

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2003 年 10 月 30 日 (30.10.2003)

PCT

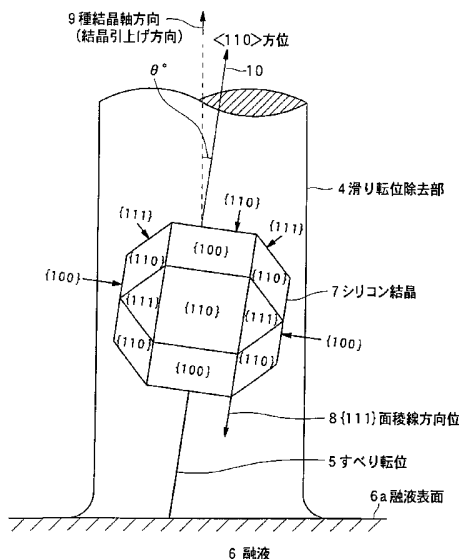
(10) 国際公開番号  
WO 03/089697 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 29/06 KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒254-0014 神奈川県平塚市 四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 Kanagawa (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/04868
- (22) 国際出願日: 2003 年 4 月 17 日 (17.04.2003) (71) 出願人 および (72) 発明者: 飯田 哲広 (IIDA, Tetsuhiro) [JP/JP]; 〒254-0014 神奈川県 平塚市 四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 白石 裕 (SHI-RAISHI, Yutaka) [JP/JP]; 〒254-0014 神奈川県 平塚市 四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 末若 良太 (SUEWAKA, Ryota) [JP/JP]; 〒254-0014 神奈川県 平塚市 四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 富岡 純輔 (TOMIOKA, Junsuke) [JP/JP]; 〒254-0014 神奈川県 平塚市 四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP).
- (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2002-118281 2002 年 4 月 19 日 (19.04.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): コマツ電子金属株式会社 (KOMATSU DENSHI KINZOKU

[続葉有]

(54) Title: SINGLE CRYSTAL SILICON PRODUCING METHOD, SINGLE CRYSTAL SILICON WAFER PRODUCING METHOD, SEED CRYSTAL FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL SILICON, SINGLE CRYSTAL SILICON INGOT, AND SINGLE CRYSTAL SILICON WAFER

(54) 発明の名称: 単結晶シリコンの製造方法、単結晶シリコンウェーハの製造方法、単結晶シリコン製造用種結晶、単結晶シリコンインゴットおよび単結晶シリコンウェーハ



- 9...DIRECTION OF AXIS OF SEED CRYSTAL (DIRECTION IN WHICH CRYSTAL IS PULLED UP)  
10 ... <110> ORIENTATION  
4...SLIP DISLOCATION ELIMINATED PORTION  
7...SILICON CRYSTAL  
8...{111} FACE EDGE DIRECTION  
5...SLIP DISLOCATION  
6a...SURFACE OF MELT  
6...MELT

(57) Abstract: A method for eliminating slip dislocation when a single crystal silicon is produced, a seed crystal for eliminating slip dislocation, a single crystal silicon ingot from which slip dislocation is eliminated, and a single crystal silicon wafer are disclosed. A single crystal silicon is produced by dipping a seed crystal in a melt and pulling the seed crystal up along the axis of the seed crystal, using a single crystal (1) such that the <110> crystal orientation (10) is inclined at a predetermined angle  $\theta$  with respect to the axial direction (9) in such a way that the direction of the edge (8) of the {111} crystal face is inclined with respect to the axial direction (9). When a single crystal silicon is grown while pulling up a seed crystal by the CZ method, a single crystal silicon ingot of a large diameter and a heavy weight can be pulled up by eliminating slip dislocation from the thick crystal.

[続葉有]



(74) 代理人: 木村 高久, 外(KIMURA, Takahisa et al.); 〒104-0043 東京都中央区湊1丁目8番11号千代ビル6階 Tokyo (JP).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

(81) 指定国 (国内): KR, SG, US.

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

---

(57) 要約:

本発明は、単結晶シリコンを製造するに際してすべり転位を除去する方法、すべり転位を除去できる種結晶、すべり転位が除去された単結晶シリコンインゴット、単結晶シリコンウェーハに関する。

本発明は、種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンを製造するに際し、{111}結晶面の稜線方向(8)が軸方向(9)に対して傾斜するように、〈110〉結晶方位(10)が軸方向(9)に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜している単結晶(1)を用いて単結晶シリコンを製造するものである。

本発明では、CZ法で種結晶を引上げ単結晶シリコンを成長させるに際して、太い径ですべり転位を除去できるようにすることによって、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げることができるようになる。

## 明細書

単結晶シリコンの製造方法、単結晶シリコンウェーハの製造方法、単結晶シリコン製造用種結晶、単結晶シリコンインゴットおよび単結晶シリコンウェーハ  
技術分野

本発明は、単結晶シリコンを製造するに際してすべり転位を除去する方法、すべり転位を除去できる種結晶、すべり転位が除去された単結晶シリコンインゴット、単結晶シリコンウェーハに関するものである。

## 背景技術

単結晶シリコンの製造方法の1つにCZ法がある。

これは、単結晶引上げ用容器つまりCZ炉内に石英るつぼを設け、この石英るつぼ内で多結晶シリコンを加熱し熔融し、熔融が安定化すると、シードチャックに取り付けた種結晶を融液に浸漬し、シードチャックおよびるつぼを互いに同方向あるいは逆方向に回転しつつシードチャックを引上げ単結晶シリコンを成長させて単結晶シリコンインゴットを製造するというものである。

CZ法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の1つに「すべり転位」がある。すべり転位は、1次元の結晶欠陥であり、種結晶が融液に着液したときの熱応力に起因して発生し、一定の方向に沿って伝播する。

すべり転位が、成長した単結晶シリコンに取り込まれると、この単結晶シリコンに基づき製作される半導体デバイスの品質を低下させることになる。このためすべり転位は、これを除去する必要がある。

表面が{100}結晶面となっているシリコンウェーハ(<100>軸結晶)を製造する場合については、従来よりすべり転位を除去する技術が確立されている。すなわち<100>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように、種結晶を引き上げる際には、種結晶を融液に着液させた後に、単結晶シリコンの直径を徐々に絞るネッキング処理を施すことで、すべり転位を単結晶シリコンから容易に除去することができる。

しかし、表面が{110}結晶面となっているシリコンウェーハ(<110>軸結晶)を製造する場合、つまり<110>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げる場合には、すべり転位を除去することは困難であることが判

明し、すべり転位を除去する技術は未だ確立されていない。

<1 1 0>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げる場合には、ネッキング工程で、単結晶シリコンの径を相当絞ったとしても、結晶中心部に転位が残存し易く、半導体デバイス不良の要因になる。単結晶シリコンの径を<1 0 0>軸結晶を引き上げるときよりも相当細く絞らないと、すべり転位を除去することができない。

ところが近年、大径のシリコンウェーハ製造の要請があり、大径で大重量の単結晶シリコンインゴットを、問題なく引き上げることが要求されており、単結晶シリコンの径を細く絞ったとすると、すべり転位はある程度除去されるものの、径が細すぎて大径、大重量の単結晶シリコンインゴットの引上げは不可能になるおそれがある。

ここに磁場印加引上げ法（MCZ法）と呼ばれる技術がある。これは融液に磁場を印加することで融液の粘性を高くし、融液中の対流を抑制して安定した結晶成長を行うという方法である。

磁場印加引上げ法を適用して融液に磁場を印加しつつ単結晶シリコンを引き上げる場合には、磁場を印加しない場合と比較して、単結晶シリコンの径を更に細くしなければ、すべり転位を除去することができない。単結晶シリコンの径を2.5 mm程度まで細くしないとすべり転位を除去できないことが実験的に確かめられている。

特開平9-165298号公報には、<1 1 0>結晶方位が種結晶の軸方向と一致するように引き上げるに際して、磁場印加法を適用して磁場を印加しつつ単結晶シリコンを引上げネッキング工程で径を2.0 mm未満にして、すべり転位を除去せんとする発明が記載されている。

しかし、この公報記載のものを、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げる場合に適用すると、ネッキング部の破断および結晶落下が生じるおそれがあるため、これを採用することはできない。

また単結晶シリコンの径を単に絞るのではなく、特殊な形状にすることで、すべり転位を除去する技術が、外国公報USP 4002523に記載されている。

この外国公報には、ネッキング工程で多段にわたり絞りを施して「バルジ形状

」にすることで、すべり転位を除去せんとする技術が開示されている。

しかしバルジ形状にすること自体は技術的に可能ではあるが、自動化させたプロセスでこれを行うことは実際には困難である。

以上のような実状があることから、ネッキング処理（絞り処理）以外の手法ですべり転位を除去できるようにして、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを問題なく引き上げることができる技術が要求されている。

またネッキング処理（絞り処理）以外の手法で、転位を含む欠陥を除去せんとする技術に関しては、以下のように従来より種々公知になっている。

特開昭 5 7 - 1 7 4 9 4 号公報には、InSbなどの化合物半導体の単結晶を成長させるに際して、種結晶の引上げ方向を、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して5～10度傾斜させた方向にして、同化合物半導体単結晶を引上げ、エッチピットを除去するとともに、不純物濃度を均一にさせるという発明が記載されている。

しかし、この公報には、エッチピットを除去することに関して記載されてはいないものの、すべり転位を除去することに関しては記載されていない。またこの公報記載の発明は、InSbなどの化合物半導体単結晶を対象とするものであり、シリコン単結晶を対象とするものではない。

また特開平 3 - 8 0 1 8 4 号公報には、同様にGaAsなどの化合物半導体の単結晶を成長させるに際して、種結晶の引上げ方向を、 $\langle 001 \rangle$ 結晶方位と $\langle 101 \rangle$ 結晶方位との間の任意の方向にして、同化合物半導体単結晶を引上げ、成長方向に真っ直ぐに伝播する軸上転位を除去するという発明が記載されている。

また、この公報には、化合物半導体で発生するすべり転位に関して、「不純物を添加することによってその発生を低減できる」という記載がある。

このように、この公報には、GaAsなどの化合物半導体で発生するすべり転位を不純物添加によって除去することに関して記載されてはいるものの、単結晶シリコンで発生するすべり転位を除去する技術に関しては記載されていない。

#### 発明の開示

本発明はこうした実状に鑑みてなされたものであり、CZ法で種結晶を引上げ単結晶シリコンを成長させるに際して、 $\langle 100 \rangle$ 軸結晶と同様の太い径ですべり転位を除去できるようにすることによって、大口径、大重量の単結晶シリコン

インゴットを引き上げることができるようにすることを解決課題とするものである。

第1発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることに  
より単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

$\langle 110 \rangle$ 結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して傾斜された状態で当該種結  
晶を引き上げること

を特徴とする。

第2発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることに  
より単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

$\langle 110 \rangle$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された種結晶を用意  
し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 $d_1$ まで徐々  
に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね $d_1$ に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/\tan \theta$   
だけ更に成長させるすべり転位除去工程と

を含むこと

を特徴とする。

第3発明は第1発明において、また第4発明は第2発明において、

$\langle 110 \rangle$ 結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 $\theta$   
だけ傾斜する向きは、その $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別  
の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

第5発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることに  
より単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをス  
ライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェー  
ハの製造方法において、

<1 1 0>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された状態で当該種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットに成長させる引上げ工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、<1 1 0>結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする。

第6発明は、

種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げるにより単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェーハの製造方法において、

<1 1 0>結晶方位が軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 $d_1$ まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね $d_1$ に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/\tan \theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と、

更に前記種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットを製造するインゴット製造工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、<1 1 0>結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする。

第7発明は、第5発明において、また第8発明は第6発明において、

<1 1 0>結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜する向きは、その<1 1 0>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<1 1 0>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

第 9 発明は、第 5 発明において、また第 10 発明は第 6 発明において、  
＜1 1 0＞結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する所定角度  $\theta$  は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  の範囲であること  
を特徴とする。

第 11 発明は、CZ 法で単結晶シリコンを製造するに際して使用される単結晶シリコン製造用種結晶であって、

＜1 1 0＞結晶方位が軸方向に対して傾斜してなる単結晶シリコン製造用種結晶であることを特徴とする。

第 12 発明は、第 11 発明において、

＜1 1 0＞結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その＜1 1 0＞結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の＜1 1 0＞結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

第 13 発明は、

CZ 法により製造された単結晶シリコンインゴットであって、

＜1 1 0＞結晶方位が軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜してなる単結晶シリコンインゴットであることを特徴とする。

第 14 発明は、第 13 発明において、

＜1 1 0＞結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜する向きは、その＜1 1 0＞結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の＜1 1 0＞結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする。

第 15 発明は、第 13 発明において、

＜1 1 0＞結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して傾斜する所定角度  $\theta$  は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  の範囲である単結晶シリコンインゴットであることを特徴とする。

第 16 発明は、

CZ 法により製造された単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより取り出された単結晶シリコンウェーハであって、

<1 1 0>結晶方位が軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された単結晶シリコンインゴットを、<1 1 0>結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして取り出されてなる単結晶シリコンウェーハであることを特徴とする。

第1発明、第5発明、第11発明、第13発明、第16発明によれば、図2、図3に示すように、{1 1 1}結晶面の稜線方向8が軸方向9に対して傾斜するように、<1 1 0>結晶方位10が軸方向9に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜している種結晶1を用いて単結晶シリコンが製造される。

上記種結晶1を用いて単結晶シリコンが引上げられると、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し傾斜して伝播するため、すべり転位5がいずれ単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このためネッキング工程で単結晶シリコンの径を<1 0 0>軸結晶と同程度に絞れば、結晶中心部のすべり転位が容易に除去される。この結果、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを引き上げることができる。

第2発明、第6発明によれば、図1に示すようにすべり転位除去部4にて、単結晶シリコンの直径が概ね $d_1$ に維持されつつ、少なくとも長さ $d_1/t \tan \theta$ だけ成長される。

すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し所定角度 $\theta$ だけ傾斜して伝播するため、長さ $d_1/t \tan \theta$ だけ単結晶シリコンを成長させると、すべり転位5は単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このように長さが少なくとも $d_1/t \tan \theta$ のすべり転位除去部4で、すべり転位5が単結晶シリコンから除去される。この後は、無転位の単結晶成長工程に移行する。

第3発明、第4発明、第7発明、第8発明、第12発明、第14発明によれば、図2、図6に示すように、<1 1 0>結晶方位10が、その<1 1 0>結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の<1 1 0>結晶方位13を回転軸として回転する向き11に傾斜される。この結果、結晶方位を検出する際にX線の回折面として使用する{2 2 0}面は、他の<1 0 0>軸結晶や<1 1 1>軸結晶における{2 2 0}面と平行な位置関係になるので、他の<1 0 0>軸結晶や<1 1 1>軸結晶で使用されている通常の加工装置をそのまま共用することができ

る。このためオリエンテーションフラットやノッチの加工に要するコストを抑えることができる。

第9発明、第10発明、第15発明によれば、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が軸方向9に対して傾斜する所定角度 $\theta$ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲とされる。

すなわち傾斜角度 $\theta$ が小さく浅いと、図1に示すすべり転位除去部4が長くなるので、CZ炉の高さには制限があることから引き上げられる単結晶シリコンの長さは、短くなる。また転位除去部4が長くなればなる程、製品とはならない部分の引上げに時間を要し生産効率が損なわれる。このため傾斜角度 $\theta$ は、単結晶シリコンの引上げ工程を考慮すると、大きい程よい。

これに対して傾斜角度 $\theta$ が大きくなればなる程、図4に示すように、有用な単結晶シリコンウェーハ30以外の無駄な部分20a（斜線で示す）が大きくなり、歩留まりが低下する。このため傾斜角度 $\theta$ は、インゴット20をスライスする工程を考慮すると、小さいほどよい。

したがって単結晶シリコンの引上げとインゴット20のスライスの両方を考慮したとき最も望ましい傾斜角度 $\theta$ の範囲が存在し、その範囲は $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲となる。これにより単結晶シリコンの引上げ長さ、引上げに要する時間を短縮しつつ、単結晶シリコンインゴット20をスライスするときに発生する無駄な部分20aの量を抑えることができ、製造コストを総合的に最小にすることができる。

#### 図面の簡単な説明

図1は実施形態の種結晶を用いて単結晶シリコンを製造する工程を説明する図である。

図2はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

図3はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

図4（a）、（b）は単結晶シリコンインゴットをスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出す様子を説明する図である。

図 5 は立方晶系の基本結晶方位を示す斜視図である。

図 6 はシリコン結晶の構造を示す斜視図である。

図 7 はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

図 8 はシリコン結晶の結晶方位と、種結晶の軸方向との関係を説明する図である。

発明を実施するための最良の形態

以下図面を参照して実施の形態について説明する。本実施形態では、表面が  $\{110\}$  結晶面となっているシリコンウェーハ ( $\langle 110 \rangle$  軸結晶) を製造する場合を想定して説明する。

図 1 は実施形態の単結晶シリコンの製造方法を説明する図であり、種結晶 (シード) 1 をシリコン融液 6 に浸漬して引き上げられる単結晶シリコンの上端部分を示している。

すなわち単結晶引き上げ用容器つまり CZ 炉内に石英るつぼが設けられ、この石英るつぼ内でシリコンが加熱し溶融される。溶融が安定化すると、シードチャックに取り付けた種結晶 1 がシリコン融液 6 に浸漬され、シードチャックおよびるつぼを互いに同方向あるいは逆方向に回転しつつシードチャックが引き上げられ単結晶シリコンが成長される。CZ 法では種結晶 1 の長手軸方向 9 と引き上げ方向とは一致する。本実施形態では種結晶 1 を融液表面 6 a に着液させた後に、単結晶シリコンの径を徐々に絞るネッキング処理 (絞り処理) が施される。図 1 で種結晶 1 の下方の径が細くなっている部分が、ネッキング処理が施されたネッキング部 2 である。

CZ 法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の 1 つに「すべり転位」がある。すべり転位は、1 次元の結晶欠陥であり、種結晶 1 が融液 6 に着液したときの熱応力に起因して発生し、一定の方向に沿って伝播する。

すべり転位が、成長した単結晶シリコンに取り込まれると、この単結晶シリコンに基づき製作される半導体デバイスの品質を低下させることになる。このためすべり転位は、これを除去する必要がある。

本発明者らは、以下に述べるようにシリコン結晶におけるすべり転位発生メ

カニズムを見いだし、すべり転位を除去する方法を発見するに至った。以下図5、図6、図7、図8を併せ参照して説明する。

シリコン原子の結晶の配列構造は立方晶系の構造であり、図5は立方晶系の基本結晶方位を示している。同図に示すように各結晶方位 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 010 \rangle$ 、 $\langle 001 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ は、X-Y-Z座標系の原点を基点とする方位で定義される。同図5に示す斜線が $\{110\}$ 結晶面となる。

図6はシリコン結晶7を斜視図にて示している。同図6に示す矢印10は、 $\{110\}$ 結晶面の法線方向たる $\langle 110 \rangle$ 結晶方位であり、また矢印8は、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向である。

本発明者らは、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8に沿ってすべり転位が伝播することを発見するに至った。

図7、図8は、CZ法を用いて単結晶シリコンを引き上げる際の種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9と、シリコン結晶7の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8との関係を示している。

図7を図面正面から見た方向は、図6の矢視A方向に相当しており、図8を図面正面から見た方向は、図6の矢視B方向に相当している。

図7、図8に示すように、 $\{111\}$ 結晶面稜線方向8が種結晶1の軸方向9と一致するように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10を種結晶1の軸方向9と一致させて種結晶1を引き上げたとすると、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向に沿って伝播するため、すべり転位5を単結晶シリコンから除去することは困難である。種結晶1を融液表面6aに着液させた後に、単結晶シリコンの直径を徐々に絞るネッキング処理を施し、単結晶シリコンの径を相当絞ったとしても、結晶中心部に転位が残存し易く、半導体デバイス不良の要因になる。

そこで図2、図3に示すように、 $\{111\}$ 結晶面稜線方向8が種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9に対して傾斜するように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10を種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9に対して傾斜させて種結晶1を引き上げる。これによりすべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し傾斜して伝播するため、すべり転位5がいずれ単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このためネッキング工程で単結晶シリコンの径を $\langle 100 \rangle$ 軸結晶と同程度に絞れば

、結晶中心部の転位を容易に除去することが可能になる。

ここで、図2、図3はそれぞれ図7、図8に対応する図であり、CZ法を用いて単結晶シリコンを引き上げる際の種結晶1の軸方向（結晶引上げ方向）9と、シリコン結晶7の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10、 $\{111\}$ 結晶面の稜線方向8との関係を示している。図2を図面正面から見た方向は、図6の矢視A方向に相当しており、図3を図面正面から見た方向は、図6の矢視B方向に相当している。

図2と図3とでは、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して傾斜する向きが異なっている。図2は、図6に矢印11で示すように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して傾斜する向きが、 $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{111\}$ 結晶面の向き11になっている場合、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位13を回転軸として回転する向き11になっている場合を示している。

図3は、図6に矢印12で示すように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向に対して傾斜する向きが、 $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{100\}$ 結晶面の向き12である場合、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $\langle 100 \rangle$ 結晶方位14を回転軸として回転する向き12である場合を示している。

以下図2の実施形態について説明する。

（種結晶の準備）

まず、図1に示すように、 $\{111\}$ 結晶面稜線方向8が、軸方向9に対して傾斜するように（図2参照）、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が軸方向9に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜している種結晶1が用意される。この場合、図6に矢印11で示すように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜する向きは、 $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{111\}$ 結晶面の向き11、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位13を回転軸として回転する向き11とされる。

（転位網除去工程）

上記種結晶1をシードチャックに取り付け、種結晶1を多結晶シリコン融液6の表面6aに着液させる。すると着液時の熱ショックによって図2でハッチング

にて示すように転位網が発生する。そこで着液後に、引き上げられる単結晶シリコンの径を徐々に絞り、転位網の転位密度を徐々に減少させる。転位網が除去されたときの単結晶シリコンの直径（以下最小直径）を $d_1$ とする。このように図1に示す転位網除去部3で、転位網が単結晶シリコンから除去される。

（すべり転位除去工程）

転位網除去工程で単結晶シリコンから除去されていない転位が、すべり転位となって単結晶シリコンに残存している。

そこで、つぎに単結晶シリコンの最小直径を $d_1$ に維持しつつ、更に長さ $d_1 / \tan \theta$ だけ単結晶シリコンを成長させる。なお最小直径は概ね $d_1$ に維持されればよい。

ここで前述したように、すべり転位5が単結晶シリコンの軸方向9に対し所定角度 $\theta$ だけ傾斜して伝播するため、長さ $d_1 / \tan \theta$ だけ単結晶シリコンを成長させると、すべり転位5は単結晶シリコンの壁面に到達して消滅する。このように図1に示すすべり転位除去部4で、すべり転位5が単結晶シリコンから除去される。この後は、無転位の単結晶成長工程に移行する。なおすべり転位除去工程では、単結晶シリコンの直径を概ね $d_1$ に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1 / \tan \theta$ だけ単結晶シリコンを成長させればよく、長さ $d_1 / \tan \theta$ よりも長く単結晶シリコンを成長させてもよい。実験では単結晶シリコンの最小直径 $d_1$ を6 mmに絞る程度で、すべり転位の除去が確認された。

以上のようにネッキング工程で、一般的に引き上げられている $\langle 100 \rangle$ 軸結晶の絞り部の直径と同程度に絞ることで、結晶中心部の転位を容易に除去することができる。太い径ですべり転位を除去できたため、大口径、大重量の単結晶シリコンインゴットを容易に引き上げることができる。

単結晶シリコンの最小直径 $d_1$ を6 mm以下にすれば、すべり転位を高い確率で完全に除去できることが確認されている。このように従来、結晶中心部分に残存していたすべり転位を高い確率で、かつ完全に除去することができるため、単結晶取得率が大幅に向上する。従来の単結晶化成功率は10%であったが、本実施形態を適用したところ単結晶化成功率は95%に向上した。

（インゴット製造工程）

すべり転位除去工程に続く工程では、更に種結晶 1 が引き上げられ、図 4 (a) に示す単結晶シリコンインゴット 20 が製造される。すなわち肩作り工程を経てトップ部 22 が形成され、直胴工程を経て直胴部 21 が形成され、テール工程を経てテール部 23 が形成される。

(スライス工程)

つぎに単結晶シリコンインゴット 20 を、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位 10 に対して垂直な方向にスライスして、図 4 (b) に示すように、表面が  $\{110\}$  結晶面となっている単結晶シリコンウェーハ 30、つまり  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が表面の法線方向になっている単結晶シリコンウェーハ 30 ( $\langle 110 \rangle$  軸結晶) が取り出される。

ところで、特に単結晶シリコンインゴット 20 を、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位 10 に対して垂直な方向にスライスしてウェーハ 30 を取り出すと、後段のエピタキシャル成長工程でガスをウェーハ 30 上に導入したとき表面が荒れるおそれがある。そこで、これを避けるために単結晶シリコンインゴット 20 を、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位 10 に対して垂直になる角度から 1 ～ 2 度程度僅かにずらした角度でスライスすることが高品質のウェーハを製作する上で望ましい。なお単結晶シリコンウェーハ上にエピタキシャル層を設けたウェーハを製造する場合に限らず、その他製品の仕様によっては、角度をずらしてスライスすることで高品質のウェーハを製作することができる場合がある。

以上のように取り出された単結晶シリコンウェーハ 30 を用いて半導体デバイスを製造したところ、従来、シリコンウェーハ 30 の面内中央部に残存していたすべり転位が完全に除去されているため、デバイス製作時の歩留まりが大幅に向上した。

つぎに、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位 10 が軸方向 9 に対して傾斜する角度  $\theta$  の望ましい範囲について考察する。

傾斜角度  $\theta$  が小さく浅いと、図 1 に示すすべり転位除去部 4 が長くなる。CZ 炉の高さには制限があることから引き上げられる単結晶シリコンの長さはその分短くなる。また転位除去部 4 が長くなればなる程、製品とはならない部分の引上げに時間を要し生産効率が損なわれる。このため傾斜角度  $\theta$  は、単結晶シリコン

の引上げ工程を考慮すると、大きい程よい。

これに対して傾斜角度 $\theta$ が大きくなればなる程、図4に示すように、有用な単結晶シリコンウェーハ30以外の無駄な部分20a（斜線で示す）が大きくなり、歩留まりが低下する。このため傾斜角度 $\theta$ は、インゴット20をスライスする工程を考慮すると、小さいほどよい。

したがって単結晶シリコンの引上げとインゴット20のスライスの両方を考慮したとき最も望ましい傾斜角度 $\theta$ の範囲が存在し、その範囲は $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であることが実験的に確かめられた。その理由は以下のとおりである。

まず傾斜角度 $\theta$ が $0.6^\circ$ 未満の場合を想定する。種結晶1を融液6に接触させ、径を絞ることによって転位網を除去するには転位網除去部3として長さ100mm程度を要する。転位網除去部3の最小直径d1を3mmとした場合、傾斜角度 $\theta$ が $0.6^\circ$ 未満では、つぎのすべり転位除去部4の長さは、 $d1/\tan \theta = 3/\tan 0.6^\circ$ より、約290mmとなり、290mmを超える。したがって転位網除去部3の長さ100mmと併せてネックング部2全体で390mmを超える絞り長さが必要となる。通常の絞り長さが200mm以内であることから、製造可能な単結晶シリコンの長さが少なくとも190mmを超えて短くなってしまい製造コストの上昇を招く。転位網除去部3で最小直径d1を3mm以下にすれば多少絞り長さを短縮することはできるが、最小直径d1を3mm以下にすると大重量のインゴットを引き上げることができなくなる。したがって傾斜角度 $\theta$ の下限は $0.6^\circ$ とされる。

つぎに傾斜角度 $\theta$ を $10^\circ$ を超えたときを想定する。このような傾斜角度 $\theta$ で製造された単結晶シリコンインゴット20を4つのブロックに切り分けようとする、直径が200mmのシリコンウェーハ30の場合、図4において無駄な部分20aの長さは、 $200 \times \tan 10^\circ \times 4$ で求められ約141mmとなる。これは重量で約10kgに相当する。1つの単結晶シリコンインゴット20で重量10kgは歩留まりロスの限界である。

以上のように傾斜角度 $\theta$ は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$ の範囲であることが望ましい。

つぎに図3に示すように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜する向きが、図6に示す $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{100\}$ 結晶面の向き12である場合、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $\langle 100 \rangle$ 結晶方位14を回転軸として回転する向き12である場合の実施形態について説明する。

(種結晶の準備)

まず、図1に示すように、 $\{111\}$ 結晶面稜線方向8が、軸方向9に対して傾斜するように(図3参照)、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が軸方向9に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜している種結晶1が用意される。この場合、図6に矢印12で示すように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が種結晶1の軸方向9に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜する向きは、 $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{100\}$ 結晶面の向き12、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $\langle 100 \rangle$ 結晶方位14を回転軸として回転する向き12であるとされる。

以下の(転位網除去工程)、(すべり転位除去工程)、(インゴット製造工程)、(スライス工程)は、図2に示す実施形態と同様であるので説明を省略する。本実施形態においても、図2に示す実施形態と同様の効果が得られる。

ただし図2に示す実施形態がオリエンテーションフラットやノッチ加工を施す上で望ましい。その理由を以下説明する。

半導体素子用結晶には、特定の結晶方位を表すオリエンテーションフラットやノッチを加工する必要がある。これらオリエンテーションフラットやノッチは、ウェーハ状に加工した結晶についてその結晶方位を示す印となり、半導体素子製造時の基準として使用される。

通常、これらオリエンテーションフラットやノッチは、スライスしてウェーハ状に加工する前のインゴット20の状態で行われ、大抵の場合、これを行う加工機には、結晶の外周部の凹凸を除去する機構、結晶方位を検出する機構、検出された方位に基づいてオリエンテーションフラットやノッチを加工する機構が備えられている。

結晶方位を検出する方法としては、X線回折法が主流である。X線回折法によって結晶方位を検出する場合、 $\{110\}$ 面と平行な $\{220\}$ 面を回折面とし

て使用するのが一般的である。これは $\langle 110 \rangle$ 軸結晶以外の $\langle 100 \rangle$ 軸結晶や $\langle 111 \rangle$ 軸結晶でも同じである。

X線回折法は、結晶にX線を照射させながら、結晶引上げ軸を回転中心として結晶を回転させ、X線の回折ピークを検出することで $\{220\}$ 面を検出する、という手順で行われる。このとき $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が隣接する $\{111\}$ 結晶面の向きに傾斜されていると、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10が、その $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある別の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位13を回転軸として回転する向きに傾斜されていると、結晶方位を検出する際にX線の回折面として使用する $\{220\}$ 面は、他の $\langle 100 \rangle$ 軸結晶や $\langle 111 \rangle$ 軸結晶における $\{220\}$ 面と平行な位置関係になるので、他の $\langle 100 \rangle$ 軸結晶や $\langle 111 \rangle$ 軸結晶で使用されている通常の加工装置をそのまま共用することができる。

これに対して上記向き以外に $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10を傾斜させた場合、たとえば図3の実施形態のように、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10を、 $\{110\}$ 結晶面に隣接する $\{100\}$ 結晶面の向き、つまり $\langle 110 \rangle$ 結晶方位10に対して垂直な位置関係にある $\langle 100 \rangle$ 結晶方位14を回転軸として回転する向きに傾斜させた場合には、そのときの $\{220\}$ 面は他の $\langle 100 \rangle$ 軸結晶や $\langle 111 \rangle$ 軸結晶面における $\{220\}$ 面とは平行関係にならなくなる。平行関係にないということは、X線の回折方向が両者で異なることを意味する。したがってX線回折装置の位置を変更したり、複数台のX線回折装置を用意したり、専用の加工機そのものを別途用意したりするなどの対処が必要となり、製造コストが上昇する。

以上のような理由からオリエンテーションフラットやノッチの加工に要するコストを抑える点で、図2の実施形態が望ましい。

上述した実施形態には、種々の変形が可能であり、以下に述べる技術を上述した実施形態に更に適用してもよい。

#### (種結晶の予熱)

種結晶1が融液6に着液するときには発生する熱応力に起因してすべり転位が発生することから、着液時の熱応力を低くすれば、すべり転位が種結晶1中に導入されない方向に向かう。

そこで、着液前の種結晶 1 の先端の温度と融液 6 との温度差  $\Delta T$  が縮小されるように、種結晶 1 を着液前に予熱する。これにより種結晶 1 が融液 6 に着液したときに発生する熱応力が低くなり、融液 6 に接触することで接触界面から下方向へ発生する転位密度が、予熱しない場合よりも低くなる。この結果すべり転位の種結晶 1 への導入を、予熱しない場合と比較して抑制することができる。また予熱しない場合と比較してすべり転位の導入が抑えられるので、その分転位網除去部 3 の最小直径  $d_1$  を、太くすることができる。実験では、種結晶 1 を予熱しておけば、最小直径  $d_1$  を 8 mm まで太くしたとしても、すべり転位 5 を完全に除去できることが確認された。

(種結晶に不純物添加)

文献「K. Hoshikawa, X. Huang, T. Taishi, et. al., "Dislocation-Free Czochralski Silicon Crystal Growth without the Dislocation-Elimination-Necking Process", Jpn. J. Appl. Phys. vol. 38(1999)pp. L1369-L1371」によれば、「育成される結晶に転位を導入しない条件として、シード中に必要なボロン (B) の濃度は  $1E18atoms/cm^3$  以上である」という実験結果が開示されている。

そこで、種結晶 1 に不純物としてボロン (B) を添加し、望ましくはその不純物濃度を  $1E18atoms/cm^3$  以上にする。これによりすべり転位の種結晶 1 中への導入が抑制される。また不純物を添加しない場合と比較してすべり転位の導入が抑えられるので、その分転位網除去部 3 の最小直径  $d_1$  を、太くすることができる。

なお不純物としてはボロン (B) 以外に、ゲルマニウム (Ge)、インジウム (In) を種結晶 1 に添加する実施も可能である。

なおまた上述した (種結晶の予熱)、(種結晶に不純物添加) という技術を、傾斜角度  $\theta$  が零の場合に適用してもよい。すなわち表面が  $\{110\}$  結晶面となる ( $\langle 110 \rangle$  結晶方位が表面法線方向となる) 単結晶シリコンウェーハ 30 を製造するに際して、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位が軸方向 9 と一致している (傾斜角度  $\theta$  が零の) 種結晶 1 を用い、この種結晶 1 に、上述したように着液前に予熱を施すか、不純物を添加する実施も可能である。

## 請求の範囲

1. 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることで、  
により単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

<110>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して傾斜された状態で当該種結晶を引き上げることで

を特徴とする単結晶シリコンの製造方法。

2. 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることで、  
により単結晶シリコンを製造する単結晶シリコンの製造方法において、

<110>結晶方位が軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径 $d_1$ まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね $d_1$ に維持しつつ、少なくとも長さ $d_1/\tan\theta$ だけ更に成長させるすべり転位除去工程と

を含むこと

を特徴とする単結晶シリコンの製造方法。

3. <110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲1記載の単結晶シリコンの製造方法。

4. <110>結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その<110>結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の<110>結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲2記載の単結晶シリコンの製造方法。

5. 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることで、  
により単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェーハの製造方法において、

<110>結晶方位が前記種結晶の軸方向に対して所定角度 $\theta$ だけ傾斜された

状態で当該種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットに成長させる引上げ工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする単結晶シリコンウェーハの製造方法。

6. 種結晶を融液に浸漬させ、前記種結晶をその軸方向に沿って引き上げることにより単結晶シリコンインゴットに成長させ、この単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより単結晶シリコンウェーハを製造する単結晶シリコンウェーハの製造方法において、

$\langle 110 \rangle$ 結晶方位が軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜された種結晶を用意し、

前記種結晶が前記融液に着液された後に、単結晶シリコンを直径  $d_1$  まで徐々に絞る転位網除去工程と、

単結晶シリコンの直径を概ね  $d_1$  に維持しつつ、少なくとも長さ  $d_1 / \tan \theta$  だけ更に成長させるすべり転位除去工程と、

更に前記種結晶を引き上げ単結晶シリコンインゴットを製造するインゴット製造工程と、

前記単結晶シリコンインゴットを、 $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向にスライスして単結晶シリコンウェーハを取り出すスライス工程と

を含むことを特徴とする単結晶シリコンウェーハの製造方法。

7.  $\langle 110 \rangle$ 結晶方位が種結晶の軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜する向きは、その $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲5記載の単結晶シリコンウェーハの製造方法。

8.  $\langle 110 \rangle$ 結晶方位が種結晶の軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜する向きは、その $\langle 110 \rangle$ 結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の $\langle 110 \rangle$ 結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲 6 記載の単結晶シリコンウェーハの製造方法。

9.  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する所定角度  $\theta$  は、 $0.$

$6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  の範囲であること

を特徴とする請求の範囲 5 記載の単結晶シリコンウェーハの製造方法。

10.  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する所定角度  $\theta$  は、 $0.$

$6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  の範囲であること

を特徴とする請求の範囲 6 記載の単結晶シリコンウェーハの製造方法。

11. CZ 法で単結晶シリコンを製造するに際して使用される単結晶シリコン製造用種結晶であって、

$\langle 110 \rangle$  結晶方位が軸方向に対して傾斜してなること

を特徴とする単結晶シリコン製造用種結晶。

12.  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が種結晶の軸方向に対して傾斜する向きは、その  $\langle 1$

$10 \rangle$  結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の  $\langle 110 \rangle$  結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲 11 記載の単結晶シリコン製造用種結晶。

13. CZ 法により製造された単結晶シリコンインゴットであって、

$\langle 110 \rangle$  結晶方位が軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜してなること

を特徴とする単結晶シリコンインゴット。

14.  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜する向きは、その  $\langle 110 \rangle$  結晶方位に対して垂直な位置関係にある別の  $\langle 110 \rangle$  結晶方位を回転軸として回転する向きであること

を特徴とする請求の範囲 13 記載の単結晶シリコンインゴット。

15.  $\langle 110 \rangle$  結晶方位が単結晶シリコンインゴットの軸方向に対して傾斜する所定角度  $\theta$  は、 $0.6^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  の範囲であること

を特徴とする請求の範囲 13 記載の単結晶シリコンインゴット。

16. CZ 法により製造された単結晶シリコンインゴットをスライスすることにより取り出された単結晶シリコンウェーハであって、

$\langle 110 \rangle$  結晶方位が軸方向に対して所定角度  $\theta$  だけ傾斜された単結晶シリコンインゴットを、 $\langle 110 \rangle$  結晶方位に対して垂直な方向または略垂直な方向に

スライスして取り出されてなること  
を特徴とする単結晶シリコンウェーハ。

FIG. 1

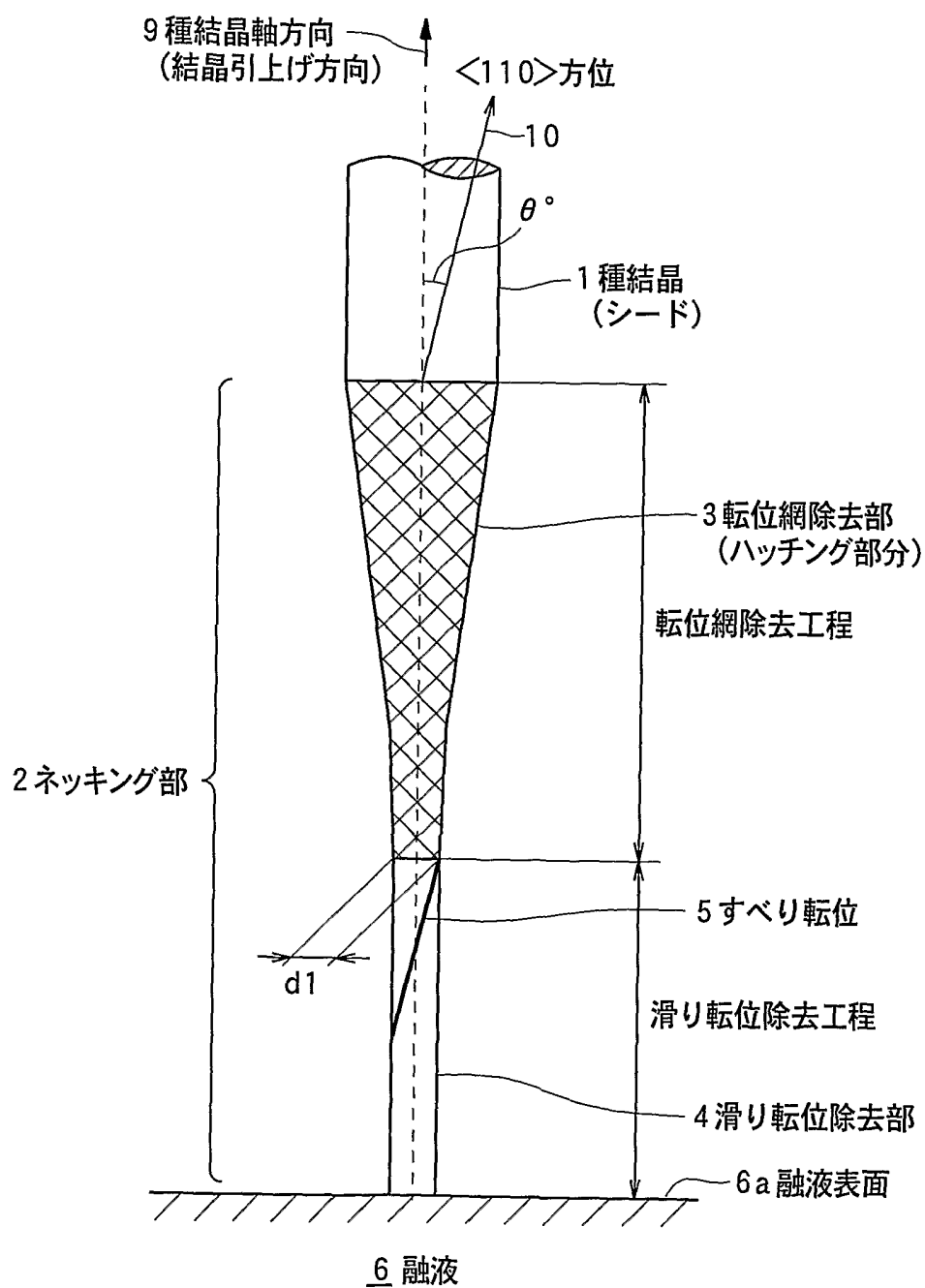


FIG. 2

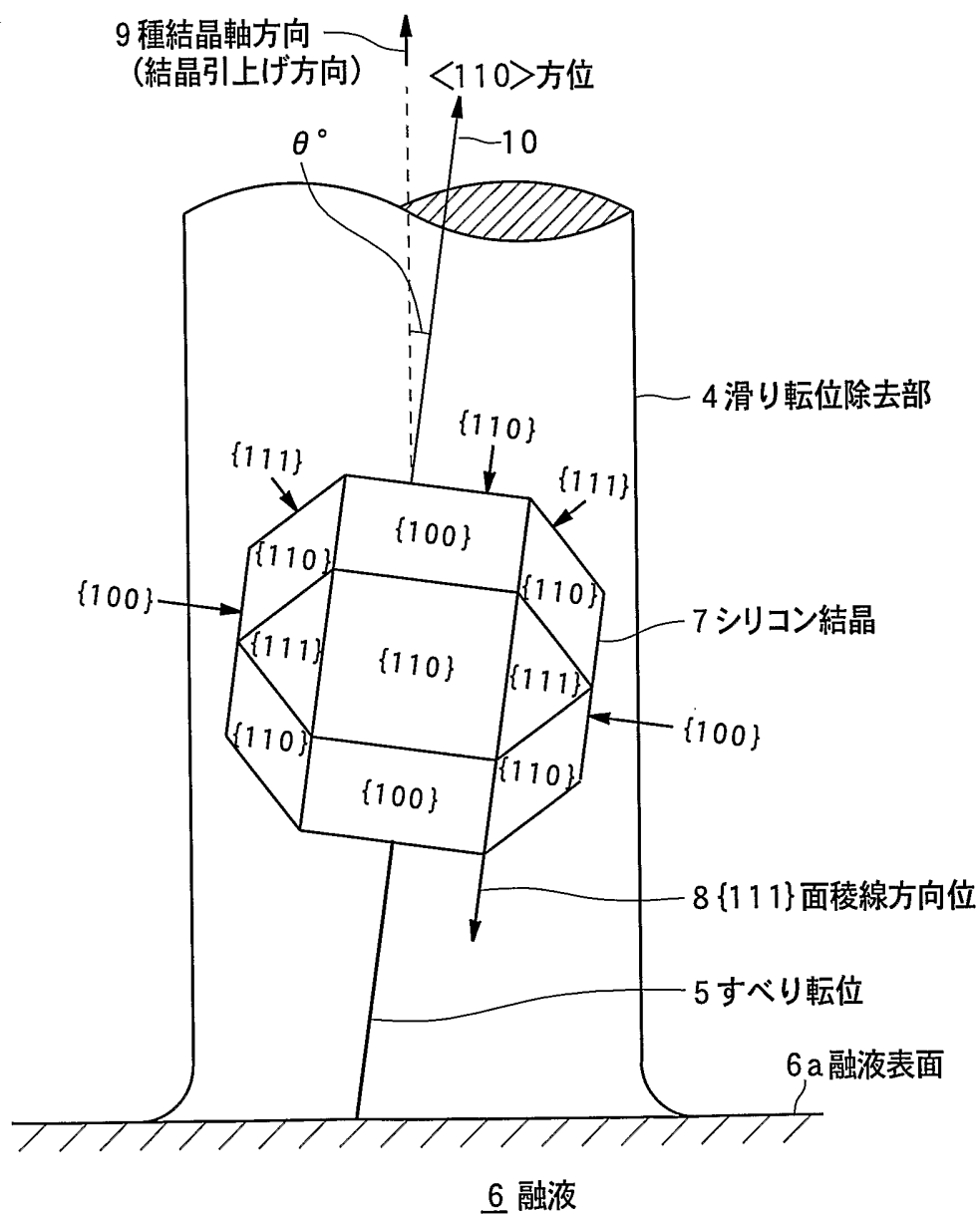
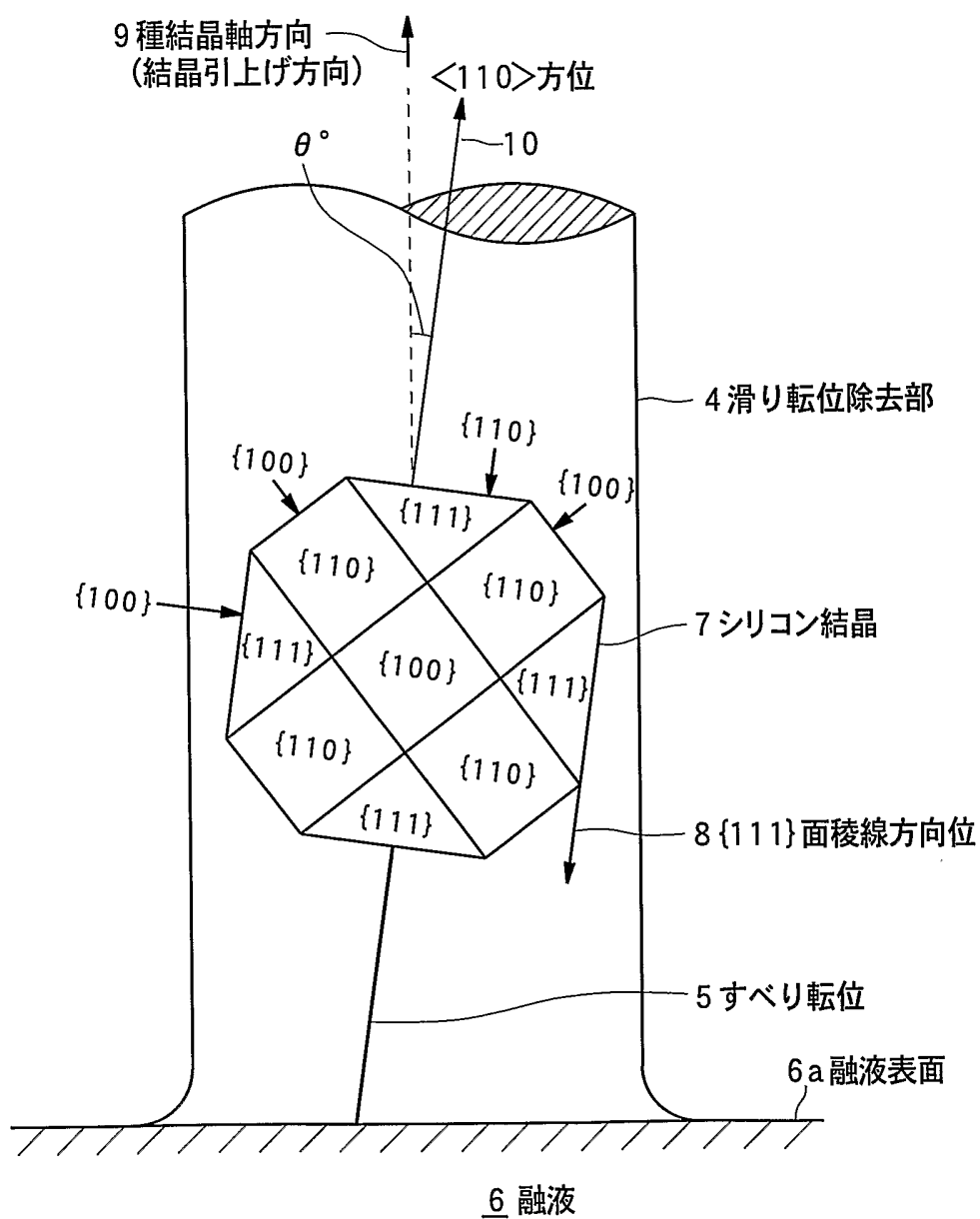


FIG. 3



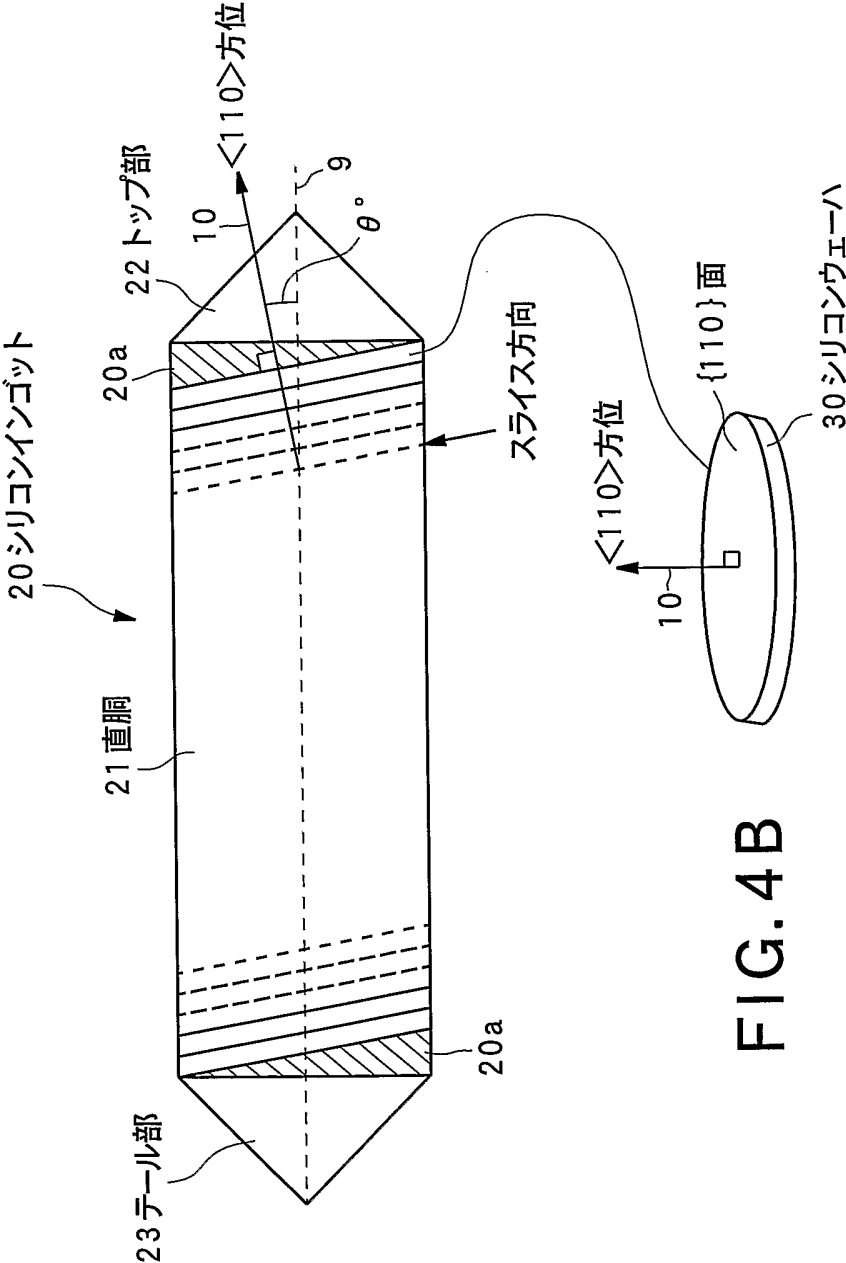


FIG. 4A

FIG. 4B

FIG. 5

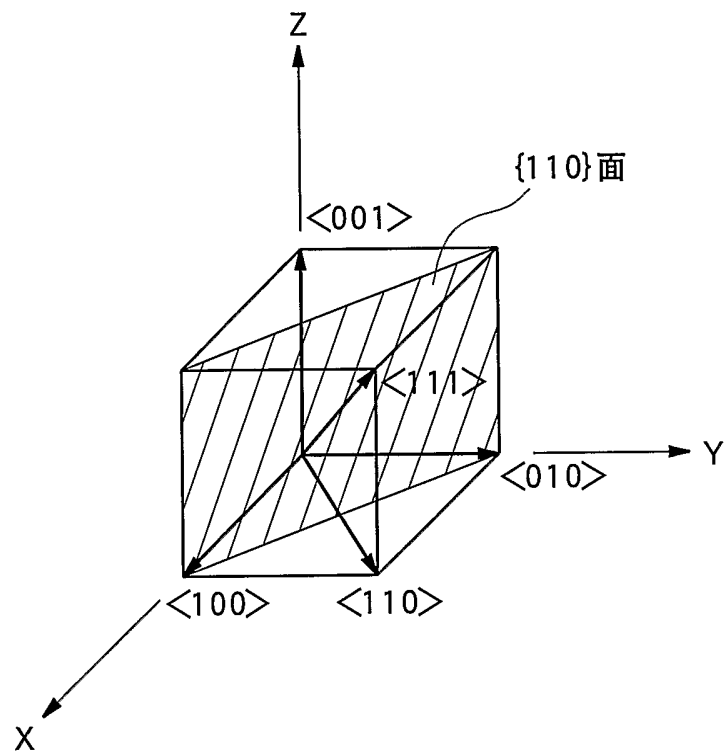


FIG. 6

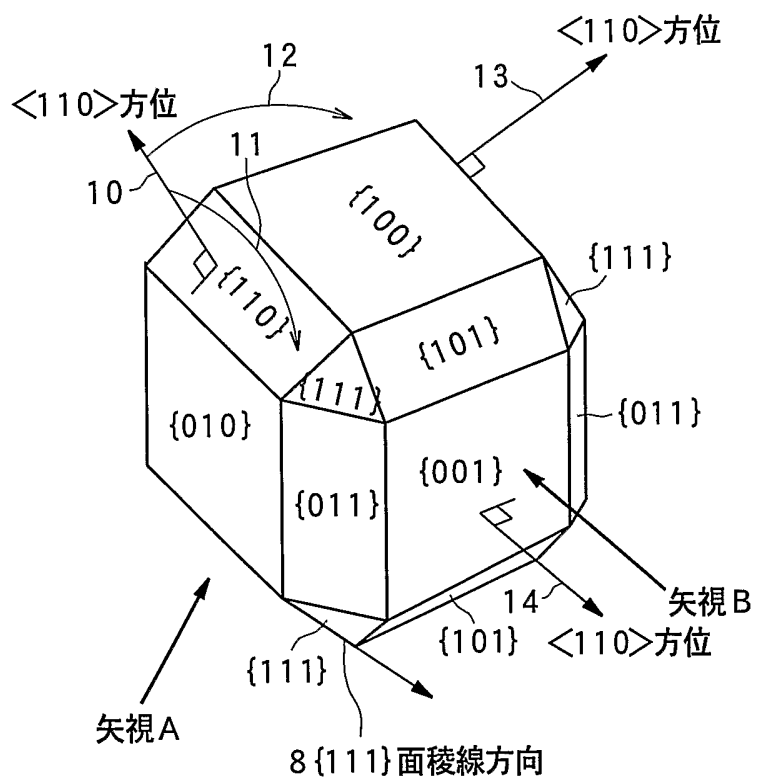


FIG. 7

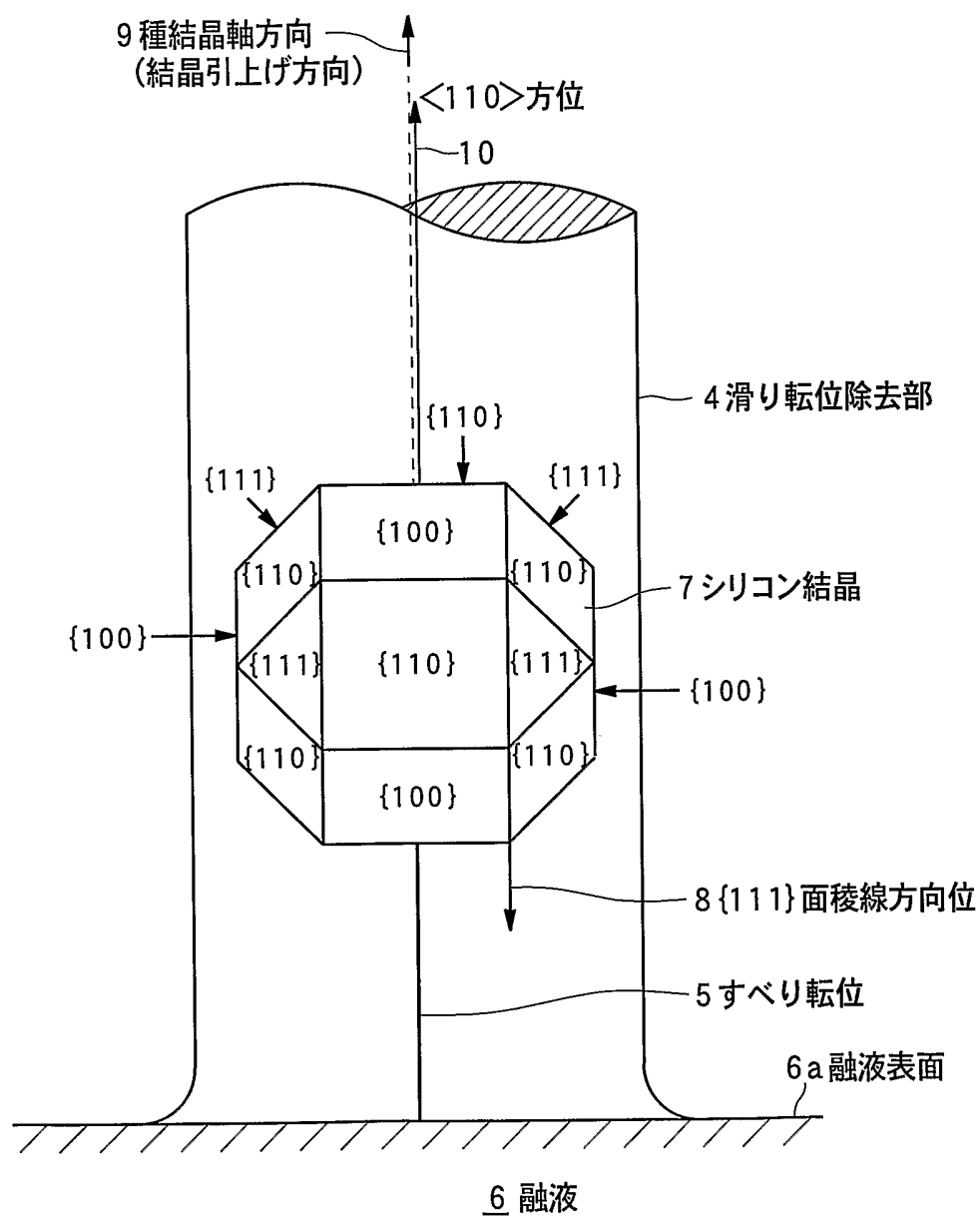
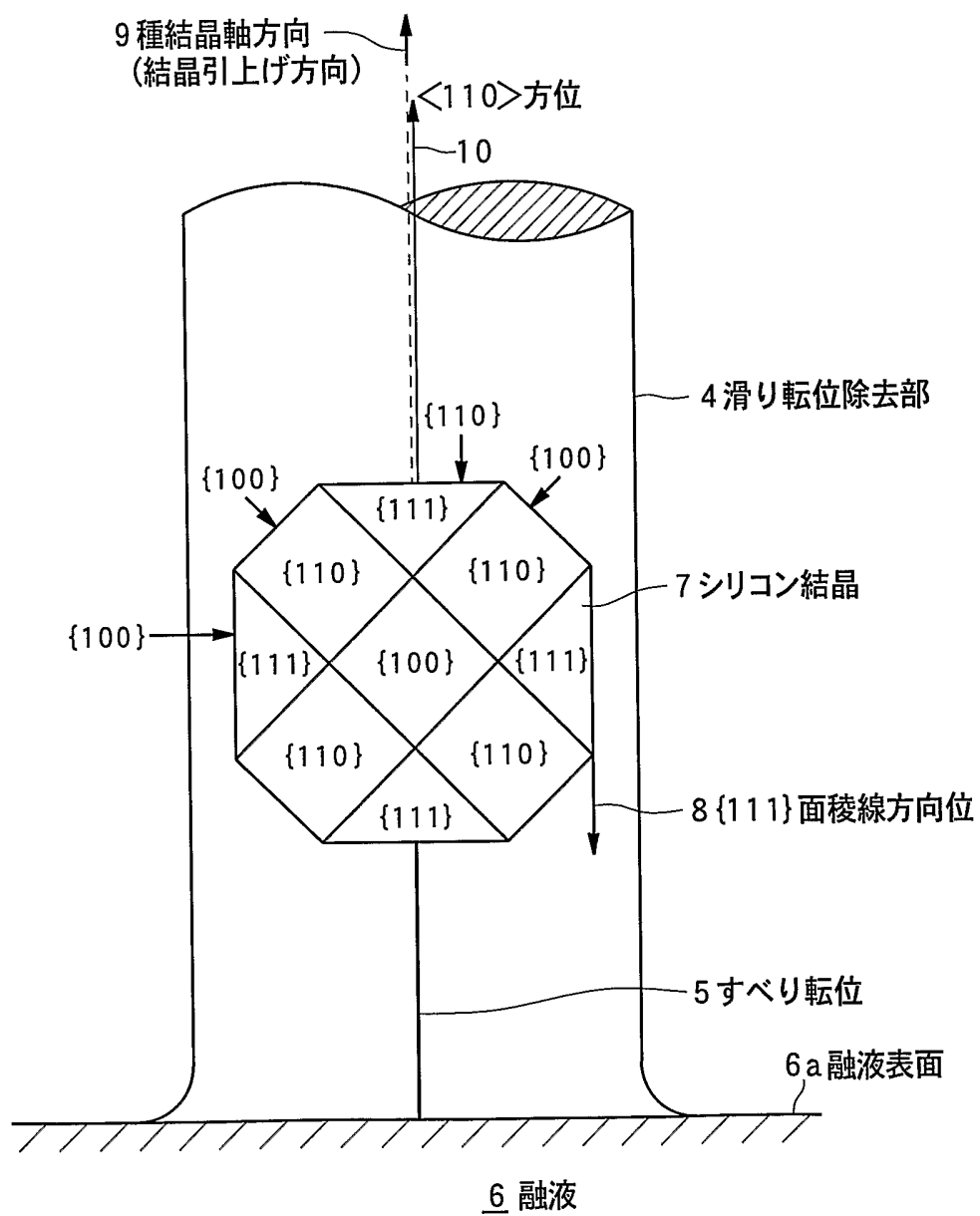


FIG. 8



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/04868

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06

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<sup>7</sup> C30B1/00-35/00

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

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

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. |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | US 5911823 A (KOMATSU ELECTRONICS METALS CO., LTD.),<br>15 June, 1999 (15.06.99),<br>Claims 1 to 10; Fig. 1<br>& JP 9-165298 A  | 1-16                  |
| Y         | JP 63-123893 A (Mitsubishi Metal Corp. et al.),<br>27 May, 1988 (27.05.88),<br>Claims 1 to 2<br>(Family: none)                  | 1-16                  |
| Y         | JP 3-80184 A (NEC Corp.),<br>04 April, 1991 (04.04.91),<br>Claim 2; page 2, lower left column, lines 15 to 17<br>(Family: none) | 2, 4, 6, 8, 10        |

☐ 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 document 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

09 May, 2003 (09.05.03)

Date of mailing of the international search report

20 May, 2003 (20.05.03)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |                                                                                                     |                                                                                               |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))<br>Int. Cl. <sup>7</sup> C30B29/06                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                     |                                                                                               |
| B. 調査を行った分野<br>調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))<br>Int. Cl. <sup>7</sup> C30B1/00-35/00                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                                                                     |                                                                                               |
| 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<br>日本国実用新案公報 1926-1996年<br>日本国公開実用新案公報 1971-2003年<br>日本国登録実用新案公報 1994-2003年<br>日本国実用新案登録公報 1996-2003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<br>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<br>請求の範囲の番号                                                                              |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | US 5911823 A (KOMATSU ELECTRONICS METALS CO. LTD.) 1999.06.15<br>Claims 1-10, FIG.1 & JP 9-165298 A | 1-16                                                                                          |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | JP 63-123893 A (三菱金属株式会社 外1名) 1988.05.27<br>請求項1-2 (ファミリーなし)                                        | 1-16                                                                                          |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | JP 3-80184 A (日本電気株式会社) 1991.04.04<br>請求項2, 第2頁左下欄第15-17行 (ファミリーなし)                                 | 2, 4, 6, 8, 10                                                                                |
| <input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> 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<br>「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<br>「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<br>「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)<br>「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献<br>「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献<br>「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<br>「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<br>「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<br>「&」 同一パテントファミリー文献 |                                                                                                     |                                                                                               |
| 国際調査を完了した日<br>09.05.03                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 国際調査報告の発送日<br>20.05.03                                                                              |                                                                                               |
| 国際調査機関の名称及びあて先<br>日本国特許庁 (ISA/JP)<br>郵便番号100-8915<br>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)<br>横山 敏志<br>電話番号 03-3581-1101 内線 3416                                              |  4G 2927 |