

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5337700号
(P5337700)

(45) 発行日 平成25年11月6日 (2013. 11. 6)

(24) 登録日 平成25年8月9日 (2013. 8. 9)

(51) Int. Cl.

F I

C O 1 B 31/36 (2006. 01)

C O 1 B 31/36 G O 1 G

請求項の数 3 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2009-531289 (P2009-531289)
 (86) (22) 出願日 平成20年9月5日 (2008. 9. 5)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2008/066055
 (87) 国際公開番号 W02009/031641
 (87) 国際公開日 平成21年3月12日 (2009. 3. 12)
 審査請求日 平成23年8月17日 (2011. 8. 17)
 (31) 優先権主張番号 特願2007-231749 (P2007-231749)
 (32) 優先日 平成19年9月6日 (2007. 9. 6)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000005278
 株式会社ブリヂストン
 東京都中央区京橋1丁目10番1号
 (74) 代理人 100083806
 弁理士 三好 秀和
 (72) 発明者 宮野 真理
 東京都小平市小川東町3-1-1
 株式会社ブリヂストン 技術センター内

審査官 西山 義之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化珪素粉体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

珪素源と、アミン非含有の炭素源と、重合又は架橋触媒とを含む液状混合物が容器内に収容され、前記容器に収容された液状混合物に不活性ガスが導入され、前記容器から排出ガスが排気される第1工程と、

前記液状混合物が乾燥室内に配置された状態で、前記容器が減圧雰囲気下に配置され、前記乾燥室内において前記液状混合物が乾燥させられることによって、固形物が生成される第2工程と、

生成された前記固形物が加熱炉内に配置されて、前記加熱炉内において前記固形物が炭化させられることによって、炭化珪素粉体が生成される第3工程と

を有することを特徴とする炭化珪素粉体の製造方法。

【請求項 2】

請求項1に記載の炭化珪素粉体の製造方法において、前記アミン非含有の炭素源は、アミン系触媒を利用せずに合成されたフェノール樹脂であることを特徴とする炭化珪素粉体の製造方法。

【請求項 3】

請求項1又は請求項2に記載の炭化珪素粉体の製造方法において、前記加熱炉の炉材は、予めハロゲンガス中で高純度化処理されていることを特徴とする炭化珪素粉体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

10

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、炭化珪素単結晶の製造工程に適用して好適な炭化珪素粉体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、炭化珪素粉体は、以下に示す工程により製造されていた。すなわち、(1)珪素源、炭素源、及び重合又は架橋触媒が含まれた液状混合物が乾燥させられることによって、液状混合物の固形物が生成される。(2)(1)で生成された固形物がアルゴン雰囲気下で炭化させられることによって、仮焼成粉末が生成される。(3)仮焼成粉末がアルゴン雰囲気下で焼成されることによって、炭化珪素粉体が生成される。

10

【特許文献1】特開平11-79840号公報

【発明の開示】

【0003】

従来の炭化珪素粉体の製造方法では、炭素源としてアミン系触媒を利用して合成されるフェノール樹脂が用いられていた。従って、従来の炭化珪素粉体の製造方法によれば、炭化珪素粉体中に必ずアミン系触媒に由来する窒素成分が混入する。そのために、炭化珪素粉体の窒素含有量を100 [ppm]以下まで低減させることは困難であった。

【0004】

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、その目的は、焼成後の窒素含有量を低減可能な炭化珪素粉体の製造方法を提供することにある。

20

【0005】

本発明に係る炭化珪素粉体の製造方法は、第1工程、第2工程、及び第3工程を有する。

【0006】

第1工程では、珪素源と、アミン非含有の炭素源と、重合又は架橋触媒とを含む液状混合物が容器内に納められた状態で液状混合物中に不活性ガスが導入される。不活性ガスが導入されることによって排出されたガスが容器の外に排気される。

【0007】

第2工程では、液状混合物が納められた容器が乾燥室内に配置される。その後、容器内が減圧される。これにより、液状混合物が乾燥されることによって、液状混合物の固形物が生成される。

30

【0008】

第3工程では、第2工程で生成された固形物が加熱炉で焼成されることによって、炭化珪素粉体が生成される。

【0009】

本発明に係る炭化珪素粉体の製造方法では、アミン非含有の炭素源を原料として用いて液状混合物が生成される。生成された液状混合物中に、減圧雰囲気下において、不活性ガスが導入される。不活性ガスが導入されることによって排出されたガスが容器の外に排気される。

40

【0010】

これにより、液状混合物中に溶存する窒素が低減させられる。従って、本発明に係る炭化珪素粉体の製造方法によれば、焼成後の窒素含有量を低減させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】図1は、本発明の実施形態となる炭化珪素粉体の製造方法の流れを示す図である。

【図2】図2は、本願発明及び従来の製造方法により製造された炭化珪素粉体の窒素含有量を示す図である。

【発明を実施するための最良の形態】

50

【 0 0 1 2 】

以下、図面を参照して、本発明の実施形態となる炭化珪素粉体の製造方法の流れを、図1を用いて説明する。

【 0 0 1 3 】

炭化珪素粉体の製造方法の第1工程では、珪素源としてのエチルシリケート40 (E S 4 0) と、炭素源としての液状のフェノール樹脂 (P L - 2 8 1 8) と、重合又は架橋触媒としてのマレイン酸とが混合されることによって、液状混合物が生成される。生成された液状混合物が容器内に納められる。容器は、減圧雰囲気下に配置される。

【 0 0 1 4 】

フェノール樹脂 (P L - 2 8 1 8) は、アミン系触媒を利用せずに合成されたものである。そのためフェノール樹脂 (P L - 2 8 1 8) は、窒素原子 (アミン) を含まない。従って、液状混合物の窒素含有量は、アミン系触媒を利用して合成されたフェノール樹脂を炭素源として用いた場合と比較して大幅に低くなる。

【 0 0 1 5 】

また、第1工程では、容器内の液状混合物中に、アルゴンガス等の不活性ガスがバブリングによって導入される。不活性ガスが導入されることによって排出されたガスが容器の外に排気される。第1工程では、液状混合物中の窒素が不活性ガス成分と置換され、排出ガスとして排気される。

【 0 0 1 6 】

続く、第2工程では、容器が乾燥室内に配置された状態で、容器内が減圧される。乾燥室内において液状混合物にマイクロウェーブ (電磁波) が照射されることによって、液状混合物が乾燥させられ、液状混合物の固形物が生成される。すなわち、液状混合物の減圧脱気が行われる。従って、液状混合物の窒素含有量をさらに低減させることができる。

【 0 0 1 7 】

第3工程では、第2工程で生成された固形物が加熱炉内の坩堝に配置される。固形物が 9 0 0 [] 程度の窒素以外の不活性ガス雰囲気下で、炭化させられることによって、仮焼成粉末が生成される。仮焼成粉末が、さらに 1 9 0 0 [] 程度の不活性ガス雰囲気下で焼成されることによって、炭化珪素粉体が生成される。

【 0 0 1 8 】

続いて、炭化珪素粉体と液状のフェノール樹脂 (P L - 2 8 1 8) とが混合されることにより、造粒体が生成される。生成された造粒体が不活性ガス雰囲気等の非酸化性雰囲気下で焼結されることにより、炭化珪素焼結体が得られる。また、炭化珪素粉体を用いて炭化珪素を結晶成長させることにより、炭化珪素単結晶が製造される。

【 0 0 1 9 】

以上の説明から明かなように、本発明の実施形態となる炭化珪素粉体の製造方法では、炭素源として液状のフェノール樹脂 (P L - 2 8 1 8) を用いて液状混合物が生成される。生成された液状混合物に、不活性ガスがバブリングにより導入される。不活性ガスが導入されることによって排出されたガスが容器の外に排気される。これにより、液状混合物中に溶存する窒素が低減される。

【 0 0 2 0 】

ここで、加熱炉を形成する断熱材、坩堝等の炉材には、予めハロゲンガス中で高純度化処理が施される。この処理により、炭化珪素粉体の内部に不純物として含有される窒素原子の量をより低減させることができる。

【 0 0 2 1 】

また、固形物が炭化される工程 (第3工程) においては、カーボン製の炉材の代わりに、石英製の炉材が使用されることが好ましい。また、加熱炉が開封される際に、不活性ガスが導入されることが好ましい。更に、不活性ガスには、純度を高める処理が施されることが好ましい。これらの処理を行うことにより、炭化珪素粉体の内部に不純物として含有される窒素原子の量をより低減させることができる。

【 0 0 2 2 】

< 実施例 >

異なる炭素源を用いて炭化珪素粉体を製造した。製造された炭化珪素粉体毎の窒素含有量を比べた。結果を図2に示す。

【0023】

実施例1では、炭素源として液状のフェノール系樹脂（PL-2818）を用いた。

【0024】

実施例2では、炭素源として微粒子状のフェノール系樹脂（高機能性微粒子状フェノール樹脂「ベルパール」（エア・ウォーター株式会社製））を用いた。

【0025】

実施例3では、炭素源としてキシレン系樹脂（レゾール型キシレン樹脂「ニカノールPR-1440M」（三菱ガス化学(株)製））を用いた。

【0026】

比較例1では、炭素源としてアミン系触媒を利用して合成されたフェノール樹脂を用いた。

【0027】

炭化珪素粉体における窒素含有量は、酸素・窒素同時分析装置TC-600（LECO社）によって測定された。

【0028】

図2に示すように、炭素源として、アミン系触媒を利用しないで合成されたフェノール系樹脂を用いることにより、炭化珪素粉体の窒素含有量を著しく低減させることができる。なお、図2に示す結果により、アミン系触媒を利用しないで合成されたフェノール系樹脂、及びアミン系触媒を利用しないで合成されたキシレン系樹脂を炭素源とした場合、どちらも炭化珪素粉体の窒素含有量を低減させる効果が高いことが判明した。

【0029】

炭化珪素粉体の収率の観点からは、キシレン系樹脂よりもフェノール系樹脂を用いる方が好ましい。

【0030】

図2に示すように、本実施形態の炭化珪素粉体の製造方法により製造された炭化珪素粉体は、従来の製造方法により製造された炭化珪素粉体よりも、焼成後の窒素含有量を低減させることができる。

【0031】

以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明は、この実施形態による本発明の開示の一部をなす論述及び図面により限定されることはない。すなわち、上記実施の形態に基づいて当業者等によりなされる他の実施の形態、実施例及び運用技術等は全て本発明の範疇に含まれることは勿論であることを付け加えておく。

【0032】

なお、日本国特許出願第2007-231749号（2007年9月6日出願）の全内容が、参照により、本願明細書に組み込まれている。

【産業上の利用可能性】

【0033】

本発明に係る炭化珪素粉体の製造方法によれば、焼成後の窒素含有量を低減させることができるため、高純度の炭化珪素単結晶ウェハへの応用に有用である。

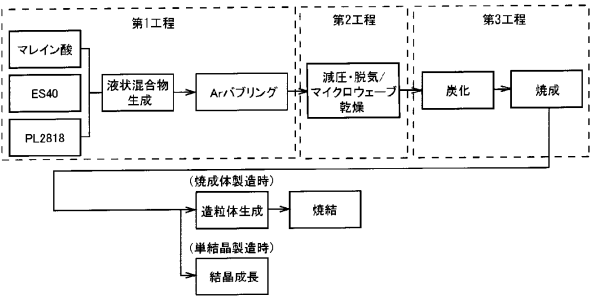
10

20

30

40

【図 1】



【図 2】

	窒素含有量[ppm]	収率[%]
実施例1	3.1	62
実施例2	27.3	—
実施例3	10.8	58
比較例1	500	—

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平 0 9 - 0 4 8 6 0 5 (J P , A)
特開平 0 9 - 2 0 8 2 1 0 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 0 1 B 3 1 / 3 6
C 0 4 B 3 5 / 5 6 5