

(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
2022年10月13日(13.10.2022)



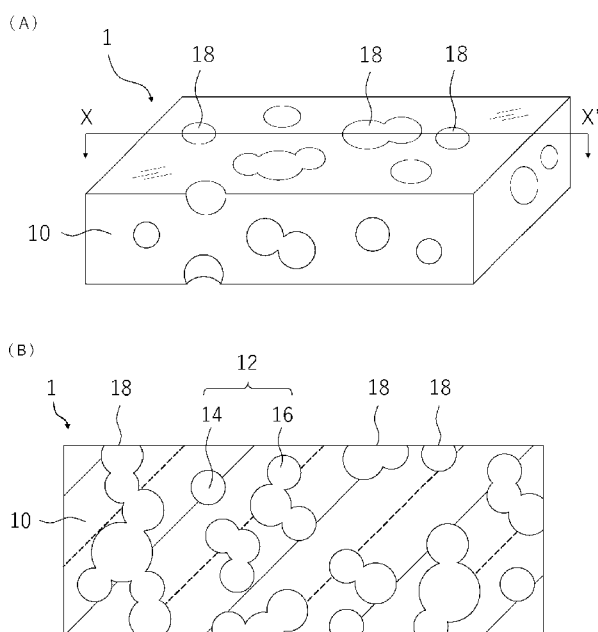
(10) 国際公開番号

WO 2022/215663 A1

- (51) 国際特許分類:
C03B 20/00 (2006.01) H01L 21/3065 (2006.01)
C03B 8/04 (2006.01) H01L 21/31 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2022/016901
- (22) 国際出願日: 2022年3月31日(31.03.2022)
- (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 2021-065433 2021年4月7日(07.04.2021) JP
特願 2021-135895 2021年8月23日(23.08.2021) JP
- (71) 出願人: A G C 株式会社 (AGC INC.) [JP/JP];
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 佐々木 寿弥 (SASAKI Kazuya);
〒9630215 福島県郡山市待池台一丁目8番地 A G C エレクトロニクス株式会社内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人栄光特許事務所 (EIKOH PATENT FIRM, P.C.); 〒1050003 東京都港区西新橋一丁目7番13号 虎ノ門イーストビルディング10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, IT, JM, 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.
- (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: SILICA GLASS MEMBER AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: シリカガラス部材およびその製造方法



(57) Abstract: The present invention relates to a silica glass member having a plurality of cells, some or all of which are communicating cells, and moreover being such that S/S_0 is 1.5 or greater. S: surface area derived by the BET method using a 40 mm×8 mm×0.5 mm sample cut from the silica glass member. S₀: geometric surface area derived on the basis of the outer dimensions of the sample.

(57) 要約: 本発明は、複数の気泡を有し、当該複数の気泡の一部または全部は連通気泡であり、 S/S_0 が1.5以上であるシリカガラス部材に関する。S: 前記シリカガラス部材から切り出した40mm×8mm×0.5mmのサンプルについてBET法により求めた表面積 S₀: 前記サンプルの外形寸法に基づいて求めた幾何表面積

WO 2022/215663 A1

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：シリカガラス部材およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリカガラス部材およびその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 従来から、半導体デバイス製造において、バッチ式縦型熱処理装置を用いて、多段のウエハポートに支持させた複数枚のウエハに対し、一度に成膜処理をすることが行われている。成膜処理としては、ALD (Atomic Layer Deposition) やCVD (Chemical Vapor Deposition) が一般的である。

[0003] このとき、ウエハポートの上段側および下段側には、製品ウエハではなくダミーウエハを支持させる場合がある。ダミーウエハを支持させることで、処理容器内のガスの流通性や、製品ウエハ間の温度の均一性を向上させ、製品ウエハに対する成膜の均一性を向上させることができる。

[0004] また、ダミーウエハの表面には、機械加工により凹凸パターンが形成されていることがある。ダミーウエハに凹凸パターンを形成することで、ダミーウエハの表面積と、通常高密度に凹凸パターンが形成されている製品ウエハの表面積との差が小さくなり、処理容器内におけるガス供給量のばらつきが小さくなるので、製品ウエハ間での成膜の均一性をさらに向上させることができる（特許文献1参照）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：日本国特開2015-173154号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] ところで、製品ウエハの凹凸パターンは年々微細化が進んでおり、これに伴ってダミーウエハの表面積を更に向上させる必要が生じている。

凹凸パターンが形成されたダミーウエハにおいて、表面積を更に向上させるには、通常、凹凸のピッチを狭くする必要がある。ところが、ピッチが狭い凹凸を形成すると、凸部が細長い形状となるので、欠けが生じやすくなる場合がある。欠けは、パーティクルとなり、歩留り低下の原因となり得る。

[0007] 本発明は、上記の課題に鑑みてなされたものであり、表面積を向上させながらも、パーティクルの発生が抑制された、ダミーウエハを得る技術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

[0008] 本発明は、以下の [1] ~ [10] に関する。

[1] 複数の気泡を有し、

前記複数の気泡の一部または全部は連通気泡であり、

S/S_0 が 1.5 以上である、シリカガラス部材。

S : 前記シリカガラス部材から切り出した 40 mm × 8 mm × 0.5 mm のサンプルについて BET 法により求めた表面積

S₀ : 前記サンプルの外形寸法に基づいて求めた幾何表面積

[2] 前記 S/S_0 は 4 以上である、[1] に記載のシリカガラス部材。

[3] 前記 S/S_0 は 5 以上である、[1] に記載のシリカガラス部材。

[4] X線CT像の画像解析により求められる前記気泡の平均気泡径が 30 μm ~ 150 μm である、[1] ~ [3] のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[5] かさ密度が 0.3 g/cm³ ~ 2 g/cm³ である、[1] ~ [4] のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[6] 前記複数の気泡の個数に対する前記連通気泡の個数の比率が 30% ~ 100% である、[1] ~ [5] のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[7] 前記複数の気泡の個数に対する前記連通気泡の個数の比率が 70% ~ 100% である、[1] ~ [5] のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[8] リチウム (Li)、アルミニウム (Al)、クロム (Cr)、マンガ (Mn)、ニッケル (Ni)、銅 (Cu)、チタン (Ti)、コバルト

(C o)、亜鉛 (Z n)、銀 (A g)、カドミウム (C d)、鉛 (P b)、ナトリウム (N a)、マグネシウム (M g)、カリウム (K)、カルシウム (C a)、セリウム (C e) および鉄 (F e) の各金属不純物の含有量がそれぞれ0.5質量ppm以下である、[1]～[7]のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[9] 半導体製造における縦型熱処理装置用のダミーウエハとして用いられる、[1]～[8]のいずれかに記載のシリカガラス部材。

[10] 複数の気泡を有し、前記複数の気泡の一部または全部は連通気泡であり、前記シリカガラス部材から切り出した40mm×8mm×0.5mmのサンプルについてBET法により求めた表面積をSとし、前記サンプルの外形寸法に基づいて求めた幾何表面積をS0としたとき、S/S0が1.5以上である、シリカガラス部材を製造する方法であって、

ケイ素化合物を火炎加水分解して生成したシリカ粒子を堆積させてシート体を得ることと、

前記シート体を不活性ガス雰囲気下にて緻密化しシリカガラス緻密体を得ることと、

前記シリカガラス緻密体を得たときより少なくとも低圧または高温の条件下にて前記シリカガラス緻密体を多孔質化することによりシリカガラス多孔質体を得ることと、

前記シリカガラス多孔質体を加工して任意の形状のシリカガラス部材を得ることと、

を含む、シリカガラス部材の製造方法。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、表面積を向上させながらも、パーティクルの発生が抑制された、ダミーウエハを得ることができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]図1は、一実施形態に係るシリカガラス部材を表す図であり、図1の(A)は部材の斜視図であり、図1の(B)は(A)のX-X' 矢視断面図で

ある。

[図2]図2は、一実施形態に係るシリカガラス部材の上面のみを洗浄したと想定した場合の構造変化を示す図である。

[図3]図3は、一実施形態に係るシリカガラス部材の製造方法を示すフローチャートである。

[図4]図4は、例1に係るシリカガラス部材の切断面を光学研磨して撮影した光学顕微鏡画像である。

[図5]図5は、例3に係るシリカガラス部材の切断面を光学研磨して撮影した光学顕微鏡画像である。

[図6A]図6Aは、平均気泡径の算出方法を説明するための図であり、評価対象物の表面を光学研磨して得られたサンプルについて、ノイズ除去したX線CT画像である。

[図6B]図6Bは、平均気泡径の算出方法を説明するための図であり、図6Aを二値化処理した後の画像である。

[図6C]図6Cは、平均気泡径の算出方法を説明するための図であり、図6BをWatershed分割化処理した後の画像である。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明の実施形態（以下、単に本実施形態という。）について、図面を用いて詳細に説明する。図面中、上下左右等の位置関係は、特に断らない限り、図面に示す位置関係に基づくものとする。なお、図面の寸法比率は図示の比率に限られるものではない。また、明細書中、数値範囲を示す「～」は、その前後に記載された数値を下限値及び上限値として含むことを意味する。前記下限値及び前記上限値は、四捨五入の範囲を含む。

[0012] まず、図1を参照して、本実施形態に係るシリカガラス部材1の構造について説明する。

図1の(A)は、シリカガラス部材1の斜視図であり、図1の(B)は、(A)のX-X'矢視断面図である。

図1の(A)に示すシリカガラス部材1は直方体であるが、形状は特に限

定されない。ダミーウエハとして用いる場合は、製品ウエハと略同一の形状であることが好ましい。

図1の(B)にて示すように、シリカガラス部材1は、シリカガラス部10と、複数の気泡12を有する。気泡12は、非連通気泡14と、連通気泡16とを含む。

[0013] シリカガラス部10は、非晶質の酸化ケイ素(SiO_2)を主成分とし、透明である。また、その密度は約 2.2 g/cm^3 である。なお、シリカガラス部10は、 SiO_2 の他に、シリカガラス部10の特性を制御する目的で、異なる元素を含んでもよい。

[0014] 非連通気泡14は、シリカガラス部材1に略均一に分散して存在し、内部に気体を含有する。非連通気泡14の形状は、特に限定されないが、略球状または略扁球状である。

[0015] 連通気泡16は、隣り合う非連通気泡14同士が連通することで形成される。図1の(B)では、二次元的に連通する様子が描かれているが、三次元的に連通する場合も当然にある。シリカガラス部材1に含まれる気泡12の一部または全部は、連通気泡16を形成する。

[0016] なお、図1の(B)の断面図においては連通していないように見えても、実際は三次元的に連通している気泡もあるが、本明細書においては、便宜上、そのような気泡は非連通気泡14であるとみなす。

[0017] また、図1の(A)にて示すように、シリカガラス部材1の表面には、複数のピット18が存在する。ピット18は、表面に露出した非連通気泡14または連通気泡16によって形成される。ピット18の外観は、略円状もしくは略楕円状、またはこれらが連なって成る形状を有する。ピット18を有するシリカガラス部材1は、表面積が増大するので、ダミーウエハとして好適である。

[0018] 次に、本実施形態に係るシリカガラス部材1の特性について説明する。

シリカガラス部材1の表面積 S を、シリカガラス部材1の外形寸法に基づいて計算される幾何表面積 S_0 で除した値(S/S_0)は、1.5以上であり

、好ましくは3以上であり、より好ましくは4以上であり、さらに好ましくは5以上であり、よりさらに好ましくは6以上であり、最も好ましくは8以上である。S/S0が1.5以上であれば、シリカガラス部材1の表面積が十分に大きいと言えるので、製品ウエハに対する成膜の均一性が向上する。また、S/S0が大きければ大きいほど、近年の微細化が進んだ製品ウエハとともに用いるダミーウエハとしては好適となる場合がある。なお、幾何表面積S0とは、シリカガラス部材1の表面が、ピット18の存在しない平坦面であると仮定して求められる仮想の表面積である。

[0019] 気泡12の平均気泡径の下限値は好ましくは30 μ m、より好ましくは40 μ m、さらに好ましくは50 μ mであり、上限値は好ましくは150 μ m、より好ましくは120 μ mである。平均気泡径がこの範囲内であれば、表面積を増大させる効果を十分に得ることができる。なお、平均気泡径とは、気泡の形状が真円状であると仮定した場合に算出される気泡径の平均値である。このとき、連通気泡16は後述する方法により複数の領域に分割し、当該分割された領域を1つの気泡とみなして気泡径を求めるものとする。

[0020] シリカガラス部材1のかさ密度の下限値は好ましくは0.3g/cm³、より好ましくは0.5g/cm³であり、上限値は好ましくは2g/cm³、より好ましくは1.6g/cm³である。かさ密度が0.3g/cm³以上であれば、シリカガラス部材1の強度が十分に得られる。また、かさ密度が2g/cm³以下であれば、シリカガラス部材1が気泡12を十分に含むこととなり、表面積が増大するので、ダミーウエハとして好適に使用できる。

[0021] 複数の気泡12の個数（非連通気泡14の個数と連通気泡16の個数との和）に対する連通気泡16の個数の比率（以下、連通気泡率という。）は、好ましくは30%以上、より好ましくは50%以上、さらに好ましくは70%以上である。連通気泡率が30%以上であれば、ピット18を形成する気泡が連通気泡16である確率が上がり、結果としてダミーウエハの表面積が十分に増大する。

[0022] シリカガラス部10は、リチウム（Li）、ナトリウム（Na）、マグネ

シウム (Mg)、アルミニウム (Al)、カリウム (K)、カルシウム (Ca)、クロム (Cr)、マンガン (Mn)、鉄 (Fe)、ニッケル (Ni)、銅 (Cu)、チタン (Ti)、コバルト (Co)、亜鉛 (Zn)、銀 (Ag)、カドミウム (Cd) および鉛 (Pb) の各金属不純物の含有量が、それぞれ好ましくは0.5質量ppm以下、より好ましくは0.1質量ppm以下である。各金属不純物の含有量が、それぞれ0.5質量ppm以下であれば、半導体製造装置に用いる部材として好適に使用することができる。なお、明細書中、ppmは百万分率を、ppbは十億分率を表す。

[0023] 上記のような構造を有するシリカガラス部材1は、凹凸パターンが形成されたダミーウエハと比較して、欠けが発生し得る箇所が少ないので、パーティクルが発生する恐れが小さい。

[0024] また、シリカガラス部材1は、洗浄耐性の観点からも有利である。

通常、使用後のダミーウエハは、フッ素系ガス等によるドライエッチングや、フッ酸等によるウェットエッチングにより洗浄される。このとき、凹凸パターンが形成されたダミーウエハは、その凹凸形状によっては、凹凸の角部が削られて略平坦となりやすい場合があり、表面積が減少してしまう。

[0025] 一方で、シリカガラス部材1は、洗浄による表面積の減少が抑制される。図2を用いて、洗浄時のシリカガラス部材1の表面積変化について説明する。図2では、3つのピット(18a、18b、18c)を有するシリカガラス部材1の上面のみが洗浄された場合について想定する。このとき、洗浄により、シリカガラス部材1の上面と、ピットの内壁面とがエッチングされた結果、ピット18b、18cは消滅するが、ピット18aの内壁の表面積が増大するとともに、新たなピット18d、18e、18fが形成される。このように、シリカガラス部材1は、その内部に気泡12を有することにより、洗浄による表面積の減少が抑制される。

[0026] 次に、図3を参照して、本実施形態に係るシリカガラス部材1の製造方法について説明する。

本実施形態においては、シリカガラスの合成方法としてVAD (Vapor

r-phase Axial Deposition) 法を用いているが、本発明の効果を奏する限りにおいて、製造方法は適宜変更しても構わない。

[0027] 図3に示すように、シリカガラス部材1の製造方法は、ステップS21～S25を有する。

ステップS21では、シリカガラスの合成原料を選定する。シリカガラスの合成原料は、ガス化可能なケイ素含有原料であれば特に制限されないが、代表的にはケイ素塩化物（例えば SiCl_4 , SiHCl_3 , SiH_2Cl_2 , SiCH_3Cl_3 ）やケイ素フッ化物（例えば SiF_4 , SiHF_3 , SiH_2F_2 ）といったハロゲンを含むケイ素化合物、または、 $\text{R}_n\text{Si}(\text{OR})_{4-n}$ （R：炭素数1～4のアルキル基、n：0～3の整数）で示されるアルコキシシランや $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ といったハロゲンを含まないケイ素化合物が挙げられる。

[0028] 次に、ステップS22では、上記合成原料を 1000°C ～ 1500°C の温度にて火炎加水分解してシリカ粒子を生成し、回転する基材上に吹き付けて堆積させることにより、スート体を得られる。スート体においては、シリカ粒子同士が一部焼結している。

[0029] また、図示しないが、電気的特性を制御する目的で、ステップS22の後に、上記スート体を真空雰囲気下で熱処理することで脱水し、OH基濃度を低下させてもよい。このとき、熱処理時の温度は 1000°C ～ 1300°C 、処理時間は1時間～240時間であることが好ましい。

[0030] 次に、ステップS23では、上記スート体を、不活性ガス雰囲気にて高温高圧処理することで、スート体中のシリカ粒子同士の焼結が進行して緻密化し、シリカガラス緻密体を得られる。シリカガラス緻密体は、気泡を略含まない透明シリカガラス、または、微小な気泡を含む不透明シリカガラスである。このとき、上記高温高圧処理時の温度は 1200°C ～ 1700°C 、圧力は 0.01MPa ～ 200MPa 、処理時間は10時間～100時間であることが好ましい。

[0031] ステップS23では、上記不活性ガスがシリカガラスに溶解する。不活性

ガスは、代表的にはヘリウム (He)、ネオン (Ne)、アルゴン (Ar)、クリプトン (Kr)、キセノン (Xe)、窒素 (N₂)、またはこれらのうちの少なくとも2種以上含む混合ガスであり、詳細は後述するが、好ましくはArである。一般に、シリカガラスに対する不活性ガスの溶解度は、雰囲気中の不活性ガスの分圧が低いほど、または、シリカガラスの温度が高いほど、低下する傾向があることが知られている。

[0032] 次に、ステップS24では、上記シリカガラス緻密体を、高温低圧処理することで、シリカガラス中に溶解していた不活性ガスが発泡し、かつ、シリカガラス緻密体に含まれる気泡が熱膨張することで、多孔質化し、気泡12を有するシリカガラス多孔質体を得られる。このとき、上記高温低圧処理時の温度は1300℃～1800℃、圧力は0Pa～0.1MPa、処理時間は1分～20時間であることが好ましい。なお、処理時間が20時間以内であれば、過度な加熱により気泡12が閉塞してしまう恐れがない。

[0033] ここで、発泡のメカニズムについて説明する。先にも述べたが、シリカガラスに対する不活性ガスの溶解度は、雰囲気中の不活性ガスの分圧が低いほど、または、シリカガラスの温度が高いほど、低下する傾向がある。従って、ステップS24において、ステップS23のときよりも低い圧力、または、高い温度で処理することで、不活性ガスの溶解量が過飽和状態となる場合があり、このとき、シリカガラス中で発泡が生じる。

[0034] 以上のメカニズムを考慮すると、ステップS24の高温低圧処理時の温度が、ステップS23の高温高圧処理時の温度より低くても発泡は生じ得るが、ステップS23の高温高圧処理時の温度より高いほうが発泡は促進され、多孔質化は進行しやすい。

[0035] なお、上述した不活性ガスの選択肢のうち、Arは、比較的安価でありながら、シリカガラスに対する溶解度の温度依存性が大きく多孔質化の制御をしやすいという観点から好ましい。

[0036] 上記のステップS23の高温高圧処理およびステップS24の高温低圧処理における温度、圧力および処理時間を適宜調整し、発泡量および気泡の膨

張度を変化させることで、シリカガラス部材1に含まれる気泡12の個数、気泡径、かさ密度等を制御することができる。

[0037] 最後に、ステップ25では、上記シリカガラス多孔質体を、切断加工、スライス加工、研削加工、研磨加工等の方法を用いて任意の形状に加工することで、シリカガラス部材1が得られる。シリカガラス部材1をダミーウエハとして用いる場合は、製品ウエハと略同一の形状にすることが好ましい。

[0038] 以上のような製造方法により、凹凸パターン形成のための複雑で高価な機械加工を行うことなく、ダミーウエハとして好適なシリカガラス部材1を得ることができる。

[0039] なお、シリカガラス部材1の用途はダミーウエハに限定されず、本明細書に記載するシリカガラス部材1の特性が有利に働く範囲内において、様々な用途に適用することができる。

実施例

[0040] 次に、表1および図4～5、図6A～6Cを参照して、実験データについて説明する。

[0041] (例1～5)

シリカガラスの合成原料として、四塩化ケイ素 (SiCl_4) を選定し、これを火炎加水分解してシリカ粒子を生成し、回転する基材上に吹き付けて堆積させることにより、スート体を得た。次に、このスート体を加熱炉内に配し、Arガスを充填し、所定の温度、圧力および処理時間にて高温高圧処理を行い、スート体を緻密化した後、大気圧に戻し放冷した。このとき得られたシリカガラス緻密体は、微小な気泡を含む不透明シリカガラスであった。次に、所定の温度および処理時間にて高温低圧処理を行い、シリカガラス緻密体を多孔質化した後、大気圧に戻して放冷し、シリカガラス多孔質体を得た。最後に、シリカガラス多孔質体を炉から取り出し、切断加工、スライス加工、研削加工、研磨加工によって所望の形状とした。上記高温高圧処理および上記高温低圧処理における温度、圧力および処理時間を任意に組み合わせることで、表1の例1～5に示すパラメータを有するシリカガラス部材1

がそれぞれ得られた。

例 1～5 は実施例である。

[0042] 図 4 に、例 1 のシリカガラス部材 1 の表面を光学研磨して撮影した、光学顕微鏡画像を示す。図 4 から明らかなように、例 1 のシリカガラス部材 1 には、略均一に分散する気泡 12 が存在し、そのうちの一部が連通気泡 16 として存在しており、 S/S_0 は 1.9 であった。

[0043] また、例 1 のシリカガラス部材 1 について金属不純物の含有量を測定した結果、Li、Mg、K、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Ti、Co、Zn、Ag、Cd、Ce および Pb は 3 ppb 未満、Na は 80 ppb、Al は 30 ppb、Ca は 10 ppb であった。なお、金属不純物の含有量は、上記により得られたシリカガラス部材 1 を、適当な大きさに切り出した後、ICP-MS (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer) 法により求めた。

[0044] 図 5 に、例 4 のシリカガラス部材 1 の表面を光学研磨して撮影した、光学顕微鏡画像を示す。図 5 から明らかなように、例 4 のシリカガラス部材 1 には、略均一に分散する気泡 12 が存在し、そのうちの一部が連通気泡 16 として存在しており、例 1 の場合に比べて平均気泡径が大きく、連通気泡率も高いために、 S/S_0 は 6.9 という高い値となった。

[0045] 以上のように、例 1～5 のシリカガラス部材 1 は、機械加工をしなくても、気泡 12 を含むことにより大きな表面積を有しており、その構造によりパーティクルの発生が抑制されるので、ダミーウエハとして好適に用いることができる。

[0046] なお、表 1 に示す各パラメータは、以下に示す方法により求めた。

(S/S_0)

表面積 S は、JIS-Z8830:2013 による BET 法により求めた。具体的には、評価対象物を $40\text{ mm} \times 8\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ の板状に切り出したサンプルを 5 枚作製し、これらをガラスセルに入れて、前処理として 200°C で約 5 時間減圧脱気した後、比表面積測定装置 (日本ベル社製: BE

L S O R P - m a x) によりクリプトン (K r) ガスの吸着測定を行い、得られた値を5 (サンプルの枚数) で除することで表面積Sを求めた。これを、サンプルの外形寸法に基づく幾何表面積S₀で除することにより、S/S₀を求めた。

[0047] (平均気泡径)

平均気泡径は、以下の(1)～(1V)の手順により求めた。

(1) まず、評価対象物の表面を光学研磨して得られたサンプルについて、X線CT装置 (テスコ社製: T X S - C T 3 0 0) を用いてX線CT像を取得し、これに対し画像処理ソフト (例えば、I m a g e J) を用いてノイズ除去することで、図6Aのような画像を得た。

(11) 次に、画像処理ソフト (例えば、I m a g e J) を用いて二値化処理を行い、図6Bのような画像を得た。このとき、二値化処理の輝度値の閾値は、図6Bの画像全体の面積に対する白色領域 (気泡12に相当) の面積の比率が、評価対象物の気泡率と最も近くなるように決定した。ここで、気泡率は、気泡を略含まないシリカガラスの密度が2.2 g/cm³であることから、後述するかさ密度ρを用いて、下記式(1)より求められる。なお、図6Bにおいて、画像端部で切れている白色領域については、平均気泡径の算出においては無視した。

[0048] [数1]

$$(\text{気泡率}) = (2.2 - \rho) / 2.2 \quad \dots(1)$$

[0049] (111) 次に、W a t e r s h e d 分割化処理によって連通気泡を分割する処理を行うことで、図6Cのような画像を得た。ここで、W a t e r s h e d 分割化処理とは、以下の手順により行われる:

図6Bの画像に対しユークリッド距離マップ (E D M) を作成し、E D Mの極大または頂点である極限浸食点 (U E P) を検出する;

各U E Pを各気泡の端に到達するまで、または、連通気泡にて拡張して

いるUEP領域の縁に到達するまで拡張させる；

それぞれの拡張したUEP領域に基づいて連通気泡を分割する。

[0050] (IV) 次に、図6Cにおいて分割された領域（例えば、6a）、および分割されなかった領域（例えば、6b）の面積Aをそれぞれ求め、下記式（2）により気泡径Dを算出した。1サンプルあたり、気泡径Dを200個以上求め、その平均値を平均気泡径とした。

[0051] [数2]

$$D = \sqrt{4A/\pi} \quad \cdots(2)$$

[0052] (かさ密度)

評価対象物を40mm×8mm×0.5mmの直方体状に切り出し、電子天秤により質量を測定した。これを、サンプルの見掛け体積で除することによって、かさ密度を求めた。

[0053] (連通気泡率)

上述した図6Cにおいて分割がなされなかった白色領域を非連通気泡、分割がなされた白色領域を連通気泡とみなし、連通気泡の個数を気泡の総数（非連通気泡の個数と連通気泡の個数との和）で除することで、連通気泡率を求めた。なお、図6Cにおいて、画像端部で切れている白色領域については、連通気泡率の算出においては無視した。

[0054] [表1]

表1

	S/S0	平均気泡径 [μm]	かさ密度 [g/cm ³]	連通気泡率 [%]
例1	1.9	42.3	1.58	43.1
例2	4.5	58.8	1.08	81.7
例3	5.4	102.1	0.89	82.2
例4	6.9	85.7	0.89	89.5
例5	8.4	94.8	0.39	94.8

[0055] 以上、本発明に係るシリカガラス多孔質体およびその製造方法について説明したが、本発明は上記実施形態等に限定されない。特許請求の範囲に記載された範囲内において、各種の変更、修正、置換、付加、削除、及び組み合わせが可能である。それらについても当然に本発明の技術的範囲に属する。

[0056] 本出願は2021年4月7日出願の日本特許出願（特願2021-065433）、2021年8月23日出願の日本特許出願（特願2021-135895）に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

符号の説明

- [0057] 1 シリカガラス部材
10 シリカガラス部
12 気泡
14 非連通気泡
16 連通気泡
18 ピット

請求の範囲

- [請求項1] 複数の気泡を有し、
前記複数の気泡の一部または全部は連通気泡であり、
 S/S_0 が1.5以上である、シリカガラス部材。
S：前記シリカガラス部材から切り出した40mm×8mm×0.5mmのサンプルについてBET法により求めた表面積
S₀：前記サンプルの外形寸法に基づいて求めた幾何表面積
- [請求項2] 前記 S/S_0 は4以上である、請求項1に記載のシリカガラス部材。
- [請求項3] 前記 S/S_0 は5以上である、請求項1に記載のシリカガラス部材。
- [請求項4] X線CT像の画像解析により求められる前記気泡の平均気泡径が30μm～150μmである、請求項1～3のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。
- [請求項5] かさ密度が0.3g/cm³～2g/cm³である、請求項1～4のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。
- [請求項6] 前記複数の気泡の個数に対する前記連通気泡の個数の比率が30%～100%である、請求項1～5のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。
- [請求項7] 前記複数の気泡の個数に対する前記連通気泡の個数の比率が70%～100%である、請求項1～5のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。
- [請求項8] リチウム(Li)、アルミニウム(Al)、クロム(Cr)、マンガン(Mn)、ニッケル(Ni)、銅(Cu)、チタン(Ti)、コバルト(Co)、亜鉛(Zn)、銀(Ag)、カドミウム(Cd)、鉛(Pb)、ナトリウム(Na)、マグネシウム(Mg)、カリウム(K)、カルシウム(Ca)、セリウム(Ce)および鉄(Fe)の各金属不純物の含有量がそれぞれ0.5質量ppm以下である、請求

項1～7のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。

[請求項9] 半導体製造における縦型熱処理装置用のダミーウエハとして用いられる、請求項1～8のいずれか1項に記載のシリカガラス部材。

[請求項10] 複数の気泡を有し、前記複数の気泡の一部または全部は連通気泡であり、前記シリカガラス部材から切り出した40mm×8mm×0.5mmのサンプルについてBET法により求めた表面積をSとし、前記サンプルの外形寸法に基づいて求めた幾何表面積をS0としたとき、 $S/S0$ が1.5以上である、シリカガラス部材を製造する方法であって、

ケイ素化合物を火炎加水分解して生成したシリカ粒子を堆積させてスート体を得ることと、

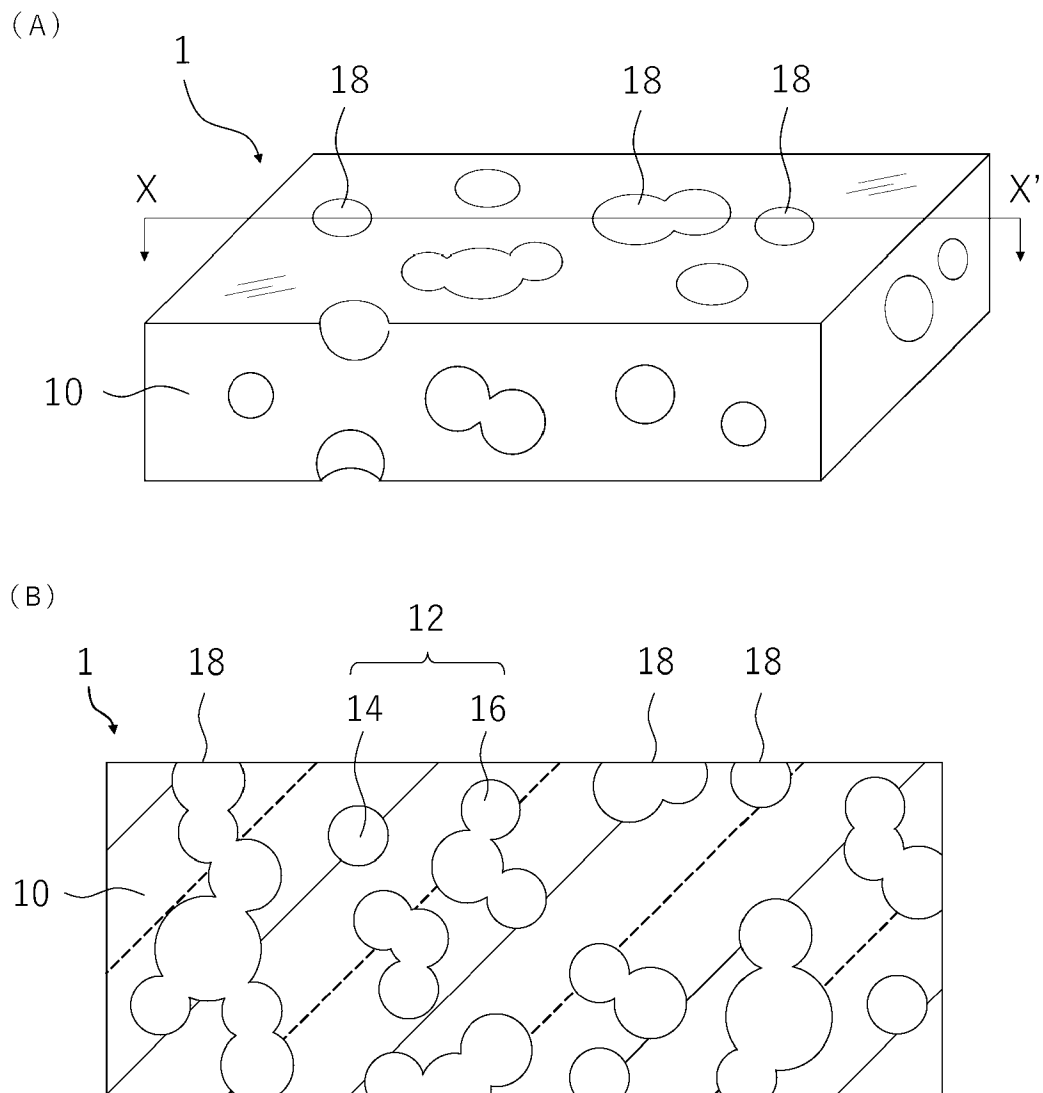
前記スート体を不活性ガス雰囲気下にて緻密化しシリカガラス緻密体を得ることと、

前記シリカガラス緻密体を得たときより少なくとも低圧または高温の条件下にて前記シリカガラス緻密体を多孔質化することによりシリカガラス多孔質体を得ることと、

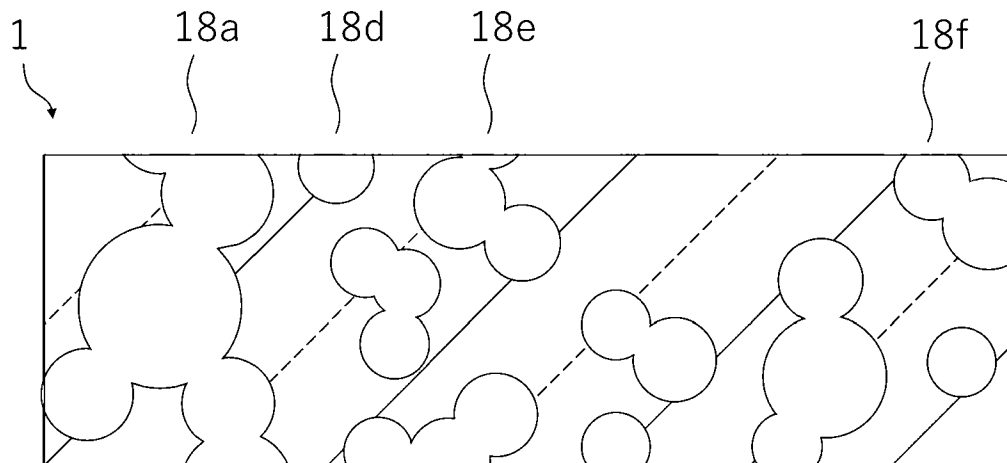
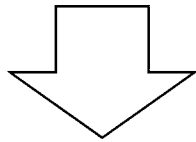
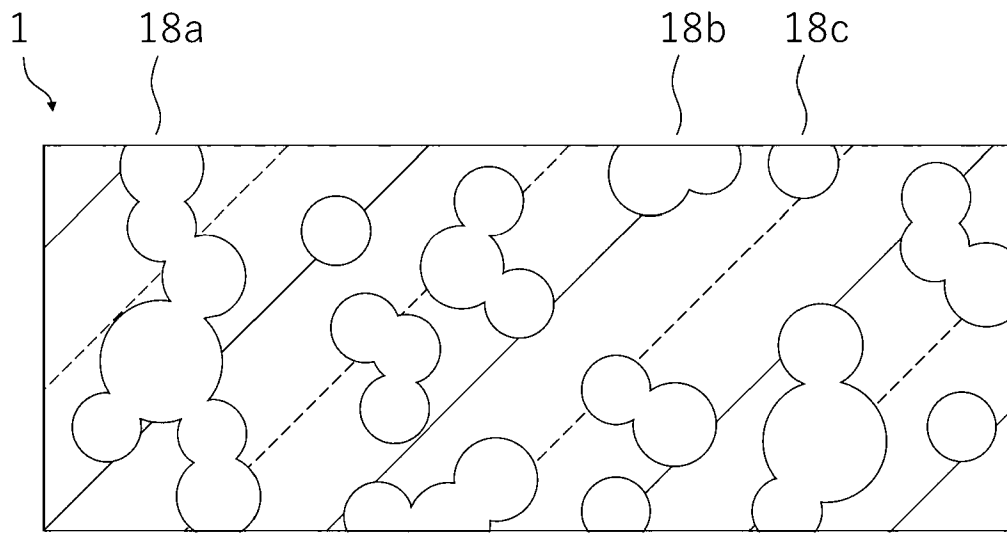
前記シリカガラス多孔質体を加工して任意の形状のシリカガラス部材を得ることと、

を含む、シリカガラス部材の製造方法。

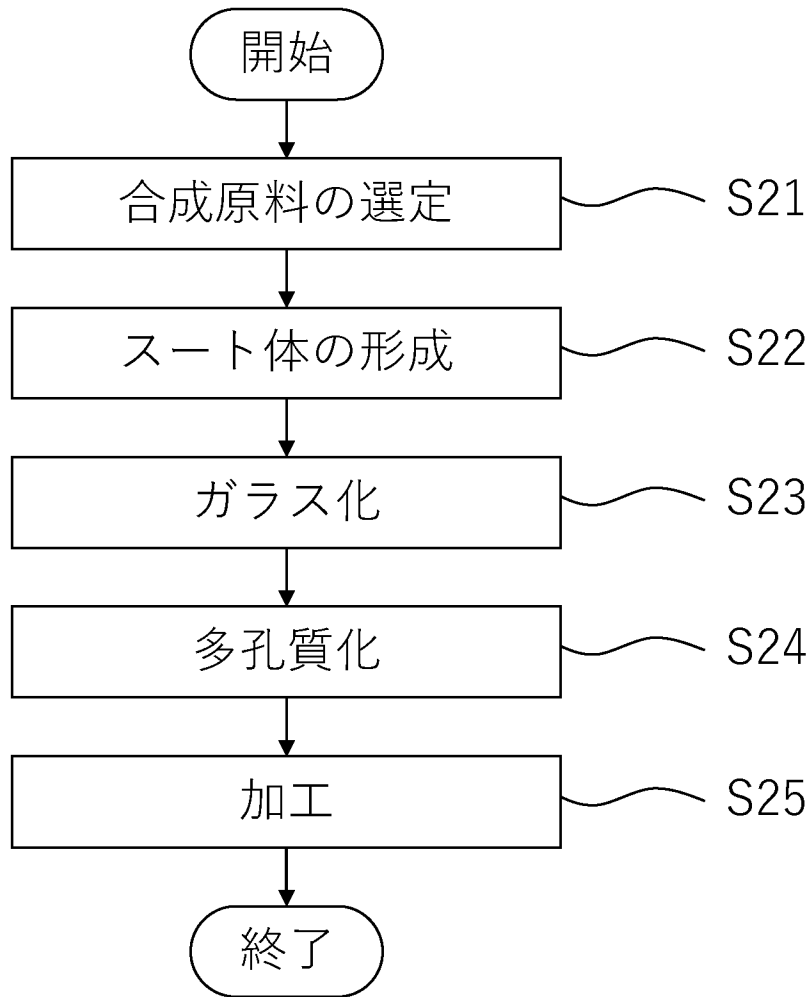
[図1]



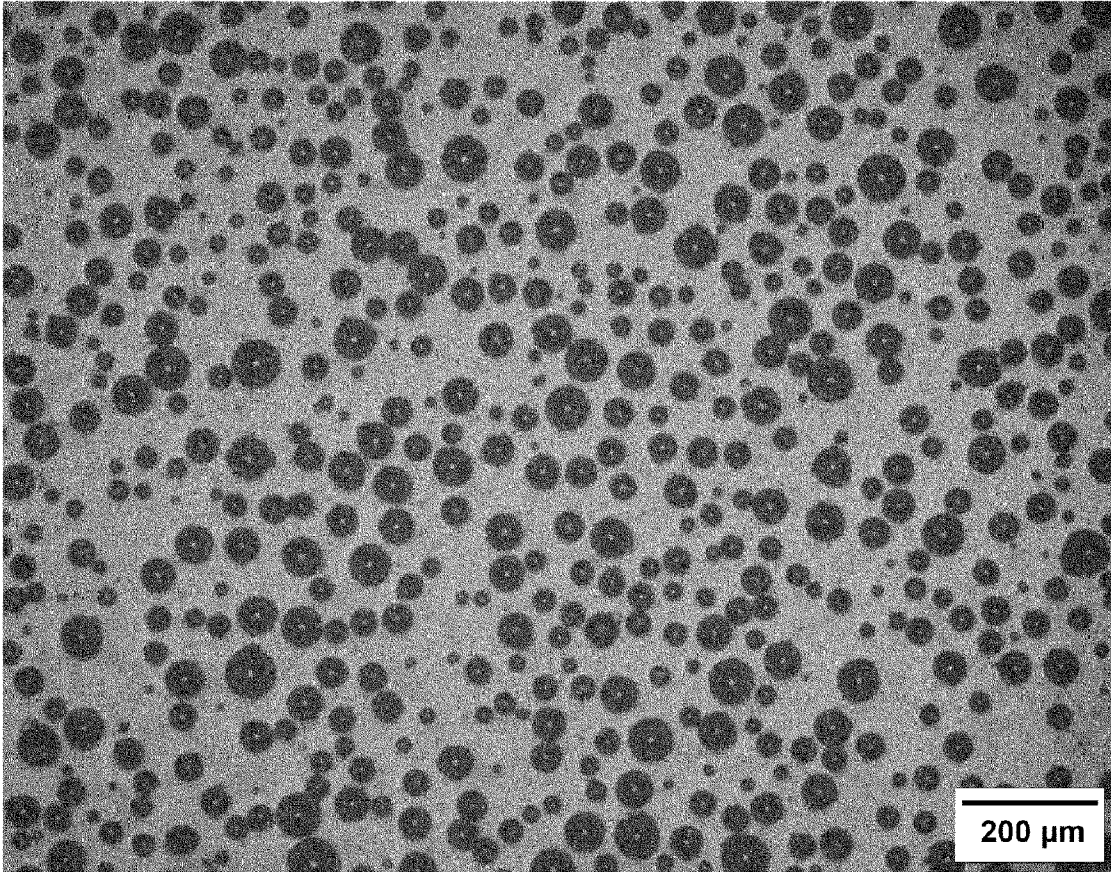
[図2]



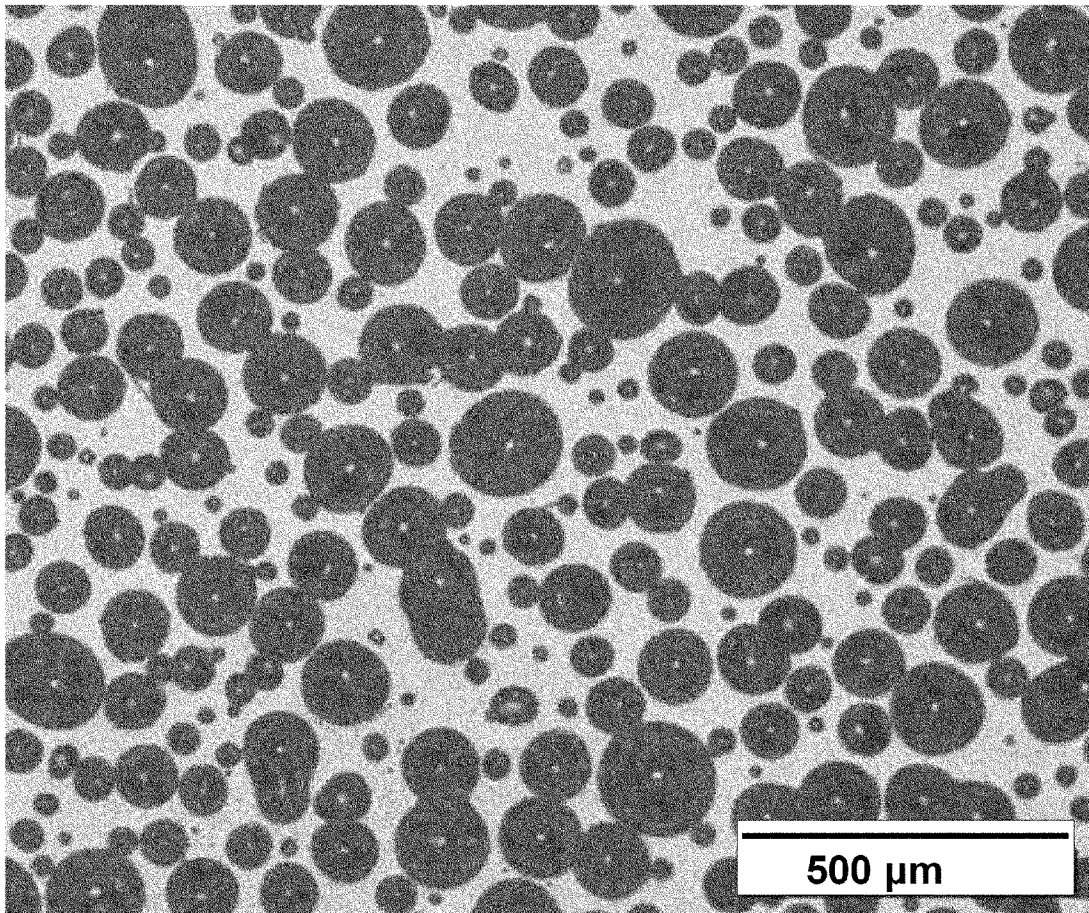
[図3]



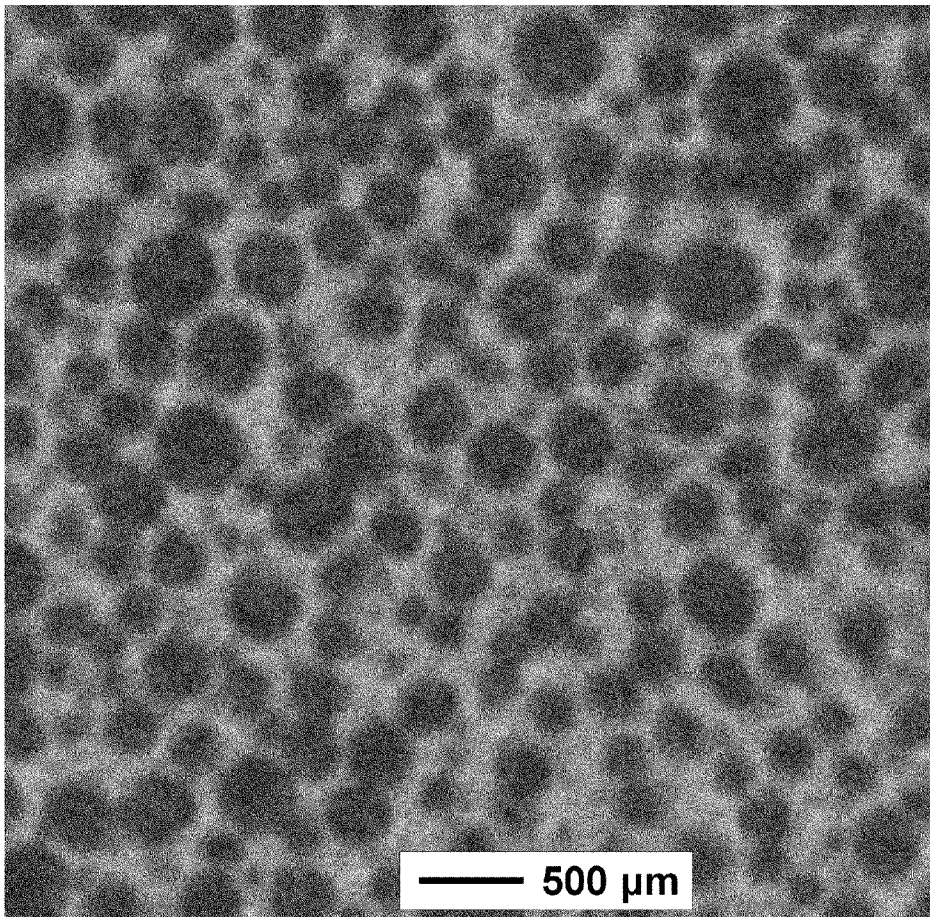
[図4]



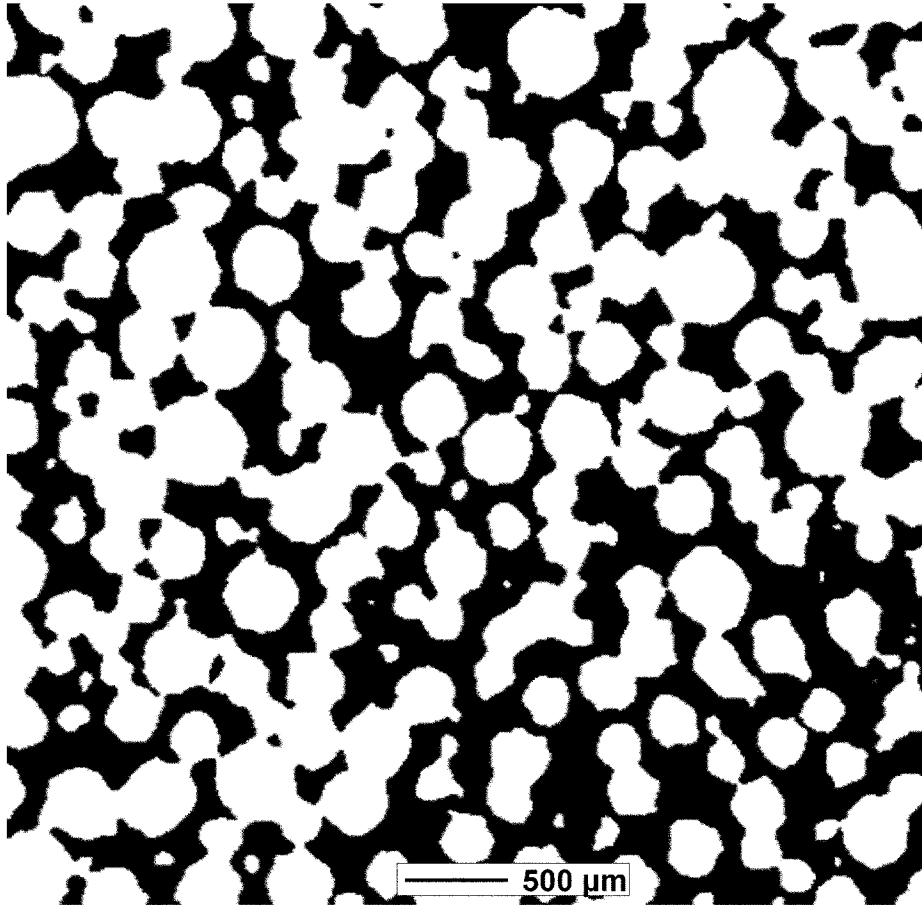
[図5]



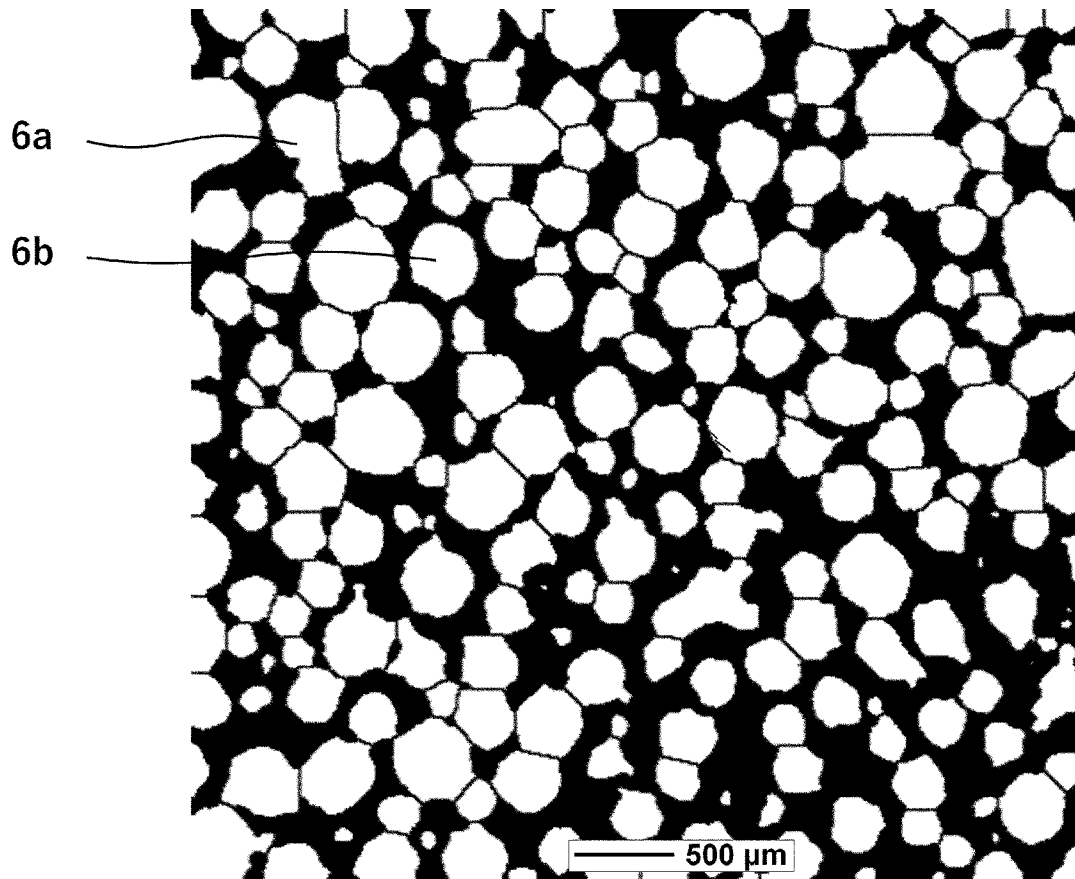
[図6A]



[図6B]



[図6C]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/016901

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C03B 20/00</i> (2006.01)i; <i>C03B 8/04</i> (2006.01)i; <i>H01L 21/3065</i> (2006.01)i; <i>H01L 21/31</i> (2006.01)i FI: C03B20/00 G; C03B8/04 A; C03B8/04 P; C03B8/04 R; C03B20/00 F; C03B20/00 K; H01L21/302 101G; H01L21/31 B		
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) C03B20/00; C03B8/04; H01L21/3065; H01L21/31		
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 1971-2022 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022 Published registered utility model applications of Japan 1994-2022		
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 2007-238419 A (TOSOH QUARTZ CORP.) 20 September 2007 (2007-09-20) claims, paragraphs [0002], [0012]-[0023], fig. 1, 2	1-8
Y		9
A		10
Y	JP 11-092167 A (TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.) 06 April 1999 (1999-04-06) claims, paragraphs [0017], [0035]	9
Y	JP 2015-173154 A (TOKYO ELECTRON LTD.) 01 October 2015 (2015-10-01) claims, paragraph [0003]	9
A	JP 2002-362967 A (KORANSHA CO., LTD.) 18 December 2002 (2002-12-18) entire text	1-10
A	JP 10-029836 A (SHINETSU QUARTZ PRODUCTS CO., LTD.) 03 February 1998 (1998-02-03) entire text, all drawings	1-10
<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 13 June 2022		Date of mailing of the international search report 21 June 2022
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/016901

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2007-238419 A	20 September 2007	(Family: none)	
JP 11-092167 A	06 April 1999	(Family: none)	
JP 2015-173154 A	01 October 2015	US 2015/0259799 A1 claims, paragraph [0004] CN 104916569 A KR 10-2015-0106339 A TW 201604312 A	
JP 2002-362967 A	18 December 2002	(Family: none)	
JP 10-029836 A	03 February 1998	(Family: none)	

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C03B 20/00(2006.01)i; C03B 8/04(2006.01)i; H01L 21/3065(2006.01)i; H01L 21/31(2006.01)i FI: C03B20/00 G; C03B8/04 A; C03B8/04 P; C03B8/04 R; C03B20/00 F; C03B20/00 K; H01L21/302 101G; H01L21/31 B</p>										
<p>B. 調査を行った分野</p>										
<p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C03B20/00; C03B8/04; H01L21/3065; H01L21/31</p>										
<p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2022年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2022年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2022年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2022年
日本国実用新案公報	1922 - 1996年									
日本国公開実用新案公報	1971 - 2022年									
日本国実用新案登録公報	1996 - 2022年									
日本国登録実用新案公報	1994 - 2022年									
<p>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）</p>										
<p>C. 関連すると認められる文献</p>										
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 Y A	JP 2007-238419 A（東ソー・クオーツ株式会社）20.09.2007（2007-09-20） 特許請求の範囲、[0002]、[0012]-[0023]、図1-2	1-8 9 10								
Y	JP 11-092167 A（東芝セラミックス株式会社）06.04.1999（1999-04-06） 特許請求の範囲、[0017]、[0035]	9								
Y	JP 2015-173154 A（東京エレクトロン株式会社）01.10.2015（2015-10-01） 特許請求の範囲、[0003]	9								
A	JP 2002-362967 A（株式会社香蘭社）18.12.2002（2002-12-18） 全文	1-10								
A	JP 10-029836 A（信越石英株式会社）03.02.1998（1998-02-03） 全文、全図	1-10								
<p><input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>										
<p>* 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抵触するものではなく、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</p>										
国際調査を完了した日	13.06.2022	国際調査報告の発送日 21.06.2022								
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 有田 恭子 4T 9540 電話番号 03-3581-1101 内線 3465									

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2022/016901

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2007-238419 A	20.09.2007	(ファミリーなし)	
JP 11-092167 A	06.04.1999	(ファミリーなし)	
JP 2015-173154 A	01.10.2015	US 2015/0259799 A1 請求の範囲、[0004] CN 104916569 A KR 10-2015-0106339 A TW 201604312 A	
JP 2002-362967 A	18.12.2002	(ファミリーなし)	
JP 10-029836 A	03.02.1998	(ファミリーなし)	