

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号

特表2023-548240

(P2023-548240A)

(43)公表日 令和5年11月15日(2023.11.15)

(51)国際特許分類	F I	テーマコード(参考)
C 3 0 B 29/06 (2006.01)	C 3 0 B 29/06 5 0 2 J	4 G 0 7 7
	C 3 0 B 29/06 5 0 2 H	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全19頁)

(21)出願番号	特願2023-528068(P2023-528068)	(71)出願人	518112516
(86)(22)出願日	令和2年12月29日(2020.12.29)		グローバルウェーハズ カンパニー リミテッド
(85)翻訳文提出日	令和5年6月5日(2023.6.5)		GlobalWafers Co., Ltd.
(86)国際出願番号	PCT/EP2020/087962		台湾 3 0 0 7 5 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
(87)国際公開番号	WO2022/100875	(74)代理人	100145403
(87)国際公開日	令和4年5月19日(2022.5.19)		弁理士 山尾 憲人
(31)優先権主張番号	63/112,424	(74)代理人	100132263
(32)優先日	令和2年11月11日(2020.11.11)		弁理士 江間 晴彦
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(74)代理人	100107180
(81)指定国・地域	AP(BW,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,MC,...	(74)代理人	100221501
	最終頁に続く		最終頁に続く

(54)【発明の名称】 エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減したシリコン基板を形成する方法およびエピタキシャルウエハを形成する方法

(57)【要約】

エピタキシャル成長用の単結晶シリコン基板を作製する方法が開示される。方法は、インゴットセグメントの成長の間、(i)成長速度 $v$ および/または(ii)軸方向温度勾配 $G$ を、 $v/G$ が臨界 $v/G$ より小さくなるように、および/または $v/G$ がインゴットのホウ素濃度に依存する $v/G$ の値よりも小さくなるように制御することを含み得る。エピタキシャルウエハを作製する方法もまた開示される。

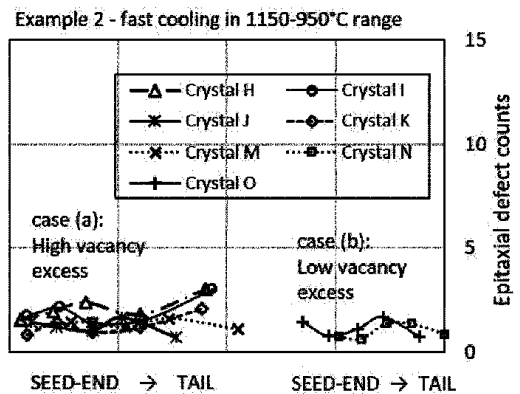


FIG. 5

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減させたシリコン基板であって、ホウ素が少なくとも  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> の濃度でドーピングされているシリコン基板を形成する方法であって、

初期投入量の多結晶シリコンを坩堝に加えること；

初期投入量の多結晶シリコンを含む坩堝を加熱して、シリコン融液を坩堝内で形成すること；

ホウ素を坩堝に加えて、ドーピングされたシリコン融液を作製すること；

シリコン種結晶を前記ドーピングされたシリコン融液と接触させること；

シリコン種結晶を引き上げて、一定直径部分を有する単結晶シリコンインゴットを成長させること

を含み、

前記インゴットの前記一定直径部分のセグメントが、少なくとも約  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有し；

前記セグメントが  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するとき、(i) 成長速度  $v$  および / または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  を、前記セグメントの成長の間、 $v / G$  が  $0.20 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように制御し、

前記セグメントが  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するとき、(i) 成長速度  $v$  および / または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  を、前記セグメントの成長の間、 $v / G$  が  $0.25 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように制御し、

前記セグメントが  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> よりも大きいホウ素濃度を有するとき、(i) 成長速度  $v$  および / または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  を、任意の値の  $v / G$  で操作し、

前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントを、その凝固温度から  $950$  以下に冷却することを含み、前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントが  $1150 \sim 950$  の温度範囲にあるドウェル時間を  $160$  分未満とする、

方法。

## 【請求項 2】

前記一定直径部分が長さ  $D$  を有し、前記セグメントの長さが少なくとも  $0.5 \times D$  であり、あるいは少なくとも  $0.75 \times D$  であり、あるいは少なくとも  $0.9 \times D$  であり、あるいは前記セグメントが前記インゴットの前記一定直径部分全体である、請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 3】

前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントが  $1150 \sim 950$  の温度範囲にあるドウェル時間が  $120$  分未満であり、あるいは  $90$  分未満であり、あるいは  $60$  分未満である、請求項 1 または 2 に記載の方法。

## 【請求項 4】

前記セグメントが  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記セグメントが  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 6】

前記セグメントが  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> よりも大きいホウ素濃度を有する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 7】

前記融液に炭素がドーピングされていない、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 8】

前記単結晶シリコンインゴットを基板にスライスすることをさらに含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

10

20

30

40

50

## 【請求項 9】

エピタキシャル構造を作製する方法であって、  
シリコン基板を請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法で形成すること；  
前記シリコン基板の前面を、分解してエピタキシャルシリコン層を前記シリコン基板上に形成するシリコン含有ガスに接触させること  
を含む、方法。

## 【請求項 10】

エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減させたシリコン基板を形成する方法であって、

初期投入量の多結晶シリコンを坩堝に加えること；

初期投入量の多結晶シリコンを含む坩堝を加熱して、シリコン融液を坩堝内で形成すること；

ホウ素を坩堝に加えて、少なくとも  $3.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するドーブされたシリコン融液を作製すること；

シリコン種結晶を前記ドーブされたシリコン融液と接触させること；

シリコン種結晶を引き上げて、一定直径部分を有する単結晶シリコンインゴットを成長させること

( i ) 成長速度  $v$  および / または ( ii ) 軸方向温度勾配  $G$  を、前記インゴットの前記一定直径部分のセグメントの成長の間、 $v / G$  が臨界  $v / G$  未満となるように制御すること；

前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントを、凝固温度から 950 以下に冷却することを含み、前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントが 1150 ~ 950 の温度範囲にあるドウェル時間を 160 分未満とする、  
方法。

## 【請求項 11】

前記一定直径部分が長さ  $D$  を有し、前記セグメントの長さが少なくとも  $0.5 \times D$  であり、あるいは少なくとも  $0.75 \times D$  であり、あるいは少なくとも  $0.9 \times D$  であり、あるいは前記セグメントが前記インゴットの前記一定直径部分全体である、請求項 10 に記載の方法。

## 【請求項 12】

前記インゴットの前記一定直径部分の前記セグメントが 1150 ~ 950 の温度範囲にあるドウェル時間が 120 分未満であり、あるいは 90 分未満であり、あるいは 60 分未満である、請求項 10 または 11 に記載の方法。

## 【請求項 13】

前記一定直径部分の前記セグメントにおいてホウ素濃度が  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> であるとき、( i ) 成長速度  $v$  および / または ( ii ) 軸方向温度勾配  $G$  を、 $v / G$  が  $0.20 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように制御し、

前記一定直径部分の前記セグメントにおいてホウ素濃度が  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> であるとき、( i ) 成長速度  $v$  および / または ( ii ) 軸方向温度勾配  $G$  を、 $v / G$  が  $0.25 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように制御する、請求項 10 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 14】

前記一定直径部分の前記セグメントにおいてホウ素濃度が  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> よりも大きいとき、任意の技術的に実行可能な  $v / G$  の値を用いてよい、請求項 10 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 15】

前記融液に炭素がドーブされていない、請求項 10 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 16】

前記単結晶シリコンインゴットを基板にスライスすることをさらに含む、請求項 10 ~

10

20

30

40

50

15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項17】

エピタキシャル構造を作製する方法であって、  
シリコン基板を請求項10～16のいずれか1項に記載の方法で形成すること；  
前記シリコン基板の前面を、分解してエピタキシャルシリコン層を前記シリコン基板上に形成するシリコン含有ガスに接触させること  
を含む、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本願は2020年11月11日に出願された米国仮特許出願第63/112,424の利益を主張し、当該仮出願はその全体が引用により本明細書に組み込まれる。

【0002】

(開示の分野)

本開示の分野は、エピタキシャル成長のための単結晶シリコン基板の準備と、エピタキシャルウエハを形成する方法とに関連する。

【背景技術】

【0003】

(背景)

エピタキシャルウエハは、その前面にエピタキシャル層が堆積された単結晶シリコン基板を含む。エピタキシャルウエハは、マイクロエレクトロニクス(集積回路もしくはパワー用途)または光起電力用途に適した電子デバイスを形成するために使用され得る。

【0004】

エピタキシャルウエハは、その性能を低下させる表面欠陥を有することがある。シリコン基板に形成された欠陥の中には、エピタキシャルプロセス中に消失しないものがあり、エピタキシャル堆積後にエピタキシャル層中のグローイン(grow-in;または成長)欠陥部位(例えば、エピ積層欠陥または「盛り(ヒロック;hillock)」)の原因となると考えられている。これらのグローイン欠陥は、エピタキシャル層を通過する欠陥伝播によって形成されると考えられている。エピタキシャル層を厚くすると、基板の欠陥をカバーする代わりに、 $\langle 111 \rangle$ 結晶面に沿ったシリコンエピタキシャル成長モードに起因して基板表面の出発欠陥の寸法を大きくし、エピタキシャル層の厚さの増加に伴い、より大きく、より目に見えるエピタキシャル欠陥を形成させる。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

基板ウエハ中のエピタキシャル欠陥となるグローイン核(grow-in nuclei)の数を減らす方法と、エピタキシャルウエハを形成する関連した方法に対する要求が存在する。

【0006】

このセクションは、以下で説明され、および/または特許請求される本開示の様々な側面に関連し得る、様々な技術の側面を読者に紹介することを目的とする。この議論は、本開示の様々な側面のより良い理解を促進するための背景情報を読者に提供するうえで有用であると考えられる。したがって、これらの説明は、このような観点から読まれるべきであり、先行技術の承認として読まれるものでないことが理解されるべきである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

(要約)

本開示の一つの態様は、エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減させたシリコン基板を形成する方法に関する。シリコン基板は、少なくとも $2.8 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>の濃度でホウ素ドーピングされる。初期投入量の多結晶シリコンを坩堝に加える。初期投入量

10

20

30

40

50

の多結晶シリコンを含む坩堝を加熱して、坩堝内にシリコン融液を形成する。坩堝にホウ素を添加し、ドーブされたシリコン融液を生成する。シリコン種結晶をドーブされたシリコン融液に接触させる。シリコン種結晶を引き上げて、一定直径部分を有する単結晶シリコンインゴットを成長させる。インゴットの一定直径部分のセグメント（または一部）は、少なくとも約  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する。セグメントが  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する場合、(i) 成長速度  $v$ 、および/または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  は、 $v / G$  が  $0.20 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  以下となるように、セグメントの成長中に制御される。セグメントが  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する場合、(i) 成長速度  $v$ 、および/または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  は、 $v / G$  が  $0.25 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように、セグメントの成長中に制御される。セグメントが  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> より大きいホウ素濃度を有する場合、(i) 成長速度  $v$ 、および/または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  は、任意の値の  $v / G$  で操作される。インゴットの一定直径部分のセグメントは、その凝固温度から  $950$  以下にまで冷却される。インゴットの一定直径部分のセグメントが  $1150 \sim 950$  の温度範囲にあるドウェル時間（dwell time；または滞留時間）は、 $160$  分未満である。

10

#### 【0008】

本開示のさらに別の態様は、エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減させたシリコン基板を形成する方法に関する。初期投入量の多結晶シリコンを坩堝に加える。初期投入の多結晶シリコンを含む坩堝を加熱して、坩堝内にシリコン融液を形成する。ホウ素を坩堝に添加し、少なくとも  $3.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するドーブされたシリコン融液を準備する。シリコン種結晶をドーブされたシリコン融液に接触させる。シリコン種結晶を引き上げて、単結晶シリコンインゴットを成長させる。インゴットは一定の直径部分を有する。当該方法は、(i) 成長速度  $v$ 、および/または (ii) 軸方向温度勾配  $G$  を、比  $v / G$  が臨界  $v / G$  よりも小さくなるように、インゴットの一定直径部分のセグメントの成長中、制御することをさらに含む。インゴットの一定直径部分は、その凝固温度から、 $950$  以下にまで冷却される。インゴットの一定直径部分のセグメントが  $1150 \sim 950$  の温度範囲にあるドウェル時間は、 $160$  分未満である。

20

#### 【0009】

本開示の上述の態様に関連して言及した特徴の様々な改良が存在する。さらなる特徴もまた同様に、本開示の上述の態様に組み込まれてよい。これらの改良および追加の特徴は、独立して、または任意の組み合わせで存在してよい。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される様々な特徴は、本開示の上述の態様のいずれかに、単独で、または任意の組み合わせで組み込まれてよい。

30

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0010】

【図1】図1はシリコンインゴット成長前のインゴット引き上げ装置の断面図である。

【図2】図2はシリコンインゴット成長中の図1のインゴット引き上げ装置の断面図である。

【図3】図3は、単結晶シリコンインゴットの模式断面図であり、三つのホウ素ドーピングレベル（(a)から(c)に向かって増加する）について空孔リッチ領域および格子間原子リッチ領域の軸方向の傾向を示す。

40

【図4】図4は、 $1150 \sim 950$  の温度範囲での時間を相対的に長くした、単結晶インゴットにおける基板ウエハの軸方向位置の関数としてのエピタキシャル欠陥数のグラフである。

【図5】図5は、 $1150 \sim 950$  の温度範囲での時間を相対的に短くした、単結晶インゴットにおける基板ウエハの軸方向位置の関数としてのエピタキシャル欠陥の数のグラフである。

【図6】図6は、インゴットセグメントが  $1150 \sim 950$  の温度範囲あるドウェル時間の関数としての欠陥数のグラフである。

【図7】図7は、種々の単結晶シリコンインゴットについての結晶長に対するドウェル時

50

間のグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0011】

図面全体を通じて同じ参照符号は同じ部分を示す。

【0012】

本開示の提供は、エピタキシャル欠陥（すなわち、エピタキシャル基板上でのエピタキシャルシリコン成長の後に発生する欠陥）となるグローイン核を低減させたシリコン基板を形成する方法に関する。本開示の実施形態によれば、エピタキシャル成長の間に欠陥をもたらす核を減少させるために、成長速度（ $v$ ）および軸方向温度勾配（ $G$ ）の比（ $v/G$ ）を、インゴットの一定直径部分のセグメントまたは全体が成長する間、制御してよく、また、セグメントが1150 ~ 950 の温度範囲にある時間を160分以下に制御する。得られる基板は、基板上で成長させるエピタキシャル層が、低減したグローイン欠陥を有する又はグローイン欠陥を有しない、エピタキシャルなシリコンの成長に適したもののとなる。

10

【0013】

本開示の方法は概して、単結晶シリコンインゴットを引き上げるように構成された任意のインゴット引き上げ装置において実施され得る。図1において、インゴット引き上げ装置（またはより単純には「インゴット・プラー（ingot puller）」）の例は、全体として「100」で示される。インゴット引き上げ装置100は、サセプタ106で支持された、半導体グレードまたはソーラー（もしくは太陽電池）グレードの物質（例えばシリコン）の融液104を保持する坩堝102を含む。インゴット引き上げ装置100は、シリコンインゴット113（図2）を融液104から引き上げ軸Aに沿って引き上げるための成長チャンバ152を画定する結晶引き上げ装置ハウジング108を含む。

20

【0014】

坩堝102は、床129および床129から上向きに延びる側壁131を含む。側壁131は、概して垂直である。床129は、側壁131の下で延びる、坩堝102の曲がった部分を含む。坩堝102内には、融液表面111（即ち、融液-インゴット界面）を有するシリコン融液104がある。

【0015】

ある実施形態においては、坩堝102は積層体であってよい。例えば、坩堝102は、石英のベース層および石英のベース層上に配置された合成石英のライナーから構成されてよい。

30

【0016】

サセプタ106は、シャフト105によって支持される。サセプタ106、坩堝102、シャフト105およびインゴット113（図2）は、共通の長手方向の軸Aまたは「引き上げ軸」Aを有する。

【0017】

引き上げ機構114が、融液104からインゴット113を成長させ且つ引き上げるために、インゴット引き上げ装置100内に設けられる。引き上げ機構114は、引き上げケーブル118、引き上げケーブル118の一端に取り付けられたシード（seed）ホルダーまたはチャック120、およびシードホルダーまたはチャック120に取り付けられた結晶成長を開始するためのシリコン種結晶122を含む。引き上げケーブル118の一端は、プーリ（図示せず）もしくはドラム（図示せず）、または他の任意の適当な種類の昇降機構、例えばシャフトに接続され、他端は種結晶122を保持するチャック120に接続されている。操作中、種結晶122を下降させて融液104に接触させる。引き上げ機構114を操作して、種結晶122を上昇させる。これにより、単結晶インゴット113（図2）が融液104から引き上げられる。

40

【0018】

加熱および結晶引き上げの間、坩堝駆動ユニット107（例えばモータ）は坩堝102およびサセプタ106を回転させる。昇降機構112は、成長プロセスの間、坩堝102

50

を引き上げ軸 A に沿って上昇および下降させる。例えば、図 1 に示すように、坩堝 102 は、最も低い位置（底部ヒータ 126 付近）にあってよく、そこで坩堝 102 にあらかじめ加えられた初期投入量の固相多結晶シリコンを溶融させる。結晶成長は、融液 104 を種結晶 122 に接触させ、種結晶 122 を引き上げ機構 114 により持ち上げることに よって開始する。インゴットが成長するにつれて、シリコン融液 104 は消費され、坩堝 102 内の融液の高さが減少する。融液表面 111 をインゴット引き上げ装置 100 に対して同じ位置又はそれに近い位置に維持するように、坩堝 102 およびサセプタ 106 を上昇させてよい（図 2）。

#### 【0019】

結晶駆動ユニット（図示せず）はまた、引き上げケーブル 118 およびインゴット 113（図 2）を、坩堝駆動ユニット 107 が坩堝 102 を回転させる方向と反対の方向に回転（例えば、逆回転）させてよい。等回転を用いる実施形態において、結晶駆動ユニットは、引き上げケーブル 118 を、坩堝駆動ユニット 107 が坩堝 102 を回転させる方向と同じ方向に回転させてよい。加えて、結晶駆動ユニットは、インゴット 113 を、成長プロセスの間、融液表面 111 に対して所望のように上昇および下降させる。

#### 【0020】

インゴット引き上げ装置 100 は、アルゴンのような不活性ガスを成長チャンバ 152 に導入し、成長チャンバ 152 から抜き取る不活性ガスシステムを含んでよい。インゴット引き上げ装置 100 はまた、ドーパントを融液 104 に導入するためのドーパント供給システム（図示せず）を含んでよい。

#### 【0021】

チョクラルスキー（Czochralski）単結晶成長プロセスによれば、所定量の多結晶シリコンまたはポリシリコンが坩堝 102 に投入される。坩堝に導入される半導体またはソーラーグレードの初期物質は、一または複数の加熱要素から供給される熱により溶融させられて、シリコン融液を坩堝内に形成する。インゴット引き上げ装置 100 は、引き上げ装置内の熱を保持するために底部絶縁体 110 および側面絶縁体 124 を含む。図示した実施形態において、インゴット引き上げ装置 100 は、坩堝の床 129 の下に配置された底部ヒータ 126 を含む。坩堝 102 は、坩堝 102 に投入された多結晶を溶融させるために、底部ヒータ 126 に極めて接近するように移動させてよい。

#### 【0022】

インゴットを形成するために、融液 104 の表面 111 に種結晶 122 を接触させる。引き上げ機構 114 を操作して、融液 104 から種結晶 122 を引き上げる。図 2 を参照すると、インゴット 113 は、インゴットが種結晶 122 から移行して外向きに広がって目的とする直径に達する王冠部分 142 を含む。インゴット 113 は、引き上げ速度を上昇させることにより成長させられる結晶の一定直径部分 145 または円筒形の「本体」（または直胴部）を含む。インゴット 113 の本体 145 は、比較的一定である直径を有する。インゴット 113 は、本体 145 の後でインゴットの直径が漸減しているテールまたはエンドコーン（もしくは末端錘）（図示せず）を含む。直径が十分に小さくなると、インゴット 113 を融液 104 から分離させる。

#### 【0023】

インゴット引き上げ装置 100 は、結晶成長中の融液 104 の温度を維持するために、側面ヒータ 135、および坩堝 102 を囲むサセプタ 106 を含む。側面ヒータ 135 は、坩堝 102 が引き上げ軸 A を上昇および下降している間、坩堝の側壁 131 に対して半径方向に外側に配置されている。側面ヒータ 135 および底部ヒータ 126 は、側面ヒータ 135 および底部ヒータ 126 が本明細書で説明するように作動することを可能にする任意のタイプのヒータであってよい。ある実施形態においては、ヒータ 135、126 は、抵抗発熱体であってよい。側面ヒータ 135 および底部ヒータ 126 は、融液 104 の温度が引き上げプロセスの間、制御されるように、制御システム（図示せず）によって制御されてよい。

#### 【0024】

10

20

30

40

50

インゴット引き上げ装置 100 は、熱シールド 151 を含んでよい。熱シールド 151 は、インゴット 113 を覆ってよく、また、結晶成長の間、坩堝 102 内に配置してよい (図 2)。

#### 【0025】

ある実施形態においては、本明細書で説明される方法により製造されるシリコン基板はホウ素でドーピングされる (例えば、比較的高濃度でドーピングされる)。例えば、シリコン融液をホウ素でドーピングして、少なくとも  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するドーピングされたシリコンインゴットを製造してよい。融液を少なくとも  $3.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> の濃度でホウ素ドーピングすることを用いて、種側 (またはシード端) で少なくとも  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有するドーピングされたシリコンインゴットを得てよい。得られるインゴット (およびスライスされたウエハ) は、少なくとも  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有し得る。ある実施形態においては、融液を炭素でドーピングしない (また、ある実施形態においてはホウ素以外のドーパントを用いない)。

10

#### 【0026】

本開示の実施形態によれば、エピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減させたシリコン基板を、またはそのようなグローイン核が実質的に無い基板を、(1) 融液 - 結晶界面付近の軸方向の温度勾配 (G) の大きさに対する結晶引き上げ速度 (v) の比を制御し、(2) セグメントが 1150 ~ 950 の温度範囲にある時間 (すなわち、ドウェル時間) を 160 分以下となるように制御することにより、製造し得る。

#### 【0027】

シリコン成長中に v / G の比を制御することにより、優勢欠陥の種類を制御し得る。より高い v / G では、点欠陥の対流がそれらの拡散よりも優勢であり、界面の空孔濃度が格子間原子濃度より高いため、空孔が支配的な点欠陥として組み込まれたままである。より低い v / G では、拡散が対流よりも優勢であり、速く拡散する格子間原子 (または格子間欠陥もしくは格子間 ; interstitials) が支配的な点として組み込まれることを可能にする。v / G が臨界値付近 (すなわち、空孔と格子間原子との間の遷移が支配的である物質) である場合、両方の点欠陥が同等の非常に低い濃度で組み込まれる。

20

#### 【0028】

本開示の実施形態によれば、(i) 成長速度 v、および / または (ii) 軸方向温度勾配 G を、インゴットの一定直径部分の軸方向セグメントの成長の間、比 v / G が v / G の臨界値未満となるように制御して、インゴット中の空孔濃度を減少させてよい (あるいは臨界 v / G よりもごく僅かだけ上回る値よりも小さくなるように制御してよい)。

30

#### 【0029】

臨界 v / G は、一般にホウ素ドーピングの量に基づいて変化する。ホウ素は、平衡を格子間原子の状態 (または体制) にシフトさせる。ホウ素濃度が上昇する (すなわち、抵抗率が減少する) につれて、空孔支配領域は縮小し、結晶中心にて完全に消える (図 3C)。ホウ素がドーピングされたインゴットにおいて、空孔支配領域は、ホウ素のドーピングが  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> よりも大きくなると (例えば、10 mm · cm 未満の抵抗率)、すべての v / G の比において除去され得る。

#### 【0030】

ホウ素濃度が  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> 以下である場合、v / G を臨界 v / G より小さくなるように (あるいは、臨界 v / G を僅かに上回る値よりも小さくなるように) 制御してよい。本開示のある実施形態によれば、インゴットの一定直径部分のセグメントが  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する場合、(i) 成長速度 v、および / または (ii) 軸方向温度勾配 G を、v / G が  $0.20 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  よりも小さくなるように制御する。インゴットの一定直径部分のセグメントが  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> のホウ素濃度を有する場合、(i) 成長速度 v、および / または (ii) 軸方向温度勾配 G を、セグメントの成長中、v / G が  $0.25 \text{ mm}^2 / (\text{min} \cdot \text{K})$  未満となるように制御する。

40

#### 【0031】

50

上記したように、セグメントが $8.0 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>よりも大きい濃度でドーブされている場合、 $v/G$ のすべての範囲にわたって格子間原子がセグメント中の支配的な点欠陥であるので、 $v/G$ を制御する必要はない（すなわち、任意の技術的に実行可能な $v/G$ を用いてよい）。

【0032】

$v/G$ は一般的にインゴットの中心にて最も高いので、本明細書で提供される $v/G$ の範囲は一般的にインゴットの中心で測定されて、 $v/G$ がインゴットの全半径にわたって上限値よりも小さくなることを確実にする。

【0033】

インゴットを融液から引き上げるにつれて、インゴットは凝固温度（約1412）から室温に冷却される。本開示の実施形態によれば、インゴットの成長および $v/G$ の制御（ $v/G$ は、ホウ素濃度 $8.0 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>以下、すなわち、抵抗率が10m $\cdot$ cmを超えるときに制御される）の間、インゴットの冷却速度は、セグメント（例えば、セグメントの各部分）が1150 ~ 950 の温度範囲にあるドウェル時間が最小となるように制御される。この点に関して、すべてのインゴットは、ホウ素のドーピング濃度にかかわらず、このようにして制御され得る。ある実施形態によれば、インゴットの冷却速度は、セグメントが1150 ~ 950 の温度範囲にある時間が160分未満であるように制御される。

10

【0034】

インゴット引き上げ装置のホットゾーンは、この温度範囲にわたって、そのような冷却速度（例えば、1150 ~ 950 の温度範囲を通じて、少なくとも1.25 /分、少なくとも1.5 /分、少なくとも2.0 /分、少なくとも2.5 /分、少なくとも3.0 /分、または少なくとも3.5 /分の冷却速度）が達成されるように、配置され、ならびに/または変更されてよい。そのような冷却を達成し得るホットゾーンは、下記の一又は複数の任意の組み合わせを含んでよい：

20

（1）インゴット表面付近の能動的冷却要素（例えば、水冷）、

（2）結晶表面と融液との間の断熱を高めて、融液から結晶への熱放射を減少させること

、

（3）融液 - インゴット界面付近に冷たい不活性ガスの噴流を適用すること、

（4）インゴットの周囲を囲んでインゴットが放射する熱をインゴット引き上げ装置の壁に反射させる円錐形の熱シールド（例えば、モリブデンのような反射性物質）を用いること。

30

他の実施形態において、セグメントが1150 ~ 950 の温度範囲にある時間が120分未満、90分未満、または60分未満となるように、インゴットの冷却速度が制御される。

【0035】

上述のとおり、 $v/G$ は格子間原子が支配的な点欠陥となるように制御してよく、また、インゴットの少なくともセグメント（例えば軸方向のセグメント）について、インゴットのセグメントが160分未満の間、1150 ~ 950 の温度範囲にあるように、冷却速度を制御する。インゴットのこのセグメントは、インゴットの一定直径部分の長さ（ $D$ ）の少なくとも0.5倍の長さ（ $0.5 \times D$ ）を有してよい。他の実施形態において、セグメントの長さは少なくとも $0.75 \times D$ 、または少なくとも $0.9D$ である。ある実施形態において、セグメントはインゴットの一定直径部分の全体である。

40

【0036】

インゴットが成長すると、インゴットは基板（すなわち、ウエハ）にスライスされる。得られるウエハは、エピタキシャル成長の間形成されるエピタキシャル欠陥となるグローイン核を低減された量で有する。

【0037】

ウエハがインゴットからスライスされ、加工されると（例えば、種々の平滑化および/または表面粗さの低減）、分解してエピタキシャルシリコン層を基板上に形成するシリコ

50

ン含有ガスを前面に接触させることによって、エピタキシャル層が基板の前面に形成され得る。断りの無い限りにおいて、一般に、シリコン基板にシリコンエピタキシャル層を堆積するために当業者が利用できる任意の方法を用いることができる。シリコンは、エピタキシーにより、装置の用途に応じて任意の適当な厚さとなるように堆積させてよい。例えば、有機金属化学気相堆積法（MOCVD）、物理気相堆積法（PVD）、化学気相堆積法（CVD）、低圧化学気相堆積法（LPCVD）、プラズマ励起化学気相堆積法（PECVD）、または分子ビームエピタキシー（MBE）を用いて、シリコンを堆積させてよい。LPCVDまたはPECVD用のシリコン前駆体（すなわち、シリコン含有ガス）として、とりわけメチルシラン、四水素化ケイ素（シラン）、トリシラン、ジシラン、ペンタシラン、ネオペンタシラン、テトラシラン、二塩化シラン（ $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ ）、三塩化シラン（ $\text{SiHCl}_3$ ）、四塩化ケイ素（ $\text{SiCl}_4$ ）が挙げられる。例えば、シリコンは、シラン（ $\text{SiH}_4$ ）を約550 と約690 との間、例えば約580 と約650 との間の温度範囲にて熱分解することにより、表面酸化層上に堆積させてよい。チャンバ圧は、約70～約400mTorrの範囲であってよい。

10

#### 【0038】

エピタキシャル反応器内にホウ素含有ガスを導入して、エピタキシャル層をホウ素でドーピングしてよい。ある実施形態において、得られるエピタキシャル構造（すなわち、基板およびエピタキシャル層）は、 $p/p^+$ エピタキシャルウエハを得るのに十分な濃度にてホウ素でドーピングされている。エピタキシャル層は、減少した数のグローイン欠陥を有し得、あるいはグローイン欠陥が実質的にないものとなり得る。

20

#### 【0039】

シリコンエピタキシャル成長用の基板を形成する他の方法およびエピタキシャルウエハを形成する他の方法と比較して、本開示の方法はいくつかの利点を有する。ホウ素で高濃度ドーピングした基板（例えば、 $2.8 \times 10^{18}$ 原子/ $\text{cm}^3$ 以上のホウ素濃度）は、格子間型転位ループの形成を抑制することが分かった。ホウ素で高濃度ドーピングした基板はまた、酸素の析出を増進させることが分かった。空孔リッチ領域（または空孔の多い領域）において、酸素の析出はさらに増進する（すなわち、より大きい析出物が形成される）。増進は、空孔濃度が高いほど強まる。ホウ素で高濃度ドーピングした基板上に堆積したエピタキシャル層におけるグローイン欠陥は、エピタキシャル層が成長する単結晶シリコン基板の表面におけるより大きな酸素析出物によって、有意に生じさせられると考えられている。これらの大きな酸素析出物は、転位ループまたは絡み合いと関連し得るが、これらはエピタキシャルプロセスの間に消滅せず、エピタキシャル層にて欠陥サイト（例えば、エピタキシャル層欠陥または「ヒロック」）をもたらすと考えられている。比較的高濃度にドーピングした基板において、 $v/G$ を臨界値（またはそれを僅かに超える値）未満に保つことにより、空孔がそれぞれ除去または減少させられ、そのことは、エピタキシャル堆積の間に消滅しない比較的大きな酸素析出物の形成を抑制する。したがって、 $v/G$ を閾値より低く制御した比較的高濃度のホウ素ドーピングによって、格子間原子および空孔に起因する欠陥が減少すると考えられ得る。

30

#### 【0040】

インゴットセグメントが $8.0 \times 10^{18}$ 原子/ $\text{cm}^3$ よりも大きいホウ素濃度を有する実施形態において、セグメントは、十分に格子間原子の多いものであり、任意の $v/G$ の比を用いてよい。引き上げ速度 $v$ だけでなく、 $v/G$ の比を制御することによって（例えば、高い値の熱勾配 $G$ を提供するように構成されたホットゾーンを使用することによって）プロセス生産効率を保持することができる。

40

#### 【0041】

インゴットセグメントが1150～950の温度範囲にある時間を最小とすること（例えば、160分以下のドウェル時間）により、 $v/G$ の値に拘わらず、たとえ空孔が存在するとしても、欠陥をさらに減少または排除することができる。

#### 【実施例】

#### 【0042】

50

本開示のプロセスを、以下の実施例によりさらに説明する。これらの実施例は限定的な意味で捉えられるべきではない。

【0043】

実施例1：異なるホウ素ドーピングレベルでのシリコンインゴットの空孔リッチ領域と格子間原子リッチ領域の軸方向の傾向

図3は、単結晶シリコンインゴットの模式断面図であり、三つのホウ素ドーピングレベルについて空孔リッチ（または空孔の多い）領域と格子間原子リッチ（または格子間原子の多い）領域の軸方向の傾向を示す。図3（a）は、高濃度でホウ素をドーブしたシリコン結晶（例えば、 $2.8 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>での相対的に少量のドーピングであり、これは種側での目標抵抗率 $22 \text{ m} \cdot \text{cm}$ （高濃度のホウ素ドーブシリコン基板の典型的な仕様である）に相当する）についての、空孔リッチ領域および格子間原子リッチ領域の軸方向の傾向を示す。図3（a）の結晶において、種結晶側では、空孔リッチ領域が、結晶の半径全体にわたって、中心から縁まで延びており、ホウ素濃度がドーパント偏析に起因して軸方向に増加するにつれて、結晶長に沿って徐々に縮小している。V/I境界において、OISFリングの位置もまた示されている。OISFリングは、空孔リッチ領域が完全に縮小しているところで消滅する。

10

【0044】

図3（b）は、高濃度でホウ素を中間濃度にドーブしたシリコン結晶（例えば、種側にて $4.5 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>での相対的に中間量のドーピングであり、これは種側での目標抵抗率 $16 \text{ m} \cdot \text{cm}$ （高濃度のホウ素ドーブシリコン基板の典型的な中間抵抗率仕様を代表する抵抗率である）に相当する）についての、空孔リッチ領域および格子間原子リッチ領域の軸方向の傾向を示す。この実施例において、空孔リッチ領域は、種結晶側であっても中心からある距離だけ延びている。空孔リッチ領域は、ホウ素濃度がドーパント偏析に起因して軸方向に増加するにつれて、結晶長に沿って徐々に縮小して、ある軸方向の位置にて完全に消滅している。V/I境界にて、OISFリングの位置もまた示されている。OISFリングは、空孔リッチ領域が完全に縮小しているところで消滅する。

20

【0045】

図3（c）は、高濃度でホウ素をドーブしたシリコン結晶（例えば、種側にて $8.0 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>での比較的多量のドーピングであり、これは種側での目標抵抗率約 $10 \text{ m} \cdot \text{cm}$ （これは、5ないし $10 \text{ m} \cdot \text{cm}$ という一般的なp<sup>++</sup>領域をカバーするために用いられる高濃度ホウ素ドーブ結晶の典型的な抵抗率仕様である）に相当する）についての、空孔リッチ領域および格子間原子リッチ領域の軸方向の傾向を示す。図3（c）の欠陥パターンは、 $5 \text{ m} \cdot \text{cm}$ のような、さらにより低い抵抗率についても変わらない。空孔リッチ領域は存在せず、結晶は完全に格子間原子リッチである。OISFリングは形成されない。この高いドーピングレベルでは、v/G比の影響は見られず、欠陥の性質はドーパント濃度のみによって完全に決定されると結論づけることができる。

30

【0046】

実施例2：1150 ~ 950 の温度範囲にある時間が相対的に長いインゴットセグメントからのウエハと当該時間が相対的に短いインゴットセグメントからのウエハとの間のエピタキシャル欠陥数の比較

40

図4は、レーザ検査装置により、1150 ~ 950 の温度範囲にある時間が比較的長い単結晶インゴットにおいて測定した、基板ウエハの軸方向の位置の関数としてのエピタキシャル欠陥数のグラフである（「実施例1」と表示されている）。図4の左側のデータ点は、図3（a）に示した、相対的に少量のドーピング濃度（例えば、 $2.8 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>）にて、ホウ素を高濃度ドーブした結晶についてのものである。図4の右側のデータ点は、図3（b）に示した、相対的に中間量のドーピング濃度（例えば、 $4.5 \times 10^{18}$ 原子/cm<sup>3</sup>）にて、ホウ素を高濃度ドーブした結晶についてのものである。

【0047】

図5は、レーザ検査装置により、1150 ~ 950 の温度範囲にある時間が比較的短い単結晶インゴットにおいて測定した、基板ウエハの軸方向の位置の関数としてのエピ

50

タキシャル欠陥数のグラフである（「実施例 2」と表示されている）。図 5 の左側のデータ点は、図 3（a）に示した、相対的に少量のドーピング濃度（例えば、 $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup>）にて、高濃度でホウ素をドーピングした結晶についてのものである。図 5 の右側のデータ点は、図 3（b）に示した、相対的に中間量のドーピング濃度（例えば、 $4.5 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup>）にて、高濃度でホウ素をドーピングした結晶についてのものである。

【0048】

図 4 および図 5 に示すように、1150 ~ 950 の温度範囲にある時間を短くすることで、欠陥の数が、特に少量ドーピングした基板について減少した。

【0049】

図 4 および図 5 の欠陥数は、インゴットセグメントが 1150 ~ 950 の温度範囲にあるドウェル時間の関数として、図 6 に示されている。過剰な空孔濃度を有するインゴットセグメントは、菱形で示され、相対的により低い空孔濃度で成長したセグメントは×で示されている。図 6 に示すように、エピタキシャル欠陥は、インゴットセグメントが 1150 ~ 950 の温度範囲内にある、ドウェル時間に依存する。

10

【0050】

図 7 は 1150 と 950 の間の温度範囲内での種々のインゴットセグメントのドウェル時間を示す。相対的に遅い冷却は「実施例 1」と示され、相対的に速い冷却は「実施例 2」として示されている。 $4.32 \sim 4.61 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup>のホウ素濃度および $6.25 \times 10^{17}$  原子/cm<sup>3</sup>の酸素濃度を有するインゴットセグメントを選択した。中心での  $v/G$  は、約  $0.25 \text{ mm}^2/(\text{min} \cdot \text{K})$  であり、これはセグメントのホウ素濃度について上記した  $0.20 \text{ mm}^2/(\text{min} \cdot \text{K})$  よりも高い範囲であった。1150 と 950 の間でのドウェル時間 180 分を有するセグメントが選択された。セグメントはウエハにスライスされ、シリコンエピタキシャル層を各基板の前面に成長させた。エピタキシャルウエハを、レーザ検査装置で測定して、欠陥数を決定した。平均のエピタキシャル欠陥数はウエハあたり 16 個であり、本開示の実施形態により達成された、ウエハあたり 3 個よりもかなり高いものであった（例えば、図 5 および図 6、ならびに以下の表 1 を参照）。

20

【0051】

図 7 はまた、図 4（「実施例 1」）および図 5（「実施例 2」）を作製するために用いたデータを示す。

【0052】

30

実施例 3： $v/G$  の関数としての欠陥数

表 1 は、種々の試験ロットについて、結晶セグメント中のホウ素濃度、酸素濃度ターゲット、および 1150 ~ 950 の温度範囲にて過ごしたドウェル時間を示す。エピタキシャルシリコン層を各基板上に堆積し、レーザ検査装置で測定されるエピタキシャル欠陥数を測定した。表 1 において、「高」過剰空孔は、 $v/G$  が上述した  $v/G$  範囲よりも高いものであった（ホウ素濃度  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> について、 $v/G$  は  $0.20 \text{ mm}^2/(\text{min} \cdot \text{K})$  よりも大きく、ホウ素濃度  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> について、 $v/G$  が 0.25 よりも大きい）ことを示す。「低」過剰空孔は、 $v/G$  が上述した  $v/G$  範囲よりも低いものであった（ホウ素濃度  $2.8 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> について、 $v/G$  が  $0.20 \text{ mm}^2/(\text{min} \cdot \text{K})$  よりも小さく、ホウ素濃度  $5.4 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> ~  $8.0 \times 10^{18}$  原子/cm<sup>3</sup> について  $v/G$  が 0.25 よりも小さい）ことを示す。

40

【表 1】

試験 ロット番号	過剰空孔 濃度	ホウ素濃度 (ロット範囲) [原子/cm <sup>3</sup> ]	酸素濃度 (ターゲット) [原子/cm <sup>3</sup> ]	ドウェル時間 1150- 950°C [分]	エピタキシャル 欠陥数
1	高	(4.60-4.75) * 10 <sup>18</sup>	6.45 * 10 <sup>17</sup>	128	< 3
2	高	(4.67-4.81) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	128	< 3
3	高	(4.32-4.61) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	160	>15
4	高	(4.44-5.00) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	130	>5
5	高	(4.51-5.19) * 10 <sup>18</sup>	6.45 * 10 <sup>17</sup>	132	>5
6	低	(6.05-6.42) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	127	< 3
7	低	(6.91-7.52) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	129	< 3
8	低	(8.89-10.60) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	132	< 3
9	低	(8.83-10.40) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	132	< 3
10	低	(7.76-9.58) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	158	< 3
11	低	(7.46-8.89) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	152	< 3
12	高	(4.68-4.77) * 10 <sup>18</sup>	6.45 * 10 <sup>17</sup>	45	< 3
13	高	(4.51-4.62) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	40	< 3
14	高	(4.90-5.11) * 10 <sup>18</sup>	6.45 * 10 <sup>17</sup>	43	< 3
15	高	(4.82-4.90) * 10 <sup>18</sup>	6.45 * 10 <sup>17</sup>	31	< 3
16	高	(4.68-4.88) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	31	< 3
17	低	(5.83-6.07) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	47	< 3
18	低	(5.95-6.11) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	41	< 3
19	低	(6.75-8.12) * 10 <sup>18</sup>	6.25 * 10 <sup>17</sup>	32	< 3

表 1 : v/G (すなわち、過剰空孔濃度) の関数としての欠陥数

## 【0053】

表 1 に示すように、過剰空孔濃度が低いとき、または 1150 ~ 950 の温度範囲内にあるドウェル時間が短いときに (またはこれらの条件の組み合わせにて)、小さい欠陥数を達成し得る。

## 【0054】

本明細書で用いられるように、「約」、「実質的に」、「本質的に」、「おおよそ」という用語が寸法、濃度、温度、または他の物理的もしくは化学的パフォーマンスもしくは特性の範囲と関連して使用される場合、パフォーマンスもしくは特性の上限値および/または下限値に存在し得る変動であって、例えば、丸め、測定方法または他の統計的変動に由来する変動を含む変動を包含することを意図する。

## 【0055】

本開示またはその実施形態の要素に言及する場合、「ある (a)」、「ある (an)」、「その (the)」、および「上記 (said)」などの冠詞は、1 またはそれよりも多い要素を意味することを意図している。「有する / 含む (comprising)」、「含む (including)」、および「有する (having)」の用語は、包含的なものであって、挙げられた要素以外の追加要素も存在し得ることを意味することを意図している。特定の向きを示す用語 (例えば、「上 (top)」、「下 / 底 (bottom)」、「横 / 側 / 側面 (side)」等) の使用は説明の便宜のためのものであり、説明される物 (またはアイテム) の何らかの特

定の向きを要求するものではない。

【 0 0 5 6 】

本開示の範囲から逸脱することなく、上述した構成および方法について種々の変更を行うことができるので、上記説明に含まれ、添付した図面に示される全ての事項は、例示的なものとして解され、限定的な意味で解されないことを意図している。

【 図 面 】

【 図 1 】

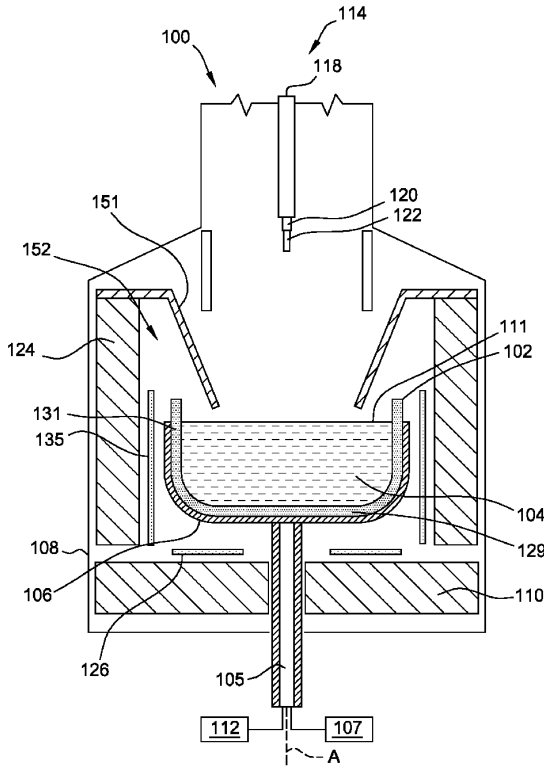


FIG. 1

【 図 2 】

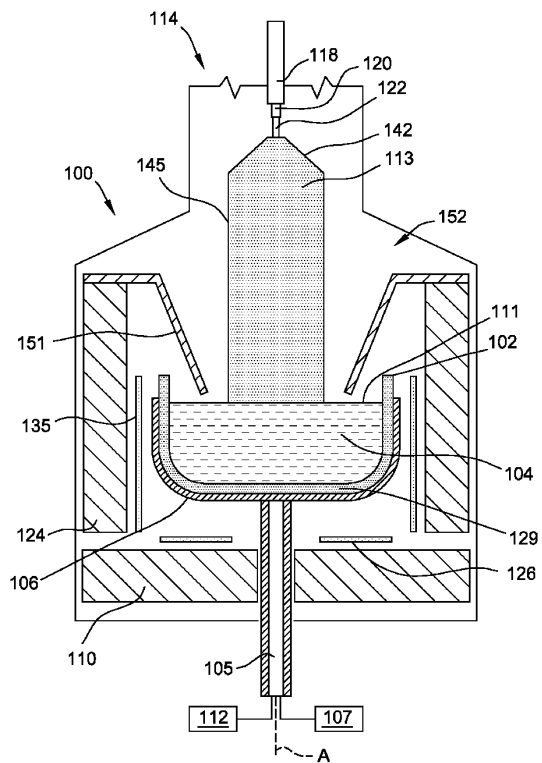


FIG. 2

10

20

30

40

50

【 図 3 】

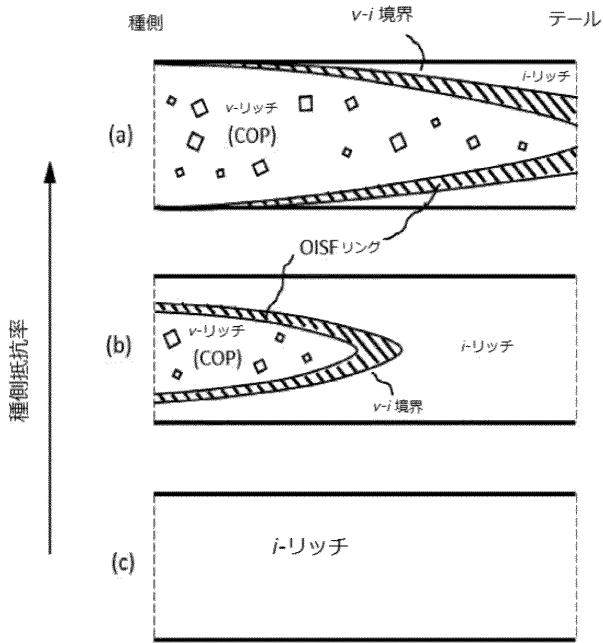


FIG. 3

【 図 4 】

実施例1-1150-950℃範囲における遅い冷却

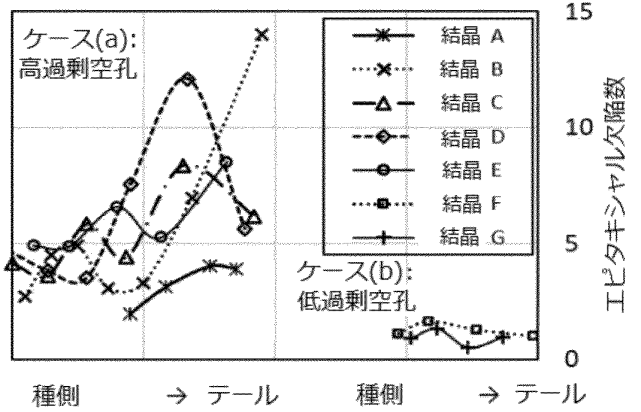


FIG. 4

10

20

【 図 5 】

実施例2-1150-950℃範囲における速い冷却

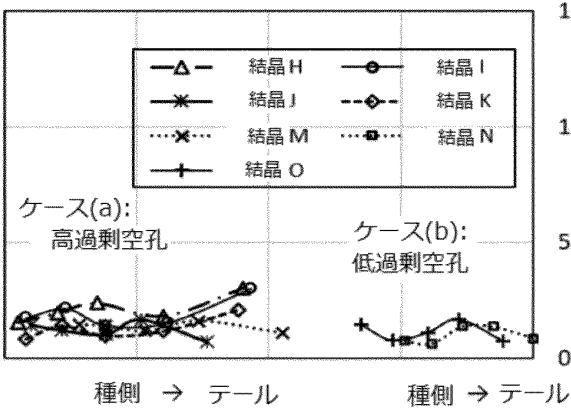


FIG. 5

【 図 6 】

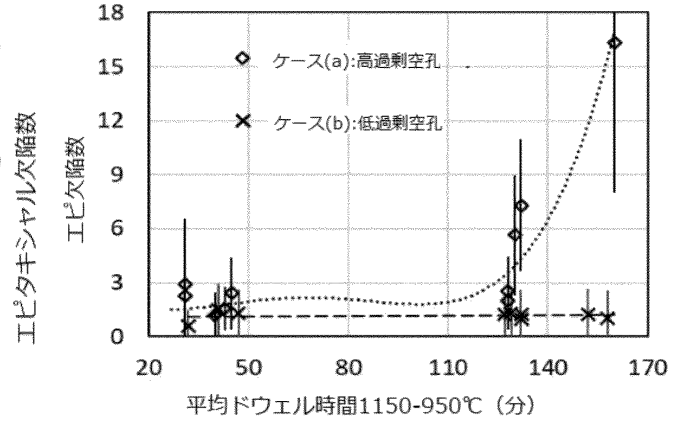


FIG. 6

30

40

50

【 図 7 】

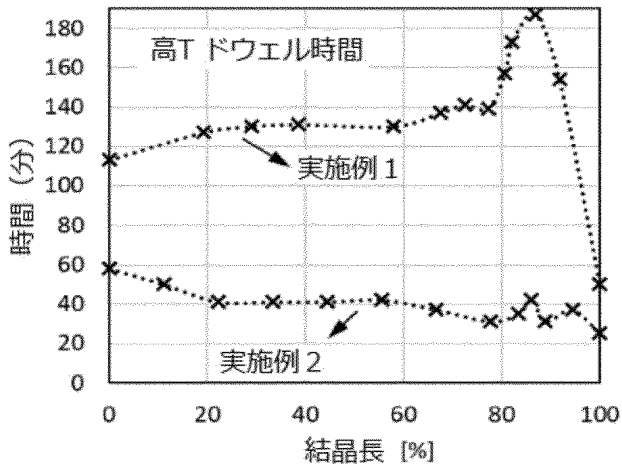


FIG. 7

10

20

30

40

50

## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/EP2020/087962
---

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. C30B15/20 C30B29/06 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C30B		
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, IBM-TDB, WPI Data		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2002 064102 A (WACKER NSCE CORP) 28 February 2002 (2002-02-28) claims 1-3; example 1 -----	1-17
X	DE 100 47 346 A1 (MITSUBISHI MATERIAL SILICON [JP]) 2 May 2002 (2002-05-02) paragraph [0055] - paragraph [0058]; claims 1-6; figure 14; example 6 -----	1-17
X	JP 2005 170778 A (SHINETSU HANDOTAI KK) 30 June 2005 (2005-06-30) claims 1-3; figures 1-5; example 1 -----	1-17
A	JP H11 130592 A (KOMATSU DENSHI KINZOKU KK) 18 May 1999 (1999-05-18) the whole document -----	1-17
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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
13 July 2021		20/07/2021
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Lavéant, Pierre

2

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

10

20

30

40

50

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No  
PCT/EP2020/087962

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2002064102 A	28-02-2002	NONE	
DE 10047346 A1	02-05-2002	DE 10047346 A1 US 6547875 B1	02-05-2002 15-04-2003
JP 2005170778 A	30-06-2005	JP 4360208 B2 JP 2005170778 A	11-11-2009 30-06-2005
JP H11130592 A	18-05-1999	NONE	

10

20

30

40

50

## フロントページの続き

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,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,IT,JO,JP,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,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

弁理士 式見 真行

(72)発明者 ドゥキーニ, ヤヌーシャ

イタリア 3 9 0 1 2 シニゴ、ヴィア・ナツィオナーレ 5 9

(72)発明者 ヴァルコツェーナ, ピエトロ

イタリア 3 9 0 1 2 シニゴ、ヴィア・ナツィオナーレ 5 9

(72)発明者 ボッリーニ, マリア

イタリア 3 9 0 1 2 シニゴ、ヴィア・ナツィオナーレ 5 9

F ターム ( 参考 ) 4G077 AA02 AB01 AB10 BA04 CF10 EA01 EB01 EB05 FG13 HA06