

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6613243号  
(P6613243)

(45) 発行日 令和1年11月27日 (2019. 11. 27)

(24) 登録日 令和1年11月8日 (2019. 11. 8)

(51) Int. Cl. F I  
C 3 O B 29/06 (2006. 01) C 3 O B 29/06 5 O 3

請求項の数 13 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2016-558387 (P2016-558387)	(73) 特許権者	500239188
(86) (22) 出願日	平成27年3月17日 (2015. 3. 17)		ヴァリアン セミコンダクター イクイッ
(65) 公表番号	特表2017-512739 (P2017-512739A)		ブメント アソシエイツ インコーポレイ
(43) 公表日	平成29年5月25日 (2017. 5. 25)		テッド
(86) 国際出願番号	PCT/US2015/020901		アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O
(87) 国際公開番号	W02015/148181		1 9 3 0 グローチェスター ドリー ロ
(87) 国際公開日	平成27年10月1日 (2015. 10. 1)		ード 3 5
審査請求日	平成30年3月12日 (2018. 3. 12)	(74) 代理人	100147485
(31) 優先権主張番号	14/227, 006		弁理士 杉村 憲司
(32) 優先日	平成26年3月27日 (2014. 3. 27)	(74) 代理人	100134577
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		弁理士 石川 雅章
前置審査		(72) 発明者	ピーター エル ケラーマン
			アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 O
			1 9 3 0 グローチェスター ドリー ロ
			ード 3 5

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン融液内の熱流を制御する装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

融液内の熱流を制御する装置であって、  
融液を収容して、前記融液が露出面を有するように構成したるつぼと、  
前記るつぼの第 1 側面の下方に配置し、前記融液を経て前記露出面まで熱を供給するよ  
うに構成したヒーターと、  
前記るつぼ内に配置し、また前記融液における隔離領域及び前記融液における外側領域  
を画定する少なくとも 1 つの熱拡散バリアを有し、前記露出面の下方に配置する熱拡散バ  
リアアセンブリと、  
結晶シートが前記隔離領域から引き出されるように、前記結晶シートを前記融液の前記  
露出面に沿って引き出すように構成した結晶引出し機と、  
を備え、

前記熱拡散バリアアセンブリは、前記隔離領域が前記露出面に向かってより狭くなるよ  
うに角度を付けた第 1 熱拡散バリア及び第 2 熱拡散バリアを有する、装置。

【請求項 2】

請求項 1 記載の装置において、前記少なくとも 1 つの熱拡散バリアは石英ガラスから成  
る、装置。

【請求項 3】

請求項 1 記載の装置において、前記融液はシリコンから成り、前記隔離領域を経て前記  
露出面まで流れる前記熱の第 1 部分は、前記隔離領域から前記少なくとも 1 つの熱拡散バ

10

20

リアを経て前記外側領域に流れる前記熱の第 2 部分の第 2 熱流密度よりも高い第 1 熱流密度を有する、装置。

【請求項 4】

請求項 1 記載の装置において、前記熱拡散バリアアセンブリの第 1 壁及び前記熱拡散バリアアセンブリの第 2 壁を互いに平行にし、また前記露出面に直交させて配置した、装置。

【請求項 5】

請求項 4 記載の装置において、前記ヒーターは、前記露出面に向かって前記隔離領域にわたり均一な熱流を生ずるように配置した、装置。

【請求項 6】

請求項 1 記載の装置において、さらに、前記ヒーターとるつぼとの間に配置したるつぼホルダーであって、前記融液に熱を供給する少なくとも 2 つの加熱ゾーンを生ずるように配置した少なくとも 1 つの断熱スペーサを有する、るつぼホルダーを備える、装置。

【請求項 7】

請求項 6 記載の装置において、前記るつぼホルダーは熱増強器である、装置。

【請求項 8】

請求項 1 記載の装置において、

前記熱拡散バリアアセンブリは、るつぼの表面領域に配置し、隔離領域の幅の差で互いに離れた、第 1 熱拡散バリア及び第 2 熱拡散バリアを有し、

前記ヒーターは、前記隔離領域の幅よりも広いヒーター幅にわたり前記隔離領域に流入する熱流を生ずるように構成し、

前記表面領域における熱流は、前記第 1 熱拡散バリアと前記第 2 熱拡散バリアとの間における前記隔離領域にわたり均一である、装置。

【請求項 9】

請求項 1 記載の装置において、前記熱拡散バリアアセンブリの頂部部分は、前記露出面から 1 ~ 5 mm の距離をとって前記融液内に配置した平面を画定する、装置。

【請求項 10】

融液を処理する方法であって、

前記融液が露出面を有するように、るつぼに前記融液を収納するステップと、

前記露出面とは反対側の前記るつぼの第 1 側面を加熱することによって、前記融液を経て前記露出面まで熱を供給するステップと、

前記融液における隔離領域及び前記融液における外側領域を画定する少なくとも 1 つの熱拡散バリアを有する熱拡散バリアアセンブリをるつぼ内で前記露出面の下方に設けるステップであって、前記熱の第 1 部分が前記隔離領域を経て前記露出面まで流れ、また前記熱の第 1 部分が、前記隔離領域から前記少なくとも 1 つの熱拡散バリアを経て前記外側領域まで流れる前記熱の第 2 部分の第 2 熱流密度よりも高い第 1 熱流密度を有するようにする、ステップと、

結晶シートが前記隔離領域から引き出されるように、前記結晶シートを前記融液の前記露出面に沿って引き出す、ステップと、

前記隔離領域が露出面に向かってより狭くなるように角度を付けた第 1 熱拡散バリア及び第 2 熱拡散バリアとして前記熱拡散バリアアセンブリを設けるステップと、を有する、方法。

【請求項 11】

請求項 10 記載の方法において、前記熱拡散バリアアセンブリの第 1 壁及び前記熱拡散バリアアセンブリの第 2 壁は、互いに平行にし、また前記露出面に対して直交するように配置する、方法。

【請求項 12】

請求項 10 記載の方法において、前記融液をシリコン融液とし、また、前記隔離領域の頂部部分で前記露出面へ向かう熱流が  $30 \text{ W} / \text{cm}^2 \sim 40 \text{ W} / \text{cm}^2$  であるようにする、方法。

10

20

30

40

50

**【請求項 13】**

請求項 11 記載の方法において、さらに、ヒーターを配置して、前記隔離領域にわたり前記露出面に向かって均一な熱流を生ずるようにヒーターを配置するステップを有する、方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

連邦政府資金による研究開発の記載

米国政府は、本発明における一括払いライセンスと、及び、限られた状況において、特許権者に対して米国エネルギー省が授与した契約番号 DE-EE0000595 の条項に

10

よって規定されるような合理的な条件で他者へ使用許可を要求する権利と、を有する。

**【0002】**

本発明の実施形態は、融液からの結晶物質の成長に関し、特に、融液からの単結晶シートの形成に関する。

**【背景技術】****【0003】**

シリコンウェハ又はシートは、例えば、集積回路若しくは太陽電池の産業界において使用される。太陽電池に対する需要は、再生可能エネルギー源の必要性が高まるとともに高まり続ける。太陽電池における一つの主なコストは、太陽電池を作成するのに使用するウェハ又はシートである。ウェハ又はシートのコスト削減は、太陽電池のコストを低くし、またこの再生可能エネルギー技術をより普及させる。太陽電池に関する材料のコストを低くするように研究されてきた一つの期待できる方法は、水平リボン成長 (HRG) 技術であって、この技術は結晶シートを融液表面に沿って水平に引っ張るものである。この方法において、融液表面の一部分を十分に冷却して、シード (結晶核) の補助で局所的に結晶化を開始し、次にこの結晶開始部分を融液表面に沿って引きずり、結晶シートを形成する。局所冷却は、結晶化が開始された融液表面の領域の上の熱を急速に除去する装置を設けることによって達成できる。適切な条件下で、結晶シートの安定した前縁をこの領域において確立することができる。

20

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】**

30

**【0004】**

成長の安定性を確実にするため、結晶シート前縁の真下の融液に十分な熱流 (ヒートフロー) を供給することは有用である。結晶シートの厚さを  $200\text{ }\mu\text{m}$  以下等に薄くすることも望ましく、さらに、既に形成された結晶シート部分の下側における均一な熱流も必要である。しかし、シリコン融液内に制御された熱流を達成することは、幾つかの理由により極めて困難である。まず、融解 Si は、極めて高い熱伝導率を有し、融液を収容するつぼの底部に導入したいかなる熱も、融液表面に到達する前に拡散する。加えて、シリコン融液を収容するのに使用するつぼ材料は、石英ガラスであり、それは、高温でシリコンとの反応に対して抵抗性を有するからである。しかし、石英ガラスは良断熱材であり、したがって、シリコン融液へ十分な熱を伝導するには大きな熱勾配を必要とする。次に、このことにより、加熱されている石英ガラス製のつぼの外側の温度を融液温度よりもずっと高い温度に維持する必要がある。しかし、石英ガラスは  $1880\text{ K}$  以上では容認できない程度まで柔化し、融液に導入できる熱流の量を制限する。したがって、現行の装置は、結晶シートの安定成長を確実にする十分な熱流を供給することができない。

40

**【0005】**

本発明による改良が必要となったことは、これら及び他の考慮事項からである。

**【課題を解決するための手段】****【0006】**

この概要は、「詳細な説明」において以下でさらに説明する簡素化した形態における概念を選択して提示する。この概要は、特許請求した要旨の重要な特徴若しくは本質的な特

50

徴を特定する意図はなく、又は、特許請求した要旨の範囲を確定する支援を意図するものでもない。一実施形態において、融液内における熱流を制御する装置を提供する。この装置は、融液を収容して、融液が露出面を有するように構成したるつぼを備える。この装置は、さらに、るつぼの第1側面の下方に配置し、また融液を通して露出面まで熱を供給するように構成したヒーターと、及びるつぼ内に配置した少なくとも1つの熱拡散バリアを有し、また融液における隔離領域及び融液における外側領域を画定する熱拡散バリアアセンブリと、を備える。

【0007】

他の実施形態において、融液を処理する方法は、融液が露出面を有するように、るつぼに融液を収納するステップと、露出面とは反対側のるつぼの第1側面を加熱することによって、融液を経て露出面まで熱を供給するステップと、融液における隔離領域及び融液における外側領域を画定する少なくとも1つの熱拡散バリアを有する熱拡散バリアアセンブリをるつぼ内に設けるステップであって、熱の第1部分が隔離領域を経て露出面まで流れ、またこの熱の第1部分が、隔離領域から少なくとも1つの熱拡散バリアを経て外側領域まで流れる熱の第2部分の第2熱流密度よりも高い第1熱流密度を有するようにする、ステップと、を有する。

【0008】

他の実施形態において、融液を処理する装置は、融液を収容するるつぼの下方に配置したヒーターであって、融液を経て融液の露出面まで熱を供給するように構成した、ヒーターを備えることができる。装置は、さらに、るつぼ内に配置し、また融液における隔離領域及び融液における外側領域を画定する第1熱拡散バリア及び第2熱拡散バリアを有する熱拡散バリアアセンブリであって、隔離領域を経て露出面まで流れる熱の第1部分が、隔離領域から少なくとも1つの熱拡散バリアを経て外側領域まで流れる熱の第2部分における第2熱流密度よりも高い第1熱流密度となるようにする、熱拡散バリアアセンブリを備える。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1A】本発明の実施形態に基づく融液処理装置の断面図を示す。

【図1B】熱拡散バリアの代替的な実施形態の詳細を示す。

【図2】他の実施形態による融液処理装置の断面図を示す。

【図3A】本発明のさらに他の実施形態による操作中における装置の端面方向から見た断面図を示す。

【図3B】図3Aの装置における側面方向から見た断面図を示す。

【図3C】本発明の付加的な実施形態による構成の装置を示す。

【図4】3つの異なるジオメトリの下で行った融液の露出面における熱流シミュレーションを含む複合図を示す。

【図5A】熱が融液を流れるときの熱流密度を増大させるよう熱拡散バリアアセンブリを構成した装置の一実施形態を示す。

【図5B】図5Aの装置における一操作段階を示す。

【図5C】図5Aの装置における他の操作段階を示す。

【図6】様々な状況における例示的熱流密度曲線を示す。

【図7】様々な付加的状況における例示的熱流密度曲線を示す。

【図8】更なる実施形態による装置の操作の一実施例を示す。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本発明の実施形態は、シリコン融液のような融液内における熱流を制御する装置を提供する。様々な実施形態は、有利には、シリコンのような半導体材料による連続結晶シートの水平成長の制御を容易にするよう、融液内における均一な熱流または集中した熱流をもたらす。様々な実施形態は、有利には、融液内で熱流を方向付けるよう熱流を封じ込める熱拡散バリアを設けることによって融液内における熱流を制御し、これにより、融液成長

10

20

30

40

50

に関連する先に述べた問題を克服することができる。

【0011】

様々な実施形態は、融液を容れて融液が露出面を有するように構成したるつぼを備える融液処理装置を提供する。シリコン融液を処理する実施形態において、るつぼは石英ガラスから構成することができる。従来装置と同様に、ヒーターは、露出面側とは反対側のるつぼにおける第1側面の下方に配置し、融液を経て露出面まで移動する熱を供給して、結晶シートの処理を実施できるようにする。従来装置とは異なり、熱拡散バリアアセンブリを設け、この熱拡散バリアアセンブリは、るつぼ内に配置した少なくとも1つの熱拡散バリアを有する。熱拡散バリアアセンブリは、融液内における隔離領域、及びこの隔離領域の外側に位置する融液における外側領域を画定することができる。このようにして、ヒーターによって隔離領域を経て露出面まで流れる熱の第1部分は、隔離領域から少なくとも1つの熱拡散バリアを経て外側領域まで流れる熱の第2部分における第2熱流密度よりも高い第1熱流密度を有することができる。この特徴は、熱流を封じ込める又は制限する働きをし、これにより、表面における熱流を、従来の融液装置によっては得られない状態に適合させる。

10

【0012】

図1Aは、本発明に基づく融液処理装置100の断面図を示す。装置100は、ヒーター102と、融液106を収容するるつぼ104とを有する。この実施形態及び他の実施形態において、ヒーター102は、融液106の露出面107側とは反対側のるつぼの第1側面105に隣接して又は下側に配置する。融液106は定義によると液体状態であるため、るつぼの第1側面105は、るつぼ104の底部を意味することができ、またるつぼ104は、さらに側壁112を有することができる。従って、側壁112及び第1側面105は融液106を収容するように機能する。操作にあたり、装置100は、他のコンポーネント(図示せず)と併せて使用し、以下で詳述するように融液106から結晶シートを引き出すことができる。側壁112の他に、熱拡散バリアアセンブリ108を融液106内に設け、この熱拡散バリアアセンブリ108は、表面領域109でるつぼ104に付設することができる。

20

【0013】

図1Aの実施例において、熱拡散バリアアセンブリ108は、第1熱拡散バリア110及び第2熱拡散バリア111を有し、それらは図示のように互いに対向させて配置する。様々な実施形態において、るつぼ104並びに第1熱拡散バリア110及び第2熱拡散バリア111は、とくに、シリコン融液に使用するのに適している石英ガラスから構成する。熱拡散バリアアセンブリ108は、るつぼ104に機械的に固着する、又はるつぼ104の一部として一体形成することができる。様々な実施形態において、熱拡散バリアアセンブリ108は、例えば、 $0.1 \text{ W/cm} \cdot \text{K}$ 未満の低い熱伝導率を有し得る。この値は、融解シリコンよりずっと低い熱伝導率であり、融解シリコンの熱伝導率は $1685 \text{ K}$ で $0.6 \text{ W/cm} \cdot \text{K}$ の範囲内と測定されている。例えば、シリコンの融点温度範囲における石英ガラスの熱伝導率は、 $0.05 \text{ W/cm} \cdot \text{K}$ の範囲内と測定されており、その範囲は、シリコン融液の熱伝導率よりも一桁以上低い。この低熱伝導率の特徴は、有利にも、以下で詳述する実施形態において利用し、融液106のような融液に供給される熱の熱流を制限する。熱拡散バリアとして使用する他の適切な実施例は、内側部分と、及び融解シリコン接触する外殻とから成る構造を有し、外殻は石英ガラスから構成する。このようにして、外側部分は、融解シリコンに対して無反応性の材料であることを示す。図1Bは、熱拡散バリアの代替的な実施形態の詳細を示す。一実施例において、熱拡散バリア120は、全体的に石英ガラスのような単一材料から構成した中実構体とすることができる。他の実施例において、熱拡散バリア130は、石英ガラスのような材料から成る殻132を有することができ、石英ガラスは、シリコンとの反応に抵抗性があるため、シリコン融液での使用に適する。加えて、熱拡散バリア130は、熱拡散バリアに対して全体的に低熱伝導率を与えるように構成した内側部分134を有することができる。熱拡散バリア130のこの実施例は、石英ガラスから構成する場合の殻132が、石英ガラスよりも低いこ

30

40

50

とすらある低熱伝導率を有する内側部分 134 を完全に包囲するものとしてすることができ、熱拡散バリアの熱伝導率は、例えば、 $0.05 \text{ W/cm-K}$  より低くなり得る。例えば、内側部分 134 は、低熱伝導率を有するガス媒体または他の媒体とすることができる。一実施例において、内側部分 134 は、シリカエーロゲル又は極低熱伝導率を有する他の構体とすることができる。この熱拡散バリア 130 の全体的熱伝導率はいくつかの例において  $0.02 \text{ W/cm-K}$ 、又はそれより低くなり得る。内側部分 134 は、石英ガラス殻によって封止することができるため、内側部分 134 は、さもなければ融解シリコンと反応し得る低熱伝導率材料、例えばジルコニア織成材から構成することができる。実施形態はこの内容において限定されない。

#### 【0014】

図 2 は、他の実施形態による融液処理装置 200 の断面図を示す。この実施形態は、以下で示すものを除いて装置 100 と同一コンポーネントを共有する。特に、るつぼホルダー 202 を設け、それは熱増強器としても機能できる。いくつかの実施形態において、るつぼホルダーは、図 2 の実施例のような少なくとも 1 つの断熱スペーサを含み、図 2 の実施例では、るつぼホルダー 202 に断熱スペーサ 204 を設け、いくつかの事例においてこれら断熱スペーサは、第 1 熱拡散バリア 110 及び第 2 熱拡散バリア 111 に整列させることができる。るつぼホルダーは、いくつかの実施形態において炭化ケイ素から構成でき、また、ヒーター 102 によって生じた熱を融液 106 に向かって流れるように封じ込めることができる。例えば、ヒーター 102 によって生じた熱は、図示したデカルト座標系の Y 軸と平行の方向に上方に流れることができ、また、第 1 熱拡散バリア 110 と第 2 熱拡散バリア 111 との間の領域に封じ込めることができる。したがって、ヒーター 102 から生じた熱流の大半は、熱拡散バリアアセンブリ 108 の上方領域で融液 106 の露出面 206 から外方に流れることができる。以下で詳述するように、いくつかの実施形態において、熱拡散バリアアセンブリ 108 の適切な設計によって、熱流は露出面 206 に集中させることができる。例えば、 $40 \text{ W/cm}^2$  の熱流を露出面 206 で実現することができる。他の実施形態において、熱流は、露出面 206 で均一にすることができる。

#### 【0015】

図 2 において更に示すように、装置 200 は、晶析装置 208 を有するものとし、この晶析装置 208 は、露出面 206 から流れる熱を急速に除去するのを支援するヒートシンクとして機能することができる。熱が露出面 206 まで流れるとき、シートを結晶化するため、熱を局所的に急速に除去することができ、これにより露出面 206 から流出する熱流が露出面 206 に流入する熱流より大きくなる。例えば、晶析装置 208 は、ヒートシンクとして機能する冷却ブロックを設けることによって熱を除去することができる、または、ガスを露出面 206 に供給して熱を除去できる。実施形態はこの状況に限定されない。この熱急速除去の結果、結晶化領域を形成でき、この結晶化領域において融液 106 の材料を凝固し、後述するように水平リボン成長技術を使用して結晶シートを融液から引き出すことができる。様々な実施形態は、熱拡散バリアアセンブリを設けることによってこのプロセスを容易にし、この熱拡散バリアアセンブリは、熱流を露出面 206 に十分に集中させ、成長する結晶シートを安定化する。熱流が熱拡散バリアアセンブリ 108 によって露出面 206 まで均一に導かれる他の実施形態において、この均一な熱流は、例えば、既に形成した結晶シートを処理するのに用いることができる。

#### 【0016】

異なる実施形態において、熱拡散バリアアセンブリは、るつぼ内に異なる向きにして設けることができることに留意されたい。ここで使用する慣例において、結晶シートを引っ張る方向は、Z 軸に平行な方向に位置することができる。図 1A 及び 2 において示すように、装置 100 または装置 200 の図は、Y-Z 平面（側面図）、又は代替的には X-Z 平面（端面図）に位置すると考えることができ、Z 軸は、結晶シートを引っ張る方向に平行に位置するものとする。更に、第 1 熱拡散バリア 110 及び第 2 熱拡散バリア 111 の Y 軸に対する向きは、異なる実施形態において変化することができる。特に、均一な加熱を生ずるのに適切な実施形態において、第 1 熱拡散バリア 110 及び第 2 熱拡散バリア 11

10

20

30

40

50

1 は、Y 軸に平行に向き決めすることができ、従って、図 3 A ~ 4 につき以下で詳述するように、露出面 2 0 6 に直交する壁を有することができる。集中した熱流を生ずるのに適切な実施形態において、第 1 熱拡散バリア 1 1 0 及び第 2 熱拡散バリア 1 1 1 は、必ずしもではないが、図 5 A ~ 8 に関連して以下で詳述するように、Y 軸に対してゼロではない角度に指向させることができる。

#### 【 0 0 1 7 】

次に図 3 A につき説明すると、本発明の他の実施形態による装置 3 0 0 の操作中における端面方向から見た断面図を示す。図 3 B は、装置 3 0 0 の側面方向から見た断面図を示す。図示のように、装置 3 0 0 は、るつぼ 3 3 0 及びるつぼホルダー 2 0 2 を有し、つぼホルダー 2 0 2 の操作については上述している。この実施形態において、熱拡散バリアアセンブリ 3 3 1 は、第 1 熱拡散バリア 3 3 2 及び第 2 熱拡散バリア 3 3 4 を有し、それらバリアはるつぼ 3 3 0 の表面 3 2 0 に隣接する。第 1 熱拡散バリア 3 3 2 及び第 2 熱拡散バリア 3 3 4 は、Y 軸に平行に指向し、従って、融液 1 0 6 の露出面 3 2 2 に対して直交する。特に、第 1 熱拡散バリア 3 3 2 は、第 1 壁 3 2 6 を有し、第 2 熱拡散バリア 3 3 4 は第 1 壁 3 2 6 に対面する第 2 壁 3 2 8 を有し、第 1 壁 3 2 6 及び第 2 壁 3 2 8 は、隔離領域 3 0 4 の側面を画定する。第 1 壁 3 2 6 は、第 2 壁 3 2 8 と平行に位置し、また露出面 3 2 2 に直交する方向に延在することができる。

#### 【 0 0 1 8 】

操作中、ヒーター 3 1 2 は熱流 3 0 2 を生じ、熱流 3 0 2 は、るつぼホルダー 2 0 2 、るつぼ 3 3 0 を経て、融液 1 0 6 内に進入する。上述したように、融液はシリコンであり、第 1 熱拡散バリア 3 3 2 及び第 2 熱拡散バリア 3 3 4 は、石英ガラスから構成することができ、石英ガラスは、シリコンの融点でシリコンよりもずっと低い熱伝導率を有する。従って、熱流 3 0 2 を、第 1 熱拡散バリア 3 3 2 及び第 2 熱拡散バリア 3 3 4 によって画定される隔離領域 3 0 4 内に封じ込めることができる。融解シリコンから構成できる隔離領域 3 0 4 を経る熱流密度は、隔離領域 3 0 4 から融液 1 0 6 の外側領域 3 2 4 に向かって外側に流れ出る熱の熱流密度の 1 0 倍より大きくすることができる。外側領域に流れ出す熱流は、図 3 A において明確には示さない。更に、ヒーター 3 1 2 を適正に配置することによって、熱流密度は隔離領域 3 0 4 にわたり均一にすることができ、これにより隔離領域 3 0 4 の頂部から外方に向かう熱流密度は、ポイント A と B との間で同じ値とすることができる。

#### 【 0 0 1 9 】

さらに図 3 A において示すように、装置 3 0 0 は、表面 3 2 2 から熱を除去できる晶析装置 3 0 6 を有するものとする。装置 3 0 0 は、さらに、結晶引出し機（図示せず）を有することができる。熱流が表面 3 2 2 から十分急速に逃げるとき、融液 1 0 6 からの結晶化を開始でき、結晶引出し機が Z 軸に平行な引出し方向 3 1 5 に沿って結晶シート 3 0 8 を引きずり出すことができる。図 3 B に示すように、第 1 熱拡散バリア 3 3 2 及び第 2 熱拡散バリア 3 3 4 は、るつぼ 3 3 0 内に位置し、引出し方向 3 1 5 に引き出されるとき、隔離領域 3 0 4 は結晶シート 3 0 8 の一部分の下方に位置する。結晶シート 3 0 8 を固化し、また図 3 B で見て右方に引き出すとき、結晶シート 3 0 8 は、Y 軸に平行な方向に所望厚さより厚い厚さとなることがあり得る。この場合、ヒーター 3 1 2 を用いて、隔離領域 3 0 4 内に熱流 3 0 2 を発生させ、結晶シート 3 0 8 の一部を戻し融解してその厚さを減少させることができる。結晶シートが隔離領域 3 0 4 から引き出されるにつれ、熱流 3 0 2 は、例えば結晶シート 3 0 8 に隣接する融液 1 0 6 における温度を、結晶シート 3 0 8 の下面に沿って結晶シート 3 0 8 を融解させるのに十分な温度にするものであり得る。その後、結晶シート 3 0 8 の厚さは、図示のように隔離領域 3 0 4 から引き出すにつれ、徐々に減少することができる。装置 3 0 0 は、熱流を隔離領域 3 0 4 内に封じ込めることができるため、均一熱流を結晶シート 3 0 8 に供給することができ、これにより結晶シートの厚さをポイント A と B との間で均一に減少させるという利点をもたらす。

#### 【 0 0 2 0 】

図 3 A 及び図 3 B の実施形態において、他のヒーターをるつぼ 3 3 0 の他の部分の下方

10

20

30

40

50

に設けて、少なくとも2つの加熱ゾーンにおける融液106に熱を供給し、隔離領域204の外側における融液106の他の部分で所望融点を維持できるようにする。しかし、第1熱拡散バリア332及び第2熱拡散バリア334が熱流を隔離領域304内に制限するため、熱流の方向を露出面322に直交する方向に経路付けることができ、また熱流密度を隔離領域304にわたり均一の値に維持することができ、この熱流密度は、外側領域324とは異なるものにすることができる。

#### 【0021】

熱流を隔離領域内に整合させるため、ヒーター及び熱拡散バリアアセンブリのジオメトリ（構成配置形態）を調整することができる。図3Cは、本発明の更なる実施形態により構成した装置350を示す。説明を簡潔にするため、装置350は、るつぼホルダーなしで示すが、様々な実施形態において、るつぼホルダーを備えることができる。図示のように、装置350は、るつぼ364と、第1熱拡散バリア356及び第2熱拡散バリア358を有する熱拡散バリアアセンブリ366とを備え、これらバリアは、図3A及び3Bの実施形態に関して上述したようにY軸に平行に延在することができる。均一な熱源として機能するヒーター352は、図示のように、ヒーター幅 $d_2$ を有するように設ける。ヒーター352は熱流354を生じ、この熱流354は、融液106の表面362に向かって、第1熱拡散バリア332及び第2熱拡散バリア334が画定する隔離領域360を経て進む。熱流354の隔離領域360内での均一性を高めるため、また、ポイントCとDとの間における露出面362での熱流の均一性を高めるため、隔離領域の幅 $d_1$ をヒーター幅 $d_2$ に対して調整することができる。幾つかの事例において、ヒーター幅 $d_2$ は隔離領域の幅 $d_1$ よりも広くすることができる。

#### 【0022】

図4は、3つの異なるジオメトリの下で深さ13mmの融液の露出面における熱流シミュレーションを有する複合図を示す。これら結果は、コンピュータによる流体力学計算に基づき、この計算は、均一な熱源404を融液の下端縁に沿って設けるシリコン融液に適用する。熱拡散バリア402は、5mmの幅（X軸に沿う）及び10mmの高さ（Y軸に沿う）を有する石英ガラスから構成し、図4に示すように、60mmの全幅及びひいては30mmの半分幅を有する隔離領域に隣接して配置する。熱流密度（ $q$ ）は、全てジオメトリに関して融液底部（Y軸に沿う）で $10\text{ W/cm}^2$ である。曲線406は、熱拡散バリアが融液に存在しないときの、対称形状プロファイルの半分における熱流密度プロファイルを示し、X軸に平行な融液表面に沿う位置の関数として示す。図示のように、中心領域（ $X=0$ ）における融液表面の熱流密度は、融液の底部の $10\text{ W/cm}^2$ である初期熱流に極めて近似する。熱流密度は、均一熱源の端縁に向かって進む方向に徐々に減少し、これにより依然として均一熱源404の直上に位置していても、熱流密度は $X=30\text{ mm}$ で $7\text{ W/cm}^2$ 未満である。曲線408は、熱拡散バリア402が存在し、かつ均一熱源404が $X=30\text{ mm}$ で隔離領域412の端縁まで延在するときの、熱流プロファイルを示す。図示のように、熱流密度はより均一で、25mmの位置まで $9\sim 10\text{ W/cm}^2$ の間の値を維持する。曲線410は、熱拡散バリア402が存在し、かつ均一な熱源が隔離領域412の端縁を越えて $X=35\text{ mm}$ の位置まで延在するときの、熱流密度プロファイルを示す。図示のように、熱流密度は更により均一で、25mmの位置まで $10\text{ W/cm}^2$ に近似する値を維持する。図4の結果からわかるように、融液表面での均一な熱流は、熱源と組み合わせて熱拡散バリアを適切に設置することによって所望の幅に調整することができる。このことを、装置において結晶シートの成長のために活用でき、この場合、均一熱流量領域の幅を、結晶シートの引出し方向に直交する横方向に沿って処理すべき結晶シートの幅にわたるように構成する。このことを、図4において半分幅が25mmである結晶シート420によって示し、これにより結晶シート420を図示のように設置するとき、全幅（図示しない他方の半分幅は、 $X=0$ の位置の左側となる）を同一熱流にさらすことができる。

#### 【0023】

他の実施形態において、熱拡散バリアの特性を活用して、融液表面に供給する熱流に集



中させることができる。図5Aは、熱拡散バリアアセンブリ501を、熱が融液106を経て移動するときに熱流密度が高くなるように構成した装置500の一実施形態を示す。この装置は、ヒーター502、ヒーター504、及びヒーター506を備え、それらヒーターはるつぼ514の個別部分の下方に配置する。るつぼホルダー510は、るつぼ514とヒーターとの間に配置する。るつぼホルダー510は、るつぼ514の底部に沿って個別領域を画定する断熱スペーサ512を有し、これら個別領域をヒーター502、ヒーター504、又はヒーター506によって別個に加熱することができる。ヒーター502は、熱拡散バリアアセンブリ501の下方に配置し、この熱拡散バリアアセンブリ501は、第1熱拡散バリア516及び第2熱拡散バリア518から成る。第1熱拡散バリア516及び第2熱拡散バリア518それぞれは、融液106の露出面524に対して角度を付け、それらバリアの間の離間距離が、熱拡散バリアアセンブリ501の、露出面524に近接する部分と比較して露出面524から遠ざかる部分でより大きくなるようにする。図5Aに更に示すように、第1熱拡散バリア516及び第2熱拡散バリア518は、露出面524の下方に配置し、熱拡散バリアアセンブリの頂部部分は、融液内106内に位置する平面522を画定する。幾つかの実施例において、融液106のY軸に平行な方向に沿う深さ $h_m$ は、10mm~20mmとすることができ、平面522と露出面524との間の距離 $h_1$ は、1mm~5mmとすることができ、装置500は、さらに、熱拡散バリアアセンブリ501の上方に配置する晶析装置520を有する。留意されたいのは、幾つかの実施形態において、第1熱拡散バリア516及び第2熱拡散バリア518が露出面524に対して同一角度をなすものとしてすることができ、他の実施形態において、第1熱拡散バリア516が、露出面524に対して第1角度をなし、この第1角度は、第2熱拡散バリア518によって露出面524に対してなす第2角度とは異なるものとしてすることができる点である。第1熱拡散バリア516及び第2熱拡散バリア518のこのような非対称指向性は、非対称熱流束分布を発生させるべき場合に有用である。

#### 【0024】

操作にあたり、装置500は、ヒーター502、ヒーター504、及びヒーター506の任意な組み合わせを用いて、融液106を加熱することができる。ヒーター502が機能しているとき、融液106まで到達する熱流は、露出面524で集中することができる。集中した熱流は、露出面524上又はその近傍で生ずる結晶シートの成長を安定化させるのに使用することができる。結晶化を生ずるため、露出面524に供給される集中熱流よりも一層急速に熱を除去することができる。

#### 【0025】

図5Bは、装置500の操作の1つの実施例を示す。この実施例において、ヒーター502が機能し、また融液106に熱を供給する。ヒーター504及びヒーター506も機能することができるが、ここでは説明を簡潔にするため考慮しない。一実施例において、融液106はシリコンとし、また露出面524の温度はシリコンの融点である1685Kであると仮定することができる。図示のように、熱流530は、上側にあるるつぼホルダー510を経て上方に移動し、熱拡散バリアアセンブリ501(図5A参照)によって画定した隔離領域534内に進入する。熱拡散バリアアセンブリ501は、外方の外側領域536に向かう熱流に対するバリアを呈する。従って、集中した熱流532が、熱拡散バリアアセンブリ501の上方部分で発生する。

#### 【0026】

先述したように、るつぼ514に適切な材料は石英ガラスであり、これは、シリコン融液との反応に対する抵抗性、及び汚染をもたらす金属種をシリコン融液に導入しないという事実に起因する。しかし、以下で詳述するように、石英ガラス製のるつぼの軟化点及び熱インピーダンスは、るつぼ514の底部を経て流れる許容可能な熱流を制限する。この制限は、一部には石英ガラスが低熱伝導率を有し、またひいてはるつぼの外側から内側への大きな温度降下を生ずることに起因する。石英ガラスの熱伝導率(1700Kで $\sim 0.5 \text{ W/cm}\cdot\text{K}$ )を考えると、 $20 \text{ W/cm}^2$ を印加するとき、4mmの厚さのるつぼは、160Kの温度降下を生じ、この $20 \text{ W/cm}^2$ の熱流印加は、シリコン融液を融液底部

で1685 Kの融解温度に維持するため、るつぼの外側で少なくとも1845 Kの温度にするのに必要なものである。しかし、融液が12 mmのような有限深さを有すると仮定すると、更なる温度降下が融液の底部と頂部との間で生じ、それは $15 \text{ W/cm}^2 \sim 20 \text{ W/cm}^2$ の熱流で30 ~ 40 Kの範囲であり、これにより融液の底部での融液温度は、しばしば少なくとも1715 K ~ 1725 Kとなり、融液表面温度を1685 Kにする。

#### 【0027】

したがって、上述の考察により、最低温度を1885 Kの範囲に設定し、従来装置のシリカ製のるつぼに供給される $20 \text{ W/cm}^2$ の熱流密度を印加するとき、1685 Kのシリコン融解温度に維持する。しかし、従来装置に対する $20 \text{ W/cm}^2$ の熱流密度制限は、結晶シリコンの成長シートを安定させるのに不十分な場合があり得る。熱拡散バリアアセンブリ501は、熱流を露出面524に向けて集中させることで、この問題を解決する。1つの特別な実施例において、るつぼ514の底部を経て、隔離領域534の底部（ここでは隔離領域534の面積が $A_1$ である）に伝導される熱流は $15 \text{ W/cm}^2$ であると仮定する。説明目的のため、熱拡散バリアアセンブリ501は角度付けしたものとすることができ、これにより平面522での隔離領域の面積は $A_1/3$ であり、熱流532は $\sim 45 \text{ W/cm}^2$ の値となるように熱流を増強する。シリコンの熱伝導率（ $0.6 \text{ W/cm-K}$ ）を考えると、温度勾配は、融液506の底部における $\sim 3 \text{ K/mm}$ から平面522における $\sim 7 \text{ K/mm}$ に変化し、平均すると $\sim 5 \text{ K/mm}$ となる。従って、るつぼ514の底部から熱拡散バリアアセンブリ501の頂部までの正味温度差は、熱拡散バリアアセンブリ501は10 mmの高さであると仮定すると、50 Kである。平面522が露出面524の3 mm下方に位置する実施例において、融液106の平面522での温度は、 $3 \text{ mm} \times 7 \text{ K/mm}$ 、すなわち21 Kに等しく、これは、露出面524の温度よりも高く、るつぼ底部温度を露出面524の温度よりも71 K高くする。従って、融液106の底部温度は、 $1685 \text{ K} + 71 \text{ K}$ 、すなわち1756 Kに維持できる。

#### 【0028】

石英ガラスの熱伝導率（1700 Kで $\sim 0.05 \text{ W/cm-K}$ ）を考えると、ヒーター502から供給した $15 \text{ W/cm}^2$ の熱流密度に関してるつぼ514を経る熱流は、 $\sim 30 \text{ K/mm}$ の温度勾配になる。4 mmの十分なるるつぼ厚さに関しては、るつぼ514の底面538を、融液106の底部における温度、すなわち $1756 \text{ K} + 120 \text{ K} = 1876 \text{ K}$ よりも、 $30 \text{ K/mm} \times 4 \text{ mm}$ 、すなわち120 K高い温度にすることになる。この温度は、るつぼ514の深刻な軟化を起こす温度範囲よりも低い。

#### 【0029】

従って、単に $15 \text{ W/cm}^2$ の熱流密度をるつぼ514の底部に発生するだけで済むため、装置500は、るつぼの完全性を損なうことなく、 $\sim 45 \text{ W/cm}^2$ の熱流を平面522に送給することができ、それは従来装置を使用することによっては不可能である。るつぼ底部内への所定熱流に関して、角度付き熱拡散バリアアセンブリの使用によって、熱拡散バリアを使用しない従来装置より高い平均熱勾配を生じ得ることに留意されたい。例えば、 $15 \text{ W/cm}^2$ を供給する従来装置は、融液全体にわたり $\sim 3 \text{ K/mm}$ の熱勾配を生ずるが、上述の本発明実施形態においては、平均熱勾配は $5 \text{ K/mm}$ であった。しかし、融液表面で $45 \text{ W/cm}^2$ を生ずるためには、従来装置は、融液底部で $45 \text{ W/cm}^2$ を発生する必要がある、このことは、4 mm厚さのるつぼにわたる $90 \text{ K/mm}$ の温度勾配又は $360 \text{ K}$ の温度降下をもたらす。加えて、 $45 \text{ W/cm}^2$ の熱流密度は、シリコン融液において $7 \text{ K/mm}$ を上回る熱勾配を生じ、10 mm深さの融液を経て70 Kの温度降下をもたらす。従って、るつぼの外側における温度は、少なくとも $1685 \text{ K} + 70 \text{ K} + 360 \text{ K}$ 、すなわち2115 Kである必要があつて、それは、融液表面で1685 Kの温度を生ずるために必要である。しかし、石英シリカ製のるつぼの完全性は、2115 Kでは維持されず、これは、このような高温では深刻な軟化又は流動を招くことに起因する。

#### 【0030】

図5Cは、晶析装置520が露出面524から熱流537として示す熱量を除去する、装置500の操作の他の段階を示す。熱流537の熱量は、熱流532の熱量を超え、し

10

20

30

40

50

たがって、熱拡散バリアアセンブリ501の上方の露出面524で結晶化が起こる。結晶引出し装置（図示せず）は、図示のように引出し方向515に沿って動かすことによって、結晶シート540を引き出すことができる。結晶シートを形成する装置500によって得られる利点は、装置500が融液表面で $20\text{ W/cm}^2$ を上回る、例えば、 $30\text{ W/cm}^2 \sim 50\text{ W/cm}^2$ のような高い熱流密度を生ずることができる点であり、このレベルは従来装置によっては達成されない。本発明の発明者は、このような高レベルの熱流密度が、本明細書で開示するような水平成長装置における結晶シートの成長を安定化させるのに有効であることを認識した。

#### 【0031】

融液表面に沿う結晶材料シート形成に適応するため、熱拡散バリアアセンブリ501を融液表面の下方に配置することに留意されたい。しかし、熱拡散バリアアセンブリが表面にまで延在していないときでさえも、高熱流密度を依然として融液の表面まで送給することができる。図6は、様々なシナリオにおける例示的な熱流密度曲線を示す。この結果は、コンピュータによる流体力学的計算であって、 $15\text{ W/cm}^2$ の熱流を深さが13mmの融液底部に供給するシリコン融液に適用した計算に基づく。熱拡散バリアアセンブリの頂部は、融液表面の3mm下方にあると仮定することができる。曲線602は、熱拡散バリアアセンブリが存在しない場合を示す。この場合において、熱流密度における幅広いピークが、 $12\text{ W/cm}^2$ 未満のピーク値で起こる。曲線604は、角度付き熱拡散バリアアセンブリが存在し、熱流密度を熱拡散バリアアセンブリの頂部で計算した場合を示す。この場合において、5mm～6mmの範囲において半値全幅（FWHM）を有する狭いピークを観察でき、熱拡散バリアアセンブリを使用することによってもたらされる熱流密度増進を示す $35\text{ W/cm}^2$ のピーク値を有する。曲線606は、角度付き熱拡散バリアアセンブリが存在し、熱流密度が融液表面の1mm下方で計算した場合を示す。この場合において、狭いピークを観察でき、熱流密度が依然として存続していることを示す $30\text{ W/cm}^2$ のピーク値を有する。曲線608は、角度付き熱拡散バリアアセンブリが存在し、熱流密度を融液表面で計算した場合を示す。この場合において、狭いピークを観察でき、角度付き熱拡散バリアアセンブリによって発生した熱流密度増進の大部分を示す $28.5\text{ W/cm}^2$ のピーク値を有する。

#### 【0032】

融液表面での熱流密度増進の正確な量は、熱拡散バリアの角度及び融液表面からの距離を調整することによって適合できることに留意されたい。図7は、様々な異なるシナリオに対する例示的な熱流密度曲線を示し、これらシナリオにおいて、熱拡散バリアアセンブリ頂部での熱拡散バリアのギャップ又は離間距離を変化させる。図7において、全ての熱流密度曲線は、るつぼ底部に隣接する底部における25mmの離間距離を有する熱拡散バリアアセンブリに基づいた計算を反映する。熱拡散バリアの壁の角度を調整することによって、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップを調整する。曲線702は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが25mmである場合を示し、隔離領域は一定の幅を有する。この例において、 $26.3\text{ W/cm}^2$ の最大値を有する幅広いピークが発生する。曲線704は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが12mmである場合を示す。この例において、 $37.4\text{ W/cm}^2$ の最大値を有する狭いピークが発生する。曲線706は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが8mmである場合を示す。この例において、 $42.4\text{ W/cm}^2$ の最大値を有するさらに狭いピークが発生する。曲線708は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが4mmである場合を示す。この例において、 $44.1\text{ W/cm}^2$ の最大値を有するさらに狭いピークが発生する。曲線710は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが3mmである場合を示す。この例において、 $42.9\text{ W/cm}^2$ の最大値を有するさらに狭いピークが発生する。曲線712は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが2mmである場合を示す。この例において、 $40.6\text{ W/cm}^2$ の最大値を有するさらに狭いピークが発生する。曲線714は、熱拡散バリアアセンブリ頂部でのギャップが1mmである場合を示す。この例において、 $35\text{ W/cm}^2$ の最大値を有するさらに狭いピークが発生する。4mm未満のギャップに対する最大熱

流束の減少は、熱が高熱伝導率の融解シリコン内に導く減少したギャップによって生ずる増加した熱インピーダンスに起因すると考えることができる。

【 0 0 3 3 】

上述の結果から、熱拡散バリアアセンブリに角度を付けて熱拡散バリアアセンブリ頂部のギャップを25mmから4mmまで減らすと、熱流束密度のピーク値を増加する効果を有することが観察できる。ギャップが4mmの時に最大ピーク値が起こり、それより小さいギャップで減少することが更に観察できる。従って、これらの結果は、熱拡散バリアアセンブリの頂部及び底部におけるギャップの相対サイズを調整することによって、熱流密度を調整できることを実証する。さらに、上述の結果から、FWHMのような熱流束密度ピークの幅は、狭いゾーンに熱を送給する狭いピークを維持するように調整することができ、この狭いゾーンは、シリコンシートの前縁を安定化させるのに適していることに留意されたい。

10

【 0 0 3 4 】

他の実施形態において、融液処理装置は、多重熱拡散バリアアセンブリを含む。特定の実施形態において、装置は、融液表面で集中した熱流を生ずる第1熱拡散バリアアセンブリと、融液の標的領域に均一な熱流を生ずる第2熱拡散バリアアセンブリを含む。図8は、装置800の操作の一実施例を示し、この装置800は、上述した装置500及び装置300の熱拡散バリアアセンブリのコンポーネントを含む。これらの熱拡散アセンブリのコンポーネントは、るつぽを用いて異なる向きにして設けることができる。特に、熱拡散バリアアセンブリ501が動作して、上述したように集中した熱流532を生ずる。この熱流は、例えば、 $30\text{ W/cm}^2$ を超え、結晶シート804の前縁806の成長を安定化させるように用いる。これは、熱流536を晶析装置520によって露出面524から除去し、また結晶化が起こる時に発生する。装置800は、さらに、ヒーター352及び熱拡散バリアアセンブリ366を備え、その操作は、図3Cにつき上述している。特に、熱拡散バリアアセンブリ366及びヒーター352は、結晶シート804に向けてY軸に沿って熱流を供給でき、この熱流の熱流密度は、図3C及び4において大まかに示すようにX軸に平行な結晶シート804の幅にわたり均一である。従って、熱拡散バリアアセンブリ366は、図8で示唆するように、結晶シートの幅にわたり均一に結晶シート804の一部を融液に戻すことができる。これによって、装置800は、結晶シートの前縁を安定化させる改善した熱流と、並びに結晶シートの幅にわたり均一な融液戻しを生ずるよう結晶シートを均一に処理する均一熱流との双方を供給する。

20

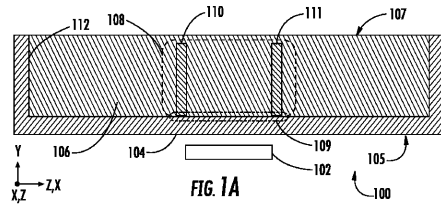
30

【 0 0 3 5 】

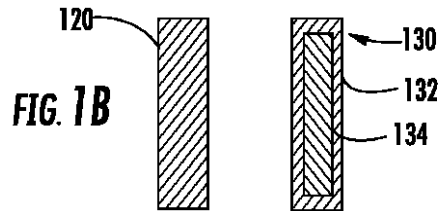
本発明は、上述した特定の実施形態によって範囲が限定されるものではない。実際、本発明の他の様々な実施形態及び変更は、上述の実施形態に加えて、先述の説明及び添付図面から当業者には明らかであろう。従って、他の実施形態及び変更は本発明の範囲内にあることを意図する。さらに、本発明は、特定の実施の背景において特定の環境において特定の目的のためにここで説明しているが、当業者は、その有効性がそれらに限定されず、本発明が多数の環境において多数の目的のために有益に実施できることを認識するであろう。従って、特許請求の範囲の請求項は、上述するように本発明の全幅範囲及び精神の観点で解すべきである。

40

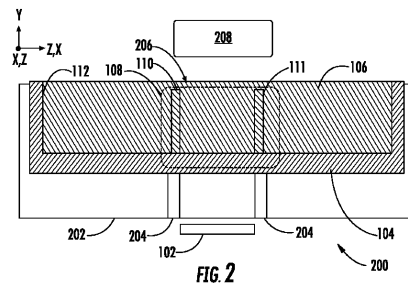
【図 1 A】



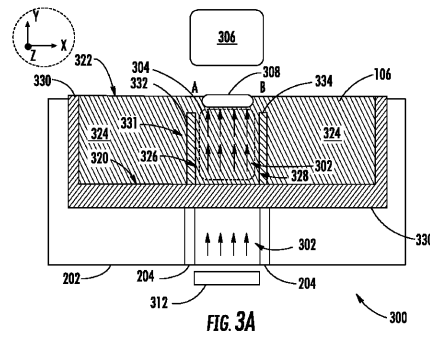
【図 1 B】



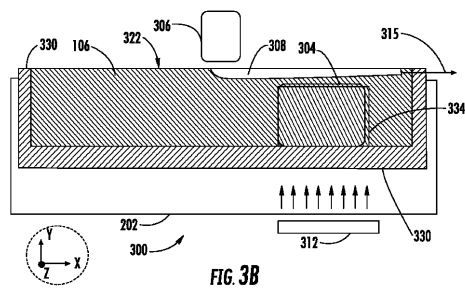
【図 2】



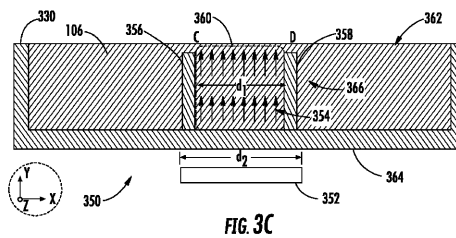
【図 3 A】



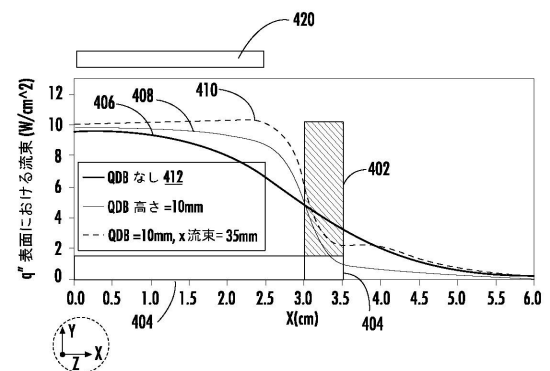
【図 3 B】



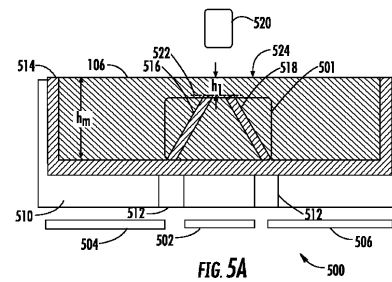
【図 3 C】



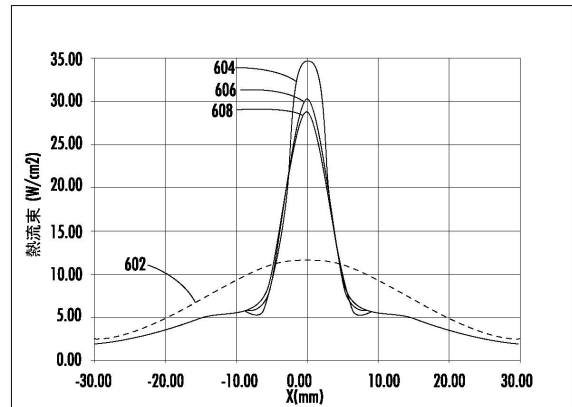
【図 4】



【図 5 A】



【 図 6 】



**FIG. 5C**

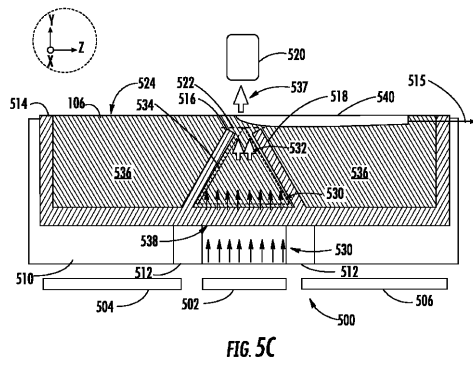
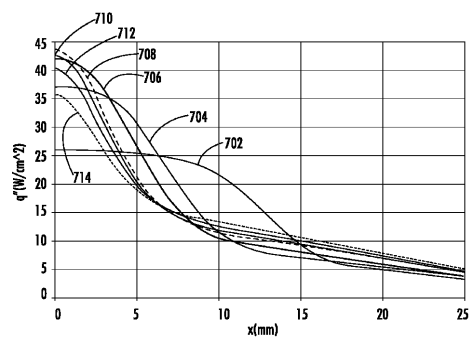
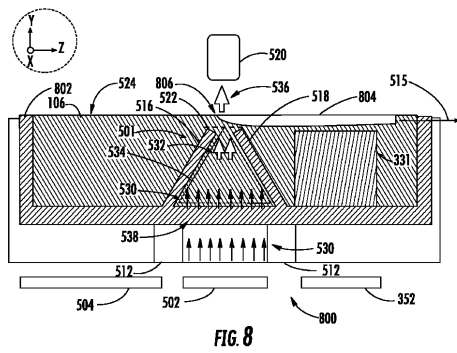


FIG. 7



**FIG. 8**



## フロントページの続き

- (72)発明者 フレデリック エム カールソン  
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 01930 グローチェスター ドリー ロード 35
- (72)発明者 デイビッド マレル  
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 01930 グローチェスター ドリー ロード 35
- (72)発明者 アラ モラディアン  
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 01930 グローチェスター ドリー ロード 35
- (72)発明者 ナンディシュ デサイ  
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 01930 グローチェスター ドリー ロード 35

審査官 有田 恭子

- (56)参考文献 特開昭58-045191(JP, A)  
米国特許第04289571(US, A)  
米国特許第08262797(US, B1)  
特開平03-115188(JP, A)  
国際公開第2012/151155(WO, A2)  
特開平01-226798(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C30B 1/00 - 35/00