝酸の液量} \times \text{密度} \times \text{濃度} / \text{分子量}$$

$$\text{HFのモル数} = \text{フッ酸の液量} \times \text{密度} \times \text{濃度} / \text{分子量}$$

液量の単位は例えばmLであり、密度の単位は例えばg/mLである。フッ硝酸は、例えば、 HNO_3 濃度69質量%の硝酸と HF 濃度50質量%のフッ酸とを混合することによって調製することができる。上記モル比は、硝酸とフッ酸との混合比によって調整することができる。

[0021] 評価対象シリコン試料への水素原子の導入に用いられるフッ硝酸のモル比（ $\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$ ）は、0.72以上0.82以下の範囲または0.87以上0.91以下の範囲である。フッ硝酸における HF の割合が高いこと（換言すれば HNO_3 の割合が低いこと）は、評価対象シリコン試料の表面平滑性低下による評価結果の再現性低下を引き起こし得る。これに対し、上記モル比が0.72以上であれば、フッ硝酸との接触による表面平滑

性の低下を抑制することができる。また、上記モル比が0.72以上0.82以下の範囲または0.87以上0.91以下の範囲であることにより、上記評価法により評価されるトラップ準位の密度を高めることができる。上記トラップ準位の密度をより高める観点からは、0.72以上0.82以下の範囲において、上記モル比は0.80以下であることが好ましく、0.78以下であることがより好ましく、0.76以下であることが更に好ましい。また、上記トラップ準位密度をより高める観点からは、0.87以上0.91以下の範囲において、上記モル比は0.90以下であることが好ましく、0.89以下であることがより好ましい。

[0022] 例えば評価対象シリコン試料の全部または一部をフッ硝酸に浸漬することによって、評価対象シリコン試料と上記フッ硝酸とを接触させることができる。評価対象シリコン試料の一部をフッ硝酸に浸漬する場合には、上記評価法による評価の際に被評価面となる表面を少なくともフッ硝酸に浸漬することが好ましい。評価対象シリコン試料と上記フッ硝酸との接触時間は、例えば1～10分間とすることができる。また、フッ硝酸の液温は、制御しなくてもよく、制御（加熱または冷却）してもよい。一態様では、フッ硝酸の液温の制御を行わずに室温下でフッ硝酸を評価対象シリコン試料と接触させることができる。上記フッ硝酸との接触後、必要に応じて評価対象シリコン試料を水洗、乾燥等の後処理に付してもよい。上記フッ硝酸との接触により水素原子が導入された評価対象シリコン試料は、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価する評価法による評価に付される。

[0023] <水素原子を導入したシリコン試料の評価>

上記炭素濃度評価方法では、炭素関連準位として、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ または $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位を用いる。 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ および $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位は、水素原子の導入によって、各種評価法により検出可能な活性化した状態で形成されると考えられる。こうして、上記トラップ準位（炭素関連準位）の密度に基づいて、炭素濃度を評価することが可能となる。更に、水

素原子導入のためのウェット処理に用いる溶液として先に記載した範囲のモル比で HNO_3 と HF とを含むフッ硝酸を使用することにより、上記トラップ準位の密度を高めることができる。トラップ準位密度に関する評価は、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価することができる各種評価法によって行うことができる。そのような評価法としては、DLTS法、ライフタイム法、ICTS法 (Isothermal Capacitance Transient Spectroscopy)、低温フォトルミネッセンス (PL) 法、カソードルミネッセンス (CL) 法等を挙げることができる。なお従来のPL法およびCL法 (ルミネッセンス法) による炭素濃度の評価では、電子線照射処理が不可欠であった。これに対し上記炭素濃度評価方法によれば、水素原子の導入により上記 E_c のトラップ準位が活性化した状態で形成されることによって、電子線照射処理を行わなくとも、上記トラップ準位の密度に基づき炭素濃度を評価することが可能となる。各種評価法による測定の手法については、公知技術を何ら制限なく適用できる。

[0024] 例えばDLTS法は、より高感度な炭素定量を可能にする観点から、好ましい評価法である。DLTS法では、通常、評価対象シリコン試料の一部を切り出して得た測定用試料に、半導体接合 (ショットキー接合またはpn接合) およびオーミック層を形成して作製したダイオード (試料素子) について測定 (DLTS測定) が行われる。一般に、DLTS測定に付される試料の表面は平滑性が高いことが好ましい。したがって、測定用試料を切り出す前の評価対象シリコン試料、または評価対象シリコン試料から切り出した測定用試料に、表面平滑性向上のためにエッチング、研磨加工等を任意に行うこともできる。エッチングは、ミラーエッチングが好ましい。また、研磨加工は鏡面研磨加工を含むことが好ましい。例えば、評価対象シリコン試料がシリコン単結晶インゴットまたはインゴットの一部の場合、かかる評価対象シリコン試料から切り出した測定用試料を研磨加工した後に試料素子を作製することが好ましく、鏡面研磨加工した後に試料素子を作製することがより好ましい。研磨加工としては、鏡面研磨加工等のシリコンウェーハに施され

る公知の研磨加工を行うことができる。一方、通常、シリコンウェーハは鏡面研磨加工等の研磨加工を経て得られる。したがって、評価対象シリコン試料がシリコンウェーハである場合、シリコンウェーハから切り出した測定用試料の表面は、研磨加工なしでも高い平滑性を有することが通常である。評価法としてDLTS法を用いる場合、DLTS法により得られる各ピークの合計として得られるDLTSスペクトルを公知の方法でフィッティング処理することにより、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ または $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位のDLTSスペクトルを分離することができる。例えば、周波数250 HzでのDLTS測定では、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ のトラップ準位密度は76 K付近のピーク、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ のトラップ準位密度は87 K付近のピーク、 $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位密度は101 K付近のピークのピーク強度（DLTS信号強度）に基づき炭素濃度を求めることができる。炭素濃度を求めるために用いるピークは、上記3つのピークの少なくとも1つであり、2つまたは3つのピークを用いてもよい。通常、ピーク強度の値が大きいほど炭素濃度が高いと判定することができる。より高精度な炭素濃度評価を行う観点からは、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ および／または $E_c - 0.15 \text{ eV}$ における評価結果に基づき、評価対象シリコン試料の炭素濃度を求めることが好ましい。

- [0025] DLTS測定は、通常、以下の方法によって行われる。シリコン試料の一方の表面に半導体接合（ショットキー接合またはpn接合）を形成し、他方の表面にオーミック層を形成してダイオード（試料素子）を作製する。この試料素子の容量（キャパシタンス）の過渡応答を、温度掃引を行いながら周期的に電圧を印加し測定する。電圧の印加は、通常、空乏層を形成する逆方向電圧と空乏層中のトラップ準位にキャリアを充填するためのパルス電圧を、交互かつ周期的に印加して行われる。好ましい空乏層形成領域の位置および幅は、シリコン試料の抵抗率に依存する。空乏層は、例えば、評価対象シリコン試料の表面から深さ $1 \mu\text{m} \sim 60 \mu\text{m}$ 程度の領域に、 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ 程度の幅で形成することができ、好ましくは $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度の幅で形成する

ことができる。一方、評価対象シリコン試料の厚みは、例えば100～1000 μm 程度であることができる。ただし、この範囲に限定されるものではない。測定領域の位置（測定深さ）は、空乏層を形成するために印加される逆方向電圧によって制御することができる。また、形成される空乏層の幅も、逆方向電圧によって制御することができる。温度に対してDLTS信号をプロットすることにより、DLTSスペクトルを得ることができる。DLTS測定により検出された各ピークの合計として得られるDLTSスペクトルを公知の方法でフィッティング処理することにより、各トラップ準位のDLTSスペクトルを分離しピークを検出することができる。

[0026] <炭素濃度の評価>

評価法としていずれの方法を用いる場合にも、 $E_c - 0.10\text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13\text{ eV}$ および $E_c - 0.15\text{ eV}$ からなる群から選ばれる少なくとも1つのトラップ準位の密度に関する評価結果に基づく炭素濃度の評価は、検量線を用いて行うことができ、または検量線を用いずに行うことができる。検量線を用いない場合、例えば、評価結果として得られた値が大きいほど、炭素濃度が高いと判定する相対的な判定基準によって、炭素濃度を評価することができる。例えば、DLTSスペクトルのピーク強度（DLTS信号強度）の値が大きいほど炭素濃度が高いと判定することができる。また、検量線を用いる場合には、検量線としては、例えば、評価対象シリコン試料について得られた評価結果（例えばDLTS信号強度）から求められるトラップ準位の密度と既知炭素濃度との相関関係を示す検量線を作成することが好ましい。各種評価結果からトラップ準位の密度を求める関係式は、公知である。また、上記の既知炭素濃度は、評価対象シリコン試料の評価に用いる評価法以外の方法によって測定して求めることができる。例えば、評価対象シリコン試料をDLTS法により評価する場合、上記の既知炭素濃度は、例えばSIMS法やFT-IR法により求めることができる。これらの方法によって求められた評価結果から炭素濃度を求める関係式も公知である。検量線を作成するために評価対象シリコン試料と同じ評価法による評価に付される

シリコン試料（検量線作成用シリコン試料）と既知炭素濃度を求めるためのシリコン試料とは、同じシリコン試料（例えば、同じインゴット、同じウェーハ等）から切り出されたシリコン試料であるか、または同じ製造工程を経たシリコン試料であることが好ましい。検量線作成に関しては、特許文献１（特開２０１７－１９１８００号公報）の段落００３８～００４０も参照できる。検量線作成用シリコン試料は、水素原子導入処理等の各種処理を評価対象シリコン試料と同様に施されたシリコン試料であることが好ましい。例えば、検量線作成用シリコン試料への水素原子の導入は、評価対象シリコン試料への水素原子導入に用いられるフッ硝酸と同じモル比のフッ硝酸を用いて行うことが好ましい。

[0027] [シリコンウェーハ製造工程の評価方法およびシリコンウェーハの製造方法]

本発明の一態様は、評価対象のシリコンウェーハ製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度を上記炭素濃度評価方法により評価すること、および、上記評価の結果に基づき評価対象のシリコンウェーハ製造工程における炭素汚染の程度を評価すること、を含むシリコンウェーハ製造工程の評価方法に関する。

[0028] また、本発明の一態様は、上記シリコンウェーハ製造工程の評価方法によりシリコンウェーハ製造工程の評価を行うこと、および、上記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルと判定されたシリコンウェーハ製造工程において、または、上記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルを超えると判定されたシリコンウェーハ製造工程に炭素汚染低減処理を施した後に、このシリコンウェーハ製造工程において、シリコンウェーハを製造すること、を含むシリコンウェーハの製造方法に関する。

[0029] 上記製造工程評価方法における評価対象のシリコンウェーハ製造工程は、製品シリコンウェーハを製造する一部の工程または全部の工程であることができる。製品シリコンウェーハの製造工程は、一般に、シリコン単結晶インゴットからのウェーハの切り出し（スライシング）、研磨やエッチング等の

表面処理、洗浄工程、更にウェーハの用途に応じて必要により行われる後工程（エピタキシャル層形成等）を含む。これらの各工程および各処理はいずれも公知である。

[0030] シリコンウェーハの製造工程では、製造工程で用いられる部材とシリコンウェーハとの接触等により、シリコンウェーハに炭素汚染が発生し得る。評価対象の製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度を評価して炭素汚染の程度を把握することにより、評価対象のシリコンウェーハ製造工程に起因して製品シリコンウェーハに炭素汚染が発生する傾向を把握することができる。即ち、評価対象の製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度が高いほど、評価対象の製造工程において炭素汚染が発生し易い傾向があると判定することができる。したがって、例えば、あらかじめ炭素濃度の許容レベルを設定しておき、評価対象のシリコンウェーハ製造工程において製造されたシリコンウェーハについて求められた炭素濃度が許容レベルを超えたならば、評価対象の製造工程を、炭素汚染発生傾向が高く製品シリコンウェーハの製造工程としては使用不可と判定することができる。そのように判定された評価対象のシリコンウェーハ製造工程は、炭素汚染低減処理を施した後に製品シリコンウェーハの製造に用いることが好ましい。この点の詳細は、更に後述する。

[0031] 評価対象のシリコンウェーハ製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度は、上記の本発明の一態様にかかる炭素濃度評価方法によって求められる。上記炭素濃度評価方法の詳細は、先に詳述した通りである。炭素濃度評価に付すシリコンウェーハは、評価対象のシリコンウェーハ製造工程で製造された少なくとも1枚のシリコンウェーハであり、2枚以上のシリコンウェーハであってもよい。2枚以上のシリコンウェーハの炭素濃度を求めた場合には、例えば、求められた炭素濃度の平均値、最大値等を、評価対象のシリコンウェーハ製造工程の評価のために用いることができる。また、シリコンウェーハは、ウェーハ形状のまま炭素濃度評価に付してもよく、その一部を切り出して炭素濃度評価に付してもよい。1枚のシリコンウェーハ

から2つ以上の試料を切り出して炭素濃度評価に付す場合、2つ以上の試料について求められた炭素濃度の平均値、最大値等を、そのシリコンウェーハの炭素濃度として決定することができる。

[0032] 上記シリコンウェーハの製造方法の一態様では、上記製造工程評価方法によりシリコンウェーハ製造工程の評価を行い、評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルと判定されたシリコンウェーハ製造工程においてシリコンウェーハを製造する。これにより、炭素汚染レベルが低い高品質なシリコンウェーハを製品ウェーハとして出荷することが可能となる。また、上記シリコンウェーハの製造方法の他の一態様では、上記製造工程評価方法によりシリコンウェーハ製造工程の評価を行い、評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルを超えると判定されたシリコンウェーハ製造工程に炭素汚染低減処理を施した後に、このシリコンウェーハ製造工程においてシリコンウェーハを製造する。これにより、製造工程に起因する炭素汚染を低減することができるため、炭素汚染レベルが低い高品質なシリコンウェーハを製品ウェーハとして出荷することが可能となる。上記の許容レベルは、製品ウェーハに求められる品質に応じて適宜設定することができる。また、炭素汚染低減処理とは、シリコンウェーハ製造工程に含まれる部材の交換、洗浄等を挙げることができる。一例として、シリコンウェーハの製造工程においてシリコンウェーハを載置する部材であるサセプタとしてSiC製サセプタを用いる場合、繰り返し使用されたサセプタの劣化により、サセプタとの接触部分が炭素汚染されることが起こり得る。このような場合には、例えばサセプタを交換することによりサセプタ起因の炭素汚染を低減することができる。

[0033] [シリコン単結晶インゴットの製造方法]

本発明の一態様は、シリコン単結晶インゴットを育成すること、上記シリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料の炭素濃度を、上記炭素濃度評価方法により評価すること、上記評価の結果に基づき、シリコン単結晶インゴットの製造条件を決定すること、および、決定された製造条件下でシリコン単結晶インゴットを育成すること、を含むシリコン単結晶インゴ

ットの製造方法に関する。

[0034] シリコン単結晶インゴットの育成は、CZ法（チョクラルスキー法）、FZ法（浮遊帯域溶融（Floating Zone）法）等の公知の方法により行うことができる。例えば、CZ法により育成されるシリコン単結晶インゴットには、原料ポリシリコンの混入炭素、育成中に発生するCOガス等に起因して、炭素が混入する可能性がある。このような混入炭素濃度を評価し、評価結果に基づき製造条件を決定することは、炭素の混入が抑制されたシリコン単結晶インゴットを製造するために好ましい。そのために混入炭素濃度を評価する方法として、上記の本発明の一態様にかかる炭素濃度評価方法は好適である。

[0035] シリコン単結晶インゴットから切り出されるシリコン試料の形状等の詳細については、上記炭素濃度評価方法の評価対象シリコン試料に関する先の記載を参照できる。炭素濃度評価に付されるシリコン試料の数は、少なくとも1つであり、2つ以上であってもよい。2つ以上のシリコン試料の炭素濃度を求めた場合には、例えば、求められた炭素濃度の平均値、最大値等を、シリコン単結晶インゴットの製造条件決定のために用いることができる。例えば、得られた炭素濃度が、あらかじめ定めた許容レベルであった場合には、炭素濃度を評価したシリコン試料を切り出したシリコン単結晶インゴットを育成した際の製造条件においてシリコン単結晶インゴットを育成することにより、炭素汚染が少ないシリコン単結晶インゴットを製造することができる。他方、例えば、得られた炭素濃度が許容レベルを超えた場合には、炭素濃度を低減するための手段を採用して決定された製造条件の下でシリコン単結晶インゴットを育成することにより、炭素汚染が少ないシリコン単結晶インゴットを製造することが可能となる。炭素汚染を低減するための手段としては、例えば、CZ法については、下記手段（1）～（3）の1つ以上を採用することができる。また、例えば、FZ法については、下記手段（4）～（6）の1つ以上を採用することができる。

（1）原料ポリシリコンとしてより炭素混入の少ない高グレード品を使用す

ること。

(2) ポリシリコン融液へのCO溶解を抑制するために引き上げ速度および／または結晶引き上げ時のアルゴン(Ar)ガス流量を適切に調整すること。

(3) 引き上げ装置に含まれる炭素製部材の設計変更、取り付け位置の変更等を行うこと。

(4) シリコン原料として、より炭素混入の少ない高グレード品を使用すること。

(5) 単結晶製造装置内に導入するガス流量を多くすることによって雰囲気ガスからの炭素の取り込みを抑制すること。

(6) 単結晶製造装置に含まれる炭素含有材料製の部材の交換、部材の設計変更、取り付け位置の変更等を行うこと。

[0036] こうして本発明の一態様によれば、低炭素濃度のシリコン単結晶インゴットおよびシリコンウェーハを提供することができる。

実施例

[0037] 以下に、本発明を実施例に基づき更に説明する。ただし本発明は実施例に示す態様に限定されるものではない。以下の処理および操作は、特記しない限り、室温の大気雰囲気下で実施した。

[0038] 1. CZ法によるシリコン単結晶インゴットの育成

図1に示す構成のシリコン単結晶引き上げ装置を用いて、シリコン単結晶インゴット(n型シリコン)を育成した。

以下、図1に示すシリコン単結晶引き上げ装置の詳細を説明する。

図1に示すシリコン単結晶引き上げ装置10は、チャンバー11と、チャンバー11の底部中央を貫通して鉛直方向に設けられた支持回転軸12と、支持回転軸12の上端部に固定されたグラファイトサセプタ13と、グラファイトサセプタ13内に收容された石英るつぼ14と、グラファイトサセプタ13の周囲に設けられたヒーター15と、支持回転軸12を昇降および回転させるための支持軸駆動機構16と、種結晶を保持するシードチャック1

7と、シードチャック17を吊設する引き上げワイヤー18と、引き上げワイヤー18を巻き取るためのワイヤー巻き取り機構19と、ヒーター15および石英るつぼ14からの輻射熱によるシリコン単結晶インゴット20の加熱を防止すると共にシリコン融液21の温度変動を抑制するための熱遮蔽部材22と、各部を制御する制御装置23とを備えている。

チャンバー11の上部には、Arガスをチャンバー11内に導入するためのガス導入口24が設けられている。Arガスはガス管25を介してガス導入口24からチャンバー11内に導入され、その導入量はコンダクタンスバルブ26により制御される。

チャンバー11の底部には、チャンバー11内のArガスを排気するためのガス排出口27が設けられている。密閉したチャンバー11内のArガスはガス排出口27から排ガス管28を経由して外へと排出される。排ガス管28の途中にはコンダクタンスバルブ29および真空ポンプ30が設置されており、真空ポンプ30でチャンバー11内のArガスを吸引しながらコンダクタンスバルブ29でその流量を制御することでチャンバー11内の減圧状態が保たれている。

さらに、チャンバー11の外側にはシリコン融液21に磁場を印加するための磁場供給装置31が設けられている。磁場供給装置31から供給される磁場は、水平磁場であっても構わないし、カスプ磁場であっても構わない。

以上の方法において、原料ポリシリコンのグレード、引き上げ装置および育成条件からなる群から選ばれる1つ以上の製造条件を変更することにより、炭素濃度が異なる2つのシリコン単結晶インゴットを育成した。

[0039] 2. シリコン試料の切り出し

上記1. で育成したシリコン単結晶インゴットからウェーハ形状サンプルを切り出し、鏡面研磨加工等の加工処理を行いシリコンウェーハに加工した。抵抗率は $10 \sim 13 \Omega \text{ cm}$ であった。このシリコンウェーハから、SIMS測定用シリコン試料、酸素濃度測定用シリコン試料および複数のDLTS測定用シリコン試料を得た。以下において、炭素濃度が異なる2つのインゴ

ットの一方のインゴットから得た試料を「水準1」、他方のインゴットから得た試料を「水準2」と記載する。

[0040] 3. SIMS法による炭素濃度測定およびFTIR法による酸素濃度測定

上記のSIMS測定用シリコン試料について、SIMS法（ラスター変化法）により炭素濃度を評価したところ、水準1の試料について求められた炭素濃度は $1.10 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 、水準2の試料について求められた炭素濃度は $8.60 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ であった。

酸素濃度測定用シリコン試料のFTIR法により求められた酸素濃度は、水準1、水準2とも、 $2.0 \times 10^{17} \sim 12.0 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の範囲であった。

[0041] 4. DLTS法による測定

上記のDLTS測定用シリコン試料に、下記の（A）、（B）および（C）の処理を順次実施した。下記（A）の処理（ウェット処理）により、DLTS測定用シリコン試料に水素原子が導入された。上記の複数のDLTS測定用シリコン試料について、下記（A）の処理において、モル比（ $\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$ ）が異なるフッ硝酸を使用した。フッ硝酸は、 HNO_3 濃度69質量%の硝酸とHF濃度50質量%フッ酸を混合して調製し、モル比は硝酸とフッ酸との混合比により調整した。下記（A）の処理後、下記（B）の処理によりシリコン試料の一方の面にショットキー接合を形成し、下記（C）の処理により他方の面にオーミック層（Ga層）を形成することにより、ダイオードを作製した。

（A）全体をフッ硝酸に5分間浸漬した後、10分間水洗

（B）真空蒸着によるショットキー電極（Au電極）形成

（C）ガリウム擦込みによる裏面オーミック層形成

[0042] 上記で作製されたダイオードのショットキー接合に、シリコン試料の表面から $2 \mu\text{m}$ の深さの領域に幅 $6 \mu\text{m}$ の空乏層を形成する逆方向電圧と空乏層にキャリアを捕獲するためのパルス電圧を交互かつ周期的に印加した。上記電圧に対応して発生するダイオードの容量（キャパシタンス）の過渡応答を測

定した。

上記の電圧印加および容量の測定を、試料温度を所定温度範囲で掃引しながら行った。DLTS信号強度 ΔC を温度に対してプロットして、DLTSスペクトルを得た。測定周波数は250Hzとした。

得られたDLTSスペクトルを、SEMILAB社製プログラムを用いてフィッティング処理（True shape fitting処理）し、 $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位（ピーク位置：温度101K）のDLTSスペクトルに分離した。このピーク位置でのDLTS信号強度から公知の関係式によりトラップ準位密度を求めた。表1ならびに図2（水準1）および図3（水準2）に、各モル比のフッ硝酸を用いてウェット処理された試料について求められたトラップ準位密度を示す。

[0043] [表1]

	モル比 ($\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$)	トラップ準位密度 ($/\text{cm}^3$)	
		水準1 炭素濃度(SIMS): $1.10 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$	水準2 炭素濃度(SIMS): $8.60 \times 10^{14} \text{ atoms}/\text{cm}^3$
実施例1	0.72	6.9×10^{10}	2.8×10^9
実施例2	0.82	5.3×10^{10}	2.4×10^9
比較例1	0.85	1.7×10^{10}	8.3×10^8
実施例3	0.87	5.2×10^{10}	1.6×10^9
実施例4	0.91	3.6×10^{10}	1.4×10^9
比較例2	1.00 (硝酸のみ)	1.1×10^{10}	2.6×10^8

[0044] 表1ならびに図2および図3に示されているように、モル比($\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF})$)が0.72以上0.82以下の範囲または0.87以上0.91以下の範囲のフッ硝酸を用いて水素原子導入を行った実施例1～4では、同じインゴットから切り出した試料に対して上記範囲外のモル比のフッ硝酸および硝酸（モル比1.00）を用いて水素原子導入を行った比較例1、2と比べて高いトラップ準位密度の値が得られた。トラップ準位密度を高めることができれば、炭素濃度をより高感度で評価することが可能になる。

炭素濃度評価の一例は、以下の通りである。

例えば、C Z法において、原料ポリシリコンのグレード、引き上げ装置および育成条件からなる群から選ばれる1つ以上の製造条件を変更して炭素濃度が異なる複数のシリコン単結晶インゴットを作製する。各シリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料について、上記実施例と同様の上記(A)～(C)の処理およびDLTS測定を実施し、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ および $E_c - 0.15 \text{ eV}$ からなる群から選ばれる1つ以上のトラップ準位について、ピーク位置でのDLTS信号強度を求める。こうして求められるDLTS信号強度の値が大きいほど炭素濃度が高いと判定する相対的な判定基準によって、シリコン試料の炭素濃度を評価することができる。

または、例えば、上記実施例と同様の上記(A)～(C)の処理およびDLTS測定を、炭素濃度が異なる複数のシリコン試料について実施する。こうして求められるトラップ準位密度を、上記の炭素濃度が異なる複数のシリコン試料のそれぞれと同じシリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料のSIMS法により求められた炭素濃度に対してプロットすることにより、検量線を作成することができる。こうして作成される検量線は、炭素濃度が未知のシリコン試料の炭素濃度を評価するために用いることができる。

上記実施例では、炭素濃度の評価において、トラップ準位として $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位を用いたが、特許文献1（特開2017-191800号公報）に記載されているように、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ および $E_c - 0.13 \text{ eV}$ のトラップ準位も、炭素濃度評価のために用いることができる。

産業上の利用可能性

[0045] 本発明は、シリコン単結晶インゴットおよびシリコンウェーハの技術分野において有用である。

請求の範囲

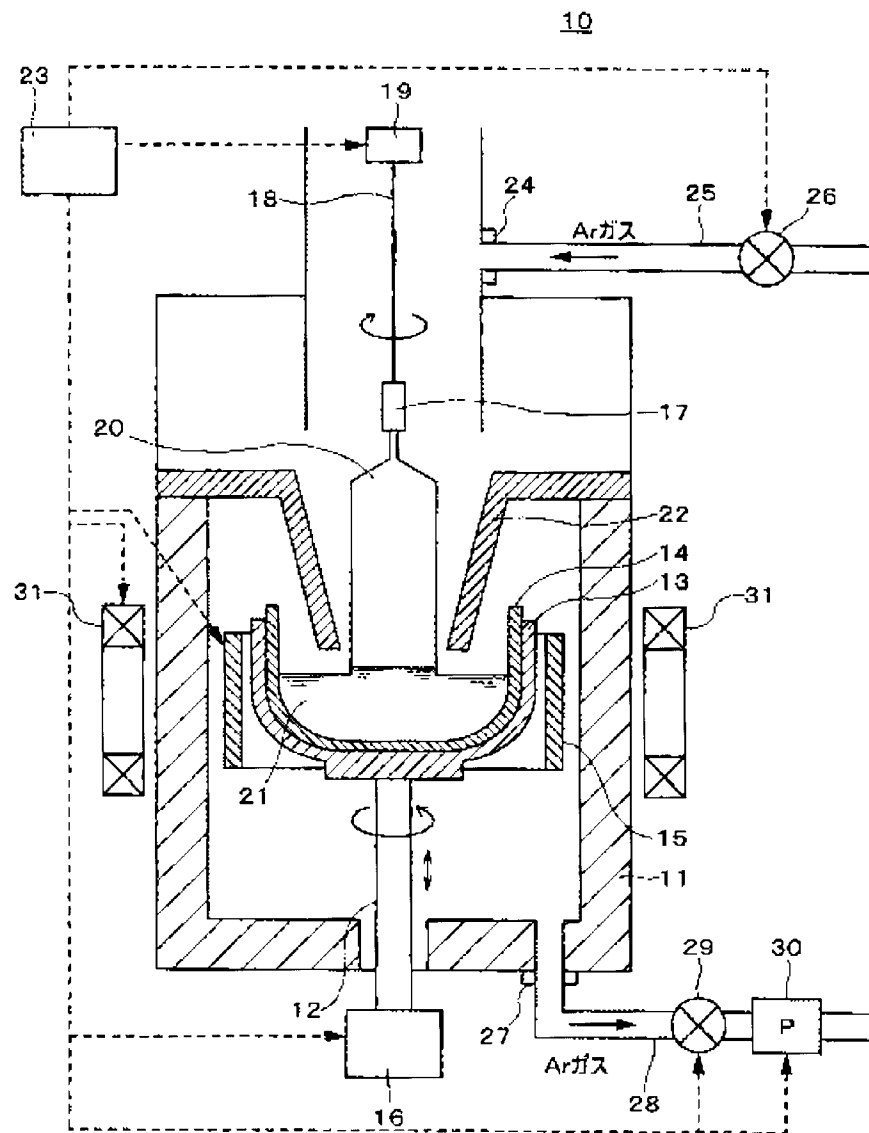
- [請求項1] 評価対象シリコン試料に水素原子を導入すること、
前記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、シリコンのバンドギャップ中のトラップ準位を評価する評価法による評価に付すこと、
および
前記評価により得られた評価結果の中で、 $E_c - 0.10 \text{ eV}$ 、 $E_c - 0.13 \text{ eV}$ および $E_c - 0.15 \text{ eV}$ からなる群から選ばれる少なくとも1つのトラップ準位の密度に関する評価結果に基づき、前記評価対象シリコン試料の炭素濃度を評価すること、
を含み、
前記水素原子の導入を、評価対象シリコン試料を溶液と接触させることにより行い、かつ
前記溶液は、モル比 $(\text{HNO}_3 / (\text{HNO}_3 + \text{HF}))$ が 0.72 以上 0.82 以下の範囲または 0.87 以上 0.91 以下の範囲のフッ硝酸である、シリコン試料の炭素濃度評価方法。
- [請求項2] 前記水素原子が導入された評価対象シリコン試料を、電子線照射処理を行うことなく、前記評価に付す、請求項1に記載のシリコン試料の炭素濃度評価方法。
- [請求項3] 前記評価対象シリコン試料の炭素濃度の評価を、前記評価により得られた評価結果の中で、 $E_c - 0.15 \text{ eV}$ のトラップ準位の密度に関する評価結果に基づいて行う、請求項1または2に記載のシリコン試料の炭素濃度評価方法。
- [請求項4] 前記評価法はDLTS法である、請求項1～3のいずれか1項に記載のシリコン試料の炭素濃度評価方法。
- [請求項5] 評価対象のシリコンウェーハ製造工程において製造されたシリコンウェーハの炭素濃度を請求項1～4のいずれか1項に記載の方法により評価すること、および
前記評価の結果に基づき評価対象のシリコンウェーハ製造工程におけ

る炭素汚染の程度を評価すること、
を含む、シリコンウェーハ製造工程の評価方法。

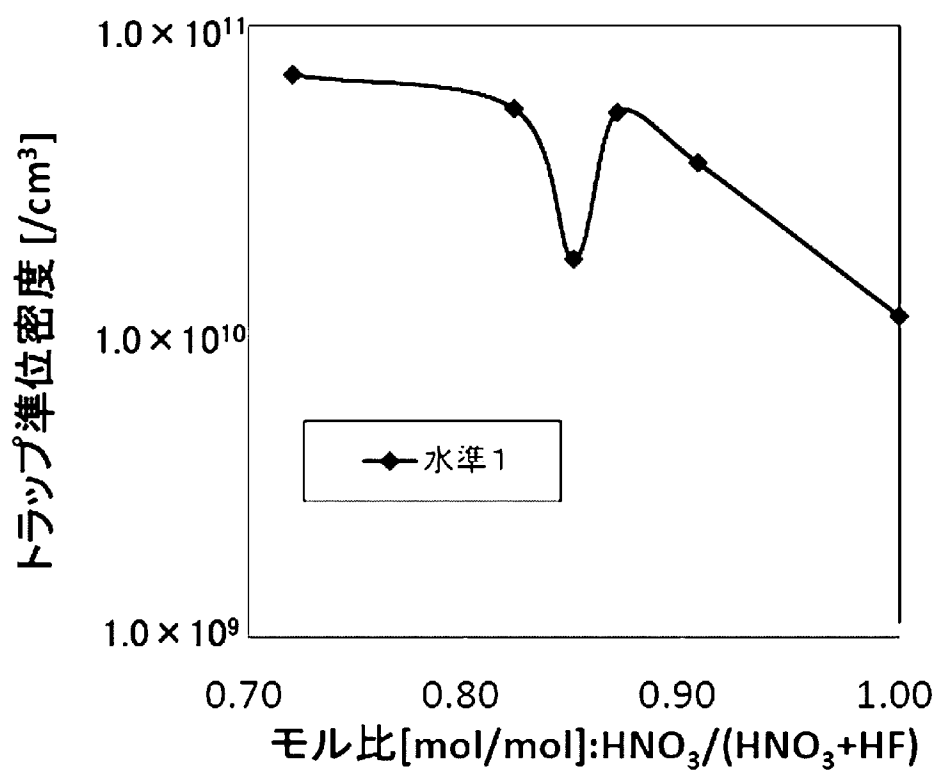
[請求項6] 請求項5に記載の評価方法によりシリコンウェーハ製造工程の評価を行うこと、および
前記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルと判定されたシリコンウェーハ製造工程において、または、前記評価の結果、炭素汚染の程度が許容レベルを超えると判定されたシリコンウェーハ製造工程に炭素汚染低減処理を施した後に該シリコンウェーハ製造工程において、シリコンウェーハを製造すること、
を含む、シリコンウェーハの製造方法。

[請求項7] シリコン単結晶インゴットを育成すること、
前記シリコン単結晶インゴットから切り出されたシリコン試料の炭素濃度を、請求項1～4のいずれか1項に記載の方法により評価すること、
前記評価の結果に基づき、シリコン単結晶インゴットの製造条件を決定すること、および、
決定された製造条件下でシリコン単結晶インゴットを育成すること、
を含む、シリコン単結晶インゴットの製造方法。

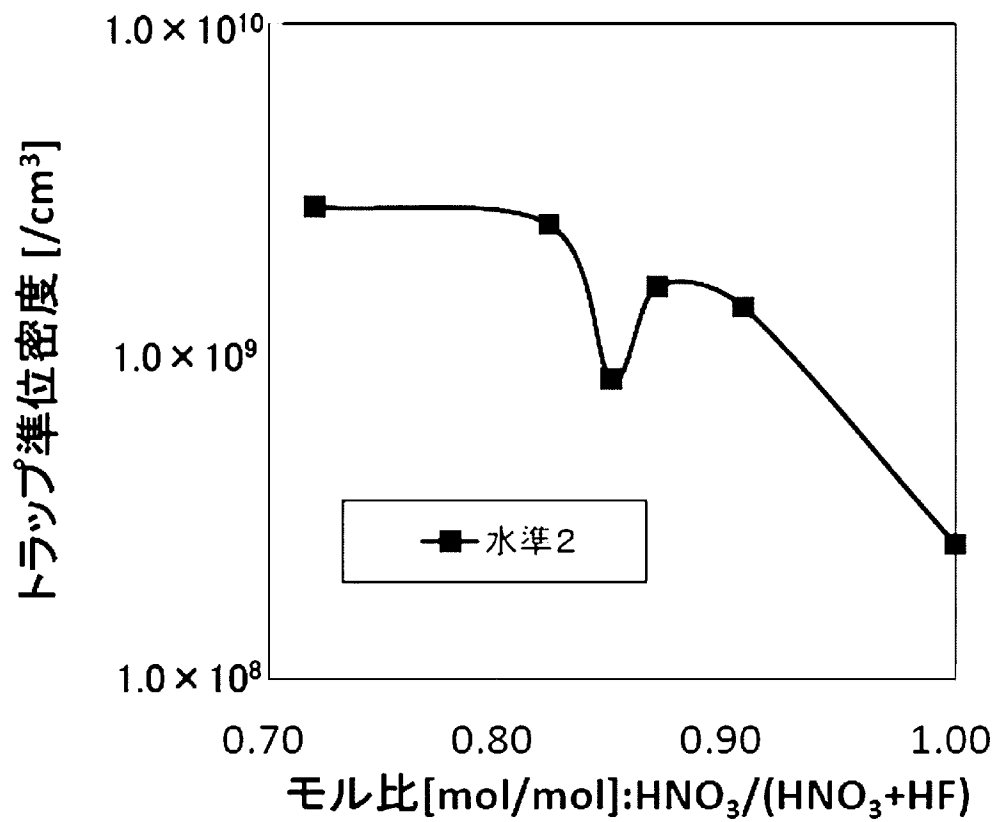
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/034034

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. H01L21/66(2006.01)i, C30B15/00(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i

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. H01L21/66, C30B15/00, C30B29/06

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2019

Registered utility model specifications of Japan 1996-2019

Published registered utility model applications of Japan 1994-2019

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2018-41755 A (SUMCO CORPORATION) 15 March 2018, paragraphs [0001], [0021]-[0039] (Family: none)	1-7
X	JP 2017-191800 A (SUMCO CORPORATION) 19 October 2017, paragraphs [0001], [0002], [0029]-[0036], [0042], [0043] & US 2019/0064098 A1, paragraphs [0002], [0003], [0047]-[0061], [0067]-[0073]	1-7

☐

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 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

27.09.2019

Date of mailing of the international search report

08.10.2019

Name and mailing address of the ISA/

Japan Patent Office

3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,

Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. H01L21/66(2006.01)i, C30B15/00(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i

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. H01L21/66, C30B15/00, C30B29/06

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019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）

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 請求項の番号
X	JP 2018-41755 A（株式会社SUMCO）2018.03.15, 段落[0001],[0021]-[0039] （ファミリーなし）	1-7
X	JP 2017-191800 A（株式会社SUMCO）2017.10.19, 段落[0001]-[0002],[0029]-[0036],[0042]-[0043] & US 2019/0064098 A1, 段落[0002]-[0003],[0047]-[0061],[0067]-[0073]	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

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

の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

27.09.2019

国際調査報告の発送日

08.10.2019

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）

小池 英敏

5 F

8396

電話番号 03-3581-1101 内線 3516