

(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
2017年1月5日(05.01.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/002457 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01) C30B 15/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/063972
- (22) 国際出願日: 2016年5月11日(11.05.2016)
- (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 2015-133184 2015年7月2日(02.07.2015) JP
- (71) 出願人: 株式会社 S U M C O (SUMCO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 琴岡 敏朗 (KOTOOKA, Toshiro); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 須田 正義 (SUDA, Masayoshi); 〒1710014 東京都豊島区池袋2-13-2 金子園ビル6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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, 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).

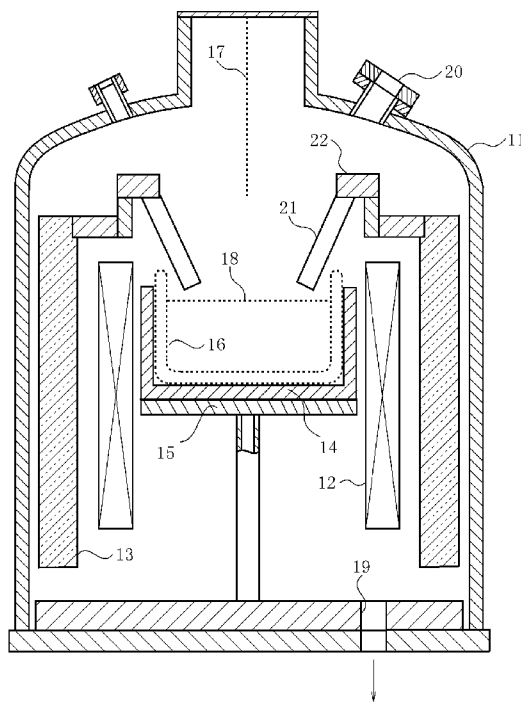
添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: METHOD FOR REGENERATING MEMBER WITHIN SILICON SINGLE CRYSTAL PULLING APPARATUS

(54) 発明の名称: シリコン単結晶引上げ装置内の部材の再生方法

10



(57) Abstract: In a regeneration method according to the present invention, a member, to the surface of which silicon or the like adheres, is subjected to a heat treatment for at least two hours in an inert gas atmosphere at a pressure of 2.67 kPa or less so that the surface of the member is at a temperature at which SiO_x and/or silicon metal adhering to the surface starts to sublime or higher but less than a temperature at which the member starts thermal deformation and/or thermal alteration, thereby removing silicon or the like adhering to the surface of the member by means of sublimation.

(57) 要約: 本発明の再生方法では、シリコン等が表面に付着した部材を不活性ガス雰囲気下、2.67 kPa以下の圧力下、前記部材の表面温度が表面に付着した前記SiO_x及び/又は金属シリコンの昇華を開始する温度以上でかつ前記部材が熱変形及び/又は熱変質を開始する温度未満の温度で少なくとも2時間熱処理して前記部材の表面に付着したシリコン等を昇華し除去する。

WO 2017/002457 A1

明 細 書

発明の名称：シリコン単結晶引上げ装置内の部材の再生方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン単結晶引上げ装置内に設けられた表面に SiO_x 及び／又は金属シリコンが付着した部材から SiO_x 及び／又は金属シリコンを除去して部材を再生する方法に関する。なお、本国際出願は、2015年7月2日に出願した日本国特許出願第133184号（特願2015-133184）に基づく優先権を主張するものであり、特願2015-133184の全内容を本国際出願に援用する。

背景技術

[0002] 従来、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を引上げる装置内では、シリコン融液表面から SiO 、 SiO_2 等の SiO_x 及び／又は金属シリコン（以下、単に「シリコン等」という。）が蒸発し、このシリコン等は引上げ装置内に設けられた熱遮蔽部材、整流筒等の各種部材表面に付着し、徐々に固化していく。こうして付着し固化したシリコン等は、引上げ装置内を流れる不活性ガス流速の変化や、シリコン等が付着した部材の熱膨張の変化などによって部材表面から剥離し、シリコン融液に落下する場合があった。落下したシリコン等はシリコン融液の不純物となり、引上げられるシリコン単結晶の結晶化を阻害する要因になっていた。引上げ装置内に設けられた整流筒が石英製である場合、整流筒の石英表面にシリコン等が付着し、徐々に茶色に変色していった。石英製の整流筒を通して炉内の観察を行っている場合には、シリコン等の付着により、炉内観察ができなくなる不具合を生じていた。

[0003] この問題を解決するため、ブラシにより熱遮蔽部材、整流筒等の部材を清掃して、部材表面に付着したシリコン等を除去をしていたが、シリコン等を完全に除去することができなかった。そのため、シリコン等が付着した黒鉛部材である熱遮蔽部材をシリコン単結晶引上げ装置の外部で化学洗浄により除去し、再生利用し、この再生を適切な周期で行うことによりシリコン単結

晶棒の品質のばらつきを抑える、単結晶引き上げ装置の熱遮蔽部材の再生方法が開示されている（例えば、特許文献1参照。）。この再生方法では、引き上げ中にシリコン等が付着した熱遮蔽部材をシリコン単結晶引き上げ装置の外部へ取出し、フッ酸と硝酸の混酸を貯えた薬液槽、純水を貯えたリンス槽内で SiO_x の付着物を洗浄除去して熱遮蔽部材を再生している。

[0004] 一方、表面に被覆されている SiC を均一に除去でき、半導体製造工程における単結晶引き上げ用部材や、 Si ウェハーのエピタキシャル成長用サセプター等に用いられ、ライフエンドとなった SiC 被覆黒鉛部材の再生方法が開示されている（例えば、特許文献2参照。）。この再生方法では、 SiC 被覆黒鉛部材の基材表面に被覆された SiC を、 1700°C 以上で、 1.33 kPa 以下の圧力下、又は、不活性ガス雰囲気下、又は、 1.33 kPa 以下の圧力下の不活性ガス雰囲気下で熱処理して昇華させて除去した後、この基材に、 CVD 法により SiC を被覆して SiC 被覆黒鉛部材として再利用している。そして、この特許文献2には、半導体製造工程に使用されたエピタキシャル成長用サセプターの SiC の表面に金属シリコンが付着した場合には、上記熱処理時に、金属シリコンを SiC とともに除去するか、上記熱処理前に、金属シリコンはフッ硝酸溶液で溶解させるか、或いは、研削砥石で機械的に除去してもよいことが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2001-010895号公報（要約、図1）

特許文献2：特開2002-037684号公報（要約、段落[0009]）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、特許文献1の化学洗浄によるエッチング処理方法で黒鉛部材である熱遮蔽部材を再生する場合、薬液洗浄に4～5日、純水洗浄に4～5日、乾燥に4～5日かかり、再生処理が完了するまで2週間程度を必要と

し、シリコン等が付着した熱遮蔽部材を効率良く再生することができなかった。またこのエッチング再生方法では、完全にシリコン等を取除くことが困難であるうえ、70回程度再生すると、熱遮蔽部材としての再利用ができなかった。また特許文献1の化学洗浄によるエッチング処理方法で石英部材である整流筒を再生する場合、薬液洗浄し、純水洗浄し、乾燥した後、焼き上げるまでのサイクルタイムが最短でも2～3日を必要とし、シリコン等が付着した熱遮蔽部材を効率良く再生することができなかった。また整流筒をエッチングして再生する場合、エッチングにより整流筒の肉厚が減少するため、100回程度再生すると、減肉により整流筒が所定の厚さを満たさなくなり、ライフエンドを迎えていた。

[0007] また熱遮蔽部材が黒鉛基材の表面にSiCが被覆されている部材である場合、このエッチング再生方法では、黒鉛基材とSiC被覆の間に薬液が染み込んでSiC被覆が剥がれる問題点があった。更に黒鉛部材が炭素繊維を編んだ炭素繊維強化炭素複合材料（以下、「CCコンポジット材」という。）である場合、薬液洗浄時に薬液が炭素繊維間に吸収され、乾燥に時間を要しかつ薬液が炭素繊維間に残留するおそれがあった。

[0008] 特許文献2のSiC被覆黒鉛部材の再生方法では、SiCの表面に金属シリコンが付着した場合で、熱処理時に、金属シリコンをSiCとともに除去するときには、SiCを基材表面に再度被覆する必要がある、再生に多くの時間を要した。また熱処理前に金属シリコンはフッ硝酸溶液で溶解させるときには、特許文献1の再生方法と同様の問題点があった。また金属シリコンを研削砥石で機械的に除去するときには、SiC被覆黒鉛部材の肉厚が薄くなるか、部材表面を疵付けるおそれがあった。

[0009] 本発明の第1の目的は、上記課題を解決するもので、シリコン単結晶引上げ装置内のシリコン等が付着する全ての部材に適用でき、再生に要する時間を短くして、部材の肉厚を薄くせず、部材表面を劣化又は疵付けるおそれなく、シリコン等を完全に昇華し除去して、シリコン単結晶引上げ装置内の部材を再生する方法を提供することにある。本発明の第2の目的は、シリコ

ン単結晶引上げ装置内の部材の使用可能期間を大幅に伸ばし、引上げるシリコン単結晶の単結晶化率を向上させ、この単結晶のライフタイムの品質を維持又は改善するシリコン単結晶引上げ装置内の部材の再生方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0010] 本発明の第1の観点は、シリコン単結晶引上げ装置内に設けられる部材の表面に付着した SiO_x 及び／又は金属シリコン（シリコン等）を除去して前記部材を再生する方法において、前記シリコン等が表面に付着した部材を不活性ガス雰囲気下、 2.67 kPa 以下の圧力下、前記部材の表面温度が表面に付着した前記 SiO_x 及び／又は金属シリコンの昇華を開始する温度以上でかつ前記部材が熱変形及び／又は熱変質を開始する温度未満の温度で少なくとも2時間熱処理して前記部材の表面に付着した SiO_x 及び／又は金属シリコンを昇華し除去することを特徴とする。
- [0011] 本発明の第2の観点は、第1の観点に基づく発明であって、前記熱処理した後に、前記熱処理温度から $3\sim 15^\circ\text{C}$ /分の速度で室温まで冷却することを特徴とする。
- [0012] 本発明の第3の観点は、第1又は第2の観点の発明であって、前記部材が黒鉛部材であって、前記熱処理温度が少なくとも 1700°C であることを特徴とする。
- [0013] 本発明の第4の観点は、第3の観点の発明であって、前記黒鉛部材が SiC 被覆処理された黒鉛部材であって、前記熱処理温度が 1700°C 以上 2500°C 以下であることを特徴とする。
- [0014] 本発明の第5の観点は、第3の観点の発明であって、前記黒鉛部材が炭素膜により被覆処理された黒鉛部材であって、前記熱処理温度が 1700°C 以上 2500°C 以下であることを特徴とする。
- [0015] 本発明の第6の観点は、第3ないし第5の観点のうち、いずれか1つ観点に基づく発明であって、前記黒鉛部材が熱遮蔽部材であることを特徴とする。

[0016] 本発明の第7の観点は、第1又は第2の観点の発明であって、前記部材が石英部材であって、前記熱処理温度が1400℃以上1700℃以下であることを特徴とする。

[0017] 本発明の第8の観点は、第7の観点の発明であって、前記石英部材が整流筒であることを特徴とする。

[0018] 本発明の第9の観点は、第1ないし第8の観点のうち、いずれか1つの観点の方法で再生されたシリコン単結晶引上げ装置内に設けられる部材である。

[0019] 本発明の第10の観点は、第1ないし第8の観点のうち、いずれか1つの観点の方法で再生された部材を用いて、シリコン単結晶を製造する方法である。

発明の効果

[0020] 本発明の第1の観点の再生方法では、特許文献1の再生方法と異なり、薬液を用いず、熱処理でシリコン等を完全に昇華し除去するため、シリコン単結晶引上げ装置内のシリコン等が付着する全ての部材に適用できる。また特許文献1及び2の再生方法と異なり、薬液の使用や再度のCVDによるSiCの被覆を行わないため、再生に要する時間を短くすることができる。また特許文献1又は2の再生方法のように、薬液の使用により、或いは研削砥石によりシリコン等を除去しないため、部材の肉厚を薄くせず、部材表面を劣化又は疵付けるおそれがない。またシリコン単結晶引上げ装置内の部材の使用可能期間を大幅に伸ばし、引上げるシリコン単結晶の単結晶化率を向上させ、この単結晶のライフタイムの品質を維持又は改善することができる。

[0021] 本発明の第2の観点の再生方法では、前記熱処理した後に、熱処理温度から3～15℃/分の速度で室温まで急冷することにより、部材の熱膨張率とシリコン等の熱膨張率の差を利用して、シリコン等を部材から容易に剥離させ除去することができる。

[0022] 本発明の第3の観点の再生方法では、部材が黒鉛部材であるときには、再生熱処理温度を少なくとも1700℃にすることにより、黒鉛部材を再生す

ることができる。

[0023] 本発明の第4の観点の再生方法では、黒鉛部材がSiC被覆処理された黒鉛部材であるときには、再生熱処理温度の上限値を2500℃にすることにより、黒鉛部材を被覆しているSiCを昇華させずに黒鉛部材を再生することができる。

[0024] 本発明の第5の観点の再生方法では、黒鉛部材が炭素膜により被覆処理された黒鉛部材であるときには、再生熱処理温度の上限値を2500℃にすることにより、黒鉛部材を被覆している炭素膜を昇華させずに黒鉛部材を再生することができる。

[0025] 本発明の第6の観点の再生方法では、黒鉛部材がシリコン融液から蒸発物が比較的多く付着する熱遮蔽部材であるため、再生による経済的効果が高い。

[0026] 本発明の第7の観点の再生方法では、部材が石英部材であるときには、再生熱処理温度の上限値を1700℃にすることにより、石英部材の熱変形及び／又は熱変質を生じさせずに石英部材を再生することができる。

[0027] 本発明の第8の観点の再生方法では、石英部材がシリコン融液から蒸発物が比較的多く付着する整流筒であるため、再生による経済的効果が高い。

[0028] 本発明の第9の観点の再生されたシリコン単結晶引上げ装置内に設けられる部材は、シリコン融液にシリコン等を落下させるおそれがなく、引上げるシリコン単結晶の単結晶化率を向上させ、この単結晶のライフタイムの品質を維持又は改善することができる。

[0029] 本発明の第10の観点の再生された部材を用いてシリコン単結晶を製造する方法は、引上げるシリコン単結晶の単結晶化率を向上させ、この単結晶のライフタイムの品質を維持又は改善することができる。

図面の簡単な説明

[0030] [図1]本発明の第1の実施形態に係る部材を再生する装置の構成図である。

[図2]本発明の第2の実施形態に係る部材を再生する装置の構成図である。

発明を実施するための形態

[0031] 次に本発明を実施するための形態を図面を参照して説明する。

[0032] <第1の実施形態>

図1は、本発明の第1の実施形態に係るシリコン単結晶引上げ装置内の部材である熱遮蔽部材を再生する装置の構成図である。この再生装置は、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を引上げる装置を利用している。この実施の形態では、再生装置10は、チャンバ11と、ヒータ12と、断熱体13と、黒鉛坩堝14、坩堝受け15を備える。この再生装置10では、シリコン単結晶引上げ時に使用する石英坩堝16及び引上げワイヤ17は外してあるため、石英坩堝16、引上げワイヤ17及び石英坩堝16内に貯えるシリコン融液18はそれぞれ破線で示している。

[0033] チャンバ11は、上部は径が小さく下部は径が大きな外部雰囲気から密閉された容器であり、径の大きな下部には、ヒータ12、断熱体13、黒鉛坩堝14、坩堝受け15等が収容されている。チャンバ11の上部には、チャンバ内部に不活性ガスを導入する図示しない不活性ガス導入部が設けられる。また、チャンバ11の下部には不活性ガスの排出口19が設けられ、図示しない排気管路を介して真空ポンプに接続される。また、チャンバ11の径の小さい上部と径の大きい下部との間に位置する肩部には、覗き窓20が設けられる。この覗き窓20は、シリコン単結晶引上げ時には、シリコン単結晶の絞り工程におけるシリコンの径を測定するため使用されるが、この実施の形態では、再生熱処理時の熱遮蔽部材21の表面を観察するのに使用される。

[0034] この実施の形態では、再生を必要とする部材は黒鉛部材である熱遮蔽部材21である。この熱遮蔽部材21はチャンバ11内の断熱材13の上部に設けられた支持部材22に取付けられる。この熱遮蔽部材21としては、基材が黒鉛製でその表面にSiC被覆がなされた部材、基材が黒鉛製でその表面に炭素(C)膜が被覆された部材又は基材が黒鉛製でその表面にSiCも炭素膜も被覆されていない部材が例示される。熱遮蔽部材21は、シリコン単結晶を引上げる際に、単結晶が石英坩堝16内のシリコン融液18から受け

る輻射熱を抑制するために設けられ、下方に向けて径が狭まるテーパ形状を有し、その下端部は、シリコン単結晶の引上げ時において、シリコン融液表面の近傍に延びる。このため、熱遮蔽部材 21 はシリコン融液 18 からの蒸発物であるシリコン等が比較的多く付着する。

[0035] 次に、この再生装置 10 を用いて、シリコン等が付着し固化した熱遮蔽部材 21 を再生する方法を説明する。まず上述したように、支持部材 22 にシリコン等が付着し固化した熱遮蔽部材 21 を取付ける。次いで、図示しない不活性ガス導入部から不活性ガスをチャンバ 11 内に導入するとともに、図示しない真空ポンプを作動してチャンバ 11 内の圧力を低くする。この不活性ガスの導入とチャンバ内の減圧と同時にヒータ 12 により熱遮蔽部材 21 を加熱する。

[0036] この熱遮蔽部材 21 の熱処理は、不活性ガス雰囲気下、 2.67 kPa (20 torr) 以下の圧力下で行われ、熱遮蔽部材の表面温度が 1700°C 以上でかつ熱遮蔽部材が熱変形及び／又は熱変質を開始する温度未満の温度で少なくとも 2 時間行われる。熱遮蔽部材 21 の基材が黒鉛製でその表面に SiC 被覆がなされた部材又は基材が黒鉛製でその表面に炭素 (C) 膜が被覆された部材である場合には、SiC 又は炭素膜の昇華を未然に防ぐために、熱遮蔽部材 21 の表面温度の上限値を 2500°C 以下の温度にする。熱遮蔽部材 21 の表面温度が 1000°C 以上になると、シリコン等の昇華が始まるが、この温度を 1700°C 以上にするにより、シリコン等の融点以上にしてシリコン等を完全に除去させることができる。熱エネルギー消費量を節約する観点から好ましい温度は $1700\sim 1800^{\circ}\text{C}$ である。

[0037] 熱遮蔽部材の表面温度が 1700°C 未満の場合には、不活性ガス雰囲気下であっても熱遮蔽部材の表面に付着したシリコン等の昇華が促進されにくく、完全にシリコン等を除去することができない。また熱遮蔽部材が SiC 被覆されている場合又は炭素 (C) 膜により被覆されている場合、 2500°C を超えて再生処理を行うと、SiC 被膜又は炭素膜が昇華反応によりその膜厚が薄くなり、SiC 被膜又は炭素膜が剥がれてしまう不具合を生じる。

[0038] またチャンバ11内の圧力を2.67kPa以下の減圧にするのは、熱遮蔽部材21の表面に付着したシリコン等の昇華をより早め、シリコン等をより均一に除去するためである。好ましい圧力は1.33kPa(10torr)以下である。2.67kPaを超える圧力では、熱遮蔽部材表面に付着したシリコン等の昇華が促進されにくく、完全にシリコン等を除去することができない。熱遮蔽部材21の表面温度が上記温度に達してからその温度に保持する時間は少なくとも2時間である。2時間未満では、シリコン等を熱遮蔽部材21から完全に除去させることが困難となる。熱エネルギー消費量を節約する観点から好ましい保持時間は3～6時間である。熱遮蔽部材21の熱処理中及び冷却中、不活性ガス導入部から導入した不活性ガスの流れに随伴して、昇華したシリコン等は不活性ガスの排出口19から再生装置10の外部に排出される。

[0039] 熱処理した後、熱遮蔽部材21の熱膨張率とシリコン等の熱膨張率の差を大きくして、シリコン等を熱遮蔽部材21から剥離しやすくするため、熱遮蔽部材21を熱処理温度から3～15℃/分の速度で室温まで冷却することが好ましい。3℃/分未満では熱遮蔽部材21の熱膨張率とシリコン等の熱膨張率の差が小さく、シリコン等が熱遮蔽部材21から剥離しにくい。また20℃/分を超えると、熱遮蔽部材にクラックが入るおそれがある。熱遮蔽部材21を冷却後、再生装置10から熱遮蔽部材21を取り出せば、シリコン等を完全に除去した再生された熱遮蔽部材が得られる。再生した熱遮蔽部材の品質をより高めるために、熱遮蔽部材の表面にブローで空気を吹き付けるか、或いは熱遮蔽部材の表面をブラシや布で清掃することが好ましい。

[0040] <第2の実施形態>

図2は、本発明の第2の実施形態に係るシリコン単結晶引上げ装置内の部材である整流筒を再生する装置の構成図である。この再生装置は、第1の実施形態と同様に、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を引上げる装置を利用している。図2において、図1と同一符号は同一要素を示している。この

実施の形態では、再生を必要とする部材は整流筒 25 である。この整流筒 25 としては、石英製、黒鉛製又は基材が黒鉛製でその表面に SiC 又は炭素膜が被覆された部材が例示される。この整流筒 25 は、再生装置内では平坦な坩堝受け 15 の上に載置される。

[0041] 整流筒 25 は円筒形の部材であり、単結晶引き上げ時には、図示しないが、チャンバ 11 の径の小さい上部からシリコン融液の表面近傍まで延びていて、引上げられる単結晶がこの整流筒 25 内部を通るように配置される。また、上述の不活性ガス導入部から流入された不活性ガスは、この整流筒 25 の内部を通過して、シリコン融液 18 の表面に導かれる。このため、整流筒 25 にもシリコン融液からの蒸発物であるシリコン等が比較的多く付着する。

[0042] 次に、この再生装置 10 を用いて、シリコン等が付着し固化した整流筒 25 を再生する方法を説明する。まずシリコン等が付着し固化した整流筒 25 を平坦な坩堝受け 15 の上に載置する。次いで、図示しない不活性ガス導入部から不活性ガスをチャンバ 11 内に導入するとともに、図示しない真空ポンプを作動してチャンバ 11 内の圧力を低くする。この不活性ガスの導入とチャンバ内の減圧と同時にヒータ 12 により整流筒 25 を加熱する。

[0043] この整流筒 25 の熱処理は、不活性ガス雰囲気下、2.67 kPa (20 torr) 以下の圧力で 1400℃以上 2500℃以下の温度で行われる。整流筒 25 が石英ガラス材料から形成されている場合には、整流筒 25 の熱変形を未然に防ぐために、整流筒 25 の表面温度の上限値を 1700℃以下の温度にする。また整流筒 25 が黒鉛製である場合には、表面被膜を保護するために、整流筒 25 の表面温度の上限値を 2500℃以下の温度にする。整流筒 25 の表面温度が 1000℃以上になると、シリコン等の昇華が始まるが、この温度を 1400℃以上にすることにより、シリコン等の融点以上にしてシリコン等を完全に除去させることができる。熱エネルギー消費量を節約する観点から好ましい温度は 1700～1800℃である。またチャンバ 11 内の圧力を 2.67 kPa 以下の減圧にするのは、整流筒 25 の表

面に付着したシリコン等の昇華をより早め、シリコン等をより均一に除去するためである。好ましい圧力は 1.33 kPa (10 torr) 以下である。整流筒25の表面温度が上記温度に達してからその温度に保持する時間は少なくとも2時間である。2時間未満では、シリコン等を整流筒25から完全に除去させることが困難となる。熱エネルギー消費量を節約する観点から好ましい保持時間は3～6時間である。整流筒25の熱処理中及び冷却中、不活性ガス導入部から導入した不活性ガスの流れに随伴して、昇華したシリコン等は不活性ガスの排出口19から再生装置10の外部に排出される。

[0044] 熱処理した後、整流筒25を熱処理温度から $3\sim15^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で室温まで冷却することが好ましい。 $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 未満では整流筒25の熱膨張率とシリコン等の熱膨張率の差が大きくなり、シリコン等が整流筒25から剥離しにくい。また $20^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を超えると、整流筒にクラックが入るおそれがある。整流筒25を冷却後、再生装置10から整流筒25を取り出せば、シリコン等を完全に除去した再生された整流筒が得られる。再生した整流筒の品質をより高めるために、整流筒の表面にブローで空気を吹き付けるか、或いは整流筒の表面をブラシや布で清掃することが好ましい。

[0045] なお、再生する部材として、第1の実施の形態では熱遮蔽部材を、第2の実施の形態では整流筒を挙げたが、本発明の方法で再生可能な部材はこれらの部材に限らず、例えば、図1に示した支持部材22、黒鉛製シードチャック、黒鉛製排気管、又は熱遮蔽部材を支持する部位に用いられるCCコンポジット材でもよい。CCコンポジット材の場合、熱処理し冷却した後、その表面を掃除機のようなもので吸引して炭素繊維間に残存するシリコン等を除去することが好ましい。

実施例

[0046] 次に本発明の実施例を比較例とともに詳しく説明する。

[0047] <実施例1>

特定の引上げ装置に基材が黒鉛製でその表面にSiC被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この熱遮蔽部材の表面に

シリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは610 μm であった。図1に示す再生装置10の支持部材22にシリコン等が付着した上記熱遮蔽部材21を取付け、不活性ガス導入部からアルゴンガスを導入し、チャンバ11内をアルゴン雰囲気下にした。また真空ポンプを動作してチャンバ11内の圧力を1.33kPaにした。この状態で熱遮蔽部材21の表面温度が1700 $^{\circ}\text{C}$ になるまでヒータ12を通電した。1750 $^{\circ}\text{C}$ で6時間維持した後、ヒータ12を切電して室温まで、冷却した。冷却速度は4.0 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ であった。

[0048] <実施例2>

シリコン単結晶の10回の引上げにより平均付着厚さが530 μm であった熱遮蔽部材の表面温度を2500 $^{\circ}\text{C}$ になるまでヒータを通電した。2500 $^{\circ}\text{C}$ で5時間維持した後、冷却速度を5.9 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ にした。それ以外は、実施例1と同じ装置で実施例1と同じSiC被覆がなされた熱遮蔽部材を実施例1と同様に熱処理した。

[0049] <実施例3>

実施例1で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に炭素膜が被覆された黒鉛製の熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは545 μm であった。この熱遮蔽部材を図1に示す再生装置10を用いて熱処理した。熱遮蔽部材の表面温度を1750 $^{\circ}\text{C}$ になるまでヒータを通電した。1750 $^{\circ}\text{C}$ で6時間維持した。それ以外は、実施例1と同様にして、炭素膜が被覆された熱遮蔽部材を熱処理した。

[0050] <実施例4>

実施例1で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置にSiCも炭素膜も被覆がなされていない熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは580 μm であった。この熱遮蔽部材を図1に示す再生装置10を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を1700 $^{\circ}\text{C}$ に

、保持時間を6時間に、チャンバ11内の圧力を2.67kPaに、熱処理後の冷却速度を4.0℃/分にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例1と同様にして、SiCも炭素膜も被覆がなされていない熱遮蔽部材を熱処理した。

[0051] <実施例5>

実施例1で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に石英ガラス材料からなる整流筒を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この整流筒の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは123μmであった。この整流筒を図2に示す再生装置10を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を1400℃に、保持時間を3時間に、チャンバ11内の圧力を1.33kPaに、熱処理後の冷却速度を3.1℃/分にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例1と同様にして、石英ガラス材料からなる整流筒を熱処理した。

[0052] <実施例6>

シリコン単結晶の10回の引上げにより平均付着厚さが135μmであった整流筒の表面温度を1700℃になるまでヒータを通電した。1700℃で2時間維持した後、冷却速度を3.8℃/分にした。それ以外は、図2に示す再生装置10を用いて、実施例5と同じ石英ガラス材料からなる整流筒を実施例1と同様に熱処理した。

[0053] <実施例7>

実施例1で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に黒鉛製のSiCも炭素膜も被覆がなされていない整流筒を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この整流筒の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは141μmであった。この整流筒を図2に示す再生装置10を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を1700℃に、保持時間を4時間に、チャンバ11内の圧力を1.33kPaに、熱処理後の冷却速度を3.8℃/分にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例1と同様にして、黒鉛製のSiCも炭素膜も被覆がなされていない整流筒を熱処理し

た。

[0054] <比較例 1>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 1 と同一の黒鉛製でその表面に SiC 被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を 10 回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い 10 箇所の平均付着厚さは $527\ \mu\text{m}$ であった。この熱遮蔽部材を図 1 に示す再生装置 10 を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を 1650°C に、保持時間を 4 時間に、チャンバ 11 内の圧力を $1.33\ \text{kPa}$ に、熱処理後の冷却速度を $3.7^{\circ}\text{C}/\text{分}$ にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例 1 と同様にして、SiC 被覆がなされた熱遮蔽部材を熱処理した。

[0055] <比較例 2>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 1 と同一の黒鉛製でその表面に SiC 被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を 10 回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い 10 箇所の平均付着厚さは $582\ \mu\text{m}$ であった。この熱遮蔽部材を図 1 に示す再生装置 10 を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を 2550°C に、保持時間を 5 時間に、チャンバ 11 内の圧力を $1.33\ \text{kPa}$ に、熱処理後の冷却速度を $6.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例 1 と同様にして、SiC 被覆がなされた熱遮蔽部材を熱処理した。

[0056] <比較例 3>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 1 と同一の黒鉛製でその表面に SiC 被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を 10 回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い 10 箇所の平均付着厚さは $560\ \mu\text{m}$ であった。この熱遮蔽部材を図 1 に示す再生装置 10 を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を 1750°C に、保持時間を 1.8 時間にそれぞれ設定した。それ以外

は、実施例 1 と同様に、S i C 被覆がなされた熱遮蔽部材を熱処理した。

[0057] <比較例 4>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 4 と同一の S i C も炭素膜も被覆がなされていない熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を 10 回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い 10 箇所の平均付着厚さは $509\ \mu\text{m}$ であった。この熱遮蔽部材を図 1 に示す再生装置 10 を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を 1650°C に、保持時間を 6 時間に、チャンバ 11 内の圧力を $4.0\ \text{kPa}$ にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例 1 と同様に、S i C も炭素膜も被覆がなされていない熱遮蔽部材を熱処理した。

[0058] <比較例 5>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 5 と同じ石英ガラス材料からなる整流筒を取付け、シリコン単結晶を 10 回引上げ、この整流筒の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い 10 箇所の平均付着厚さは $115\ \mu\text{m}$ であった。この整流筒を図 2 に示す再生装置 10 を用いて熱処理した。再生する熱処理保持温度を 1350°C に、保持時間を 2 時間に、チャンバ 11 内の圧力を $1.33\ \text{kPa}$ に、熱処理後の冷却速度を $2.9^{\circ}\text{C}/\text{分}$ にそれぞれ設定した。それ以外は、実施例 1 と同様に、石英ガラス材料からなる整流筒を熱処理した。

[0059] <比較例 6>

シリコン単結晶の 10 回の引上げにより平均付着厚さが $129\ \mu\text{m}$ であった整流筒の表面温度を 1750°C になるまでヒータを通電した。 1750°C で 3 時間維持して熱処理した。それ以外は、実施例 1 と同じ装置で実施例 5 と同じ石英ガラス材料からなる整流筒を実施例 1 と同様に熱処理した。

[0060] <比較例 7>

実施例 1 で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例 1 と同一の黒鉛製でその表面に S i C 被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単

結晶を10回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは532 μ mであった。この熱遮蔽部材の特許文献1に示す方法に準じたエッチング処理方法で再生した。先ず薬液槽内に薬液であるフッ酸と硝酸の混酸を貯え、次いでシリコン等が付着した熱遮蔽部材を薬液に浸漬し、超音波洗浄した。シリコン等が洗浄除去された熱遮蔽部材を薬液槽から純水を貯えるリンス槽に移して浸漬した。このリンス層で薬液槽と同様に熱遮蔽部材を超音波洗浄した後、熱遮蔽部材をリンス槽から引上げ、乾燥して、再生した。

[0061] <比較例8>

実施例1で用いた引上げ装置と同一機種の引上げ装置に実施例1と同一の黒鉛製でその表面にSiC被覆がなされた熱遮蔽部材を取付け、シリコン単結晶を10回引上げ、この熱遮蔽部材の表面にシリコン等を付着させた。付着量が比較的多い10箇所の平均付着厚さは590 μ mであった。この熱遮蔽部材の表面を特許文献2に記載の研削砥石（粒度1000番）を用いて研磨し、熱遮蔽部材の表面に付着していたシリコン等を機械的に除去した。

[0062] <比較試験その1と評価>

実施例1～7及び比較例1～8で用いた熱遮蔽部材又は整流筒の部材について、再生後におけるシリコン等の付着状況、再生前後における部材肉厚の変化状況、再生後における部材表面の劣化又は疵の有無及び再生に要した時間を調べた。部材の肉厚はノギスで10箇所測定し、再生前を1としたときの再生後の肉厚の平均値を割合（肉厚平均変化率）で示す。再生後におけるシリコン等の付着状況及び部材表面の劣化又は疵の有無は目視により判定した。これらの結果を表1に示す。

[0063]

[表1]

	部材		熱処理条件				付着した Si等 の平均厚さ (μm)	再生後の Si等の 付着状況	再生後の 部材肉厚 平均変化率	再生後の部材 表面の 劣化又は疵 の有無	再生に 要した 時間 (時間)
	種類	材質	チャンバ 内の圧力 (kPa)	部材 の表面温度 ($^{\circ}\text{C}$)	熱処理 保持時間 (時間)	冷却速度 ($^{\circ}\text{C}/\text{分}$)					
実施例 1	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	1.33	1700	6	4.0	610	無し	1	無し	13.5
実施例 2	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	1.33	2500	5	5.9	530	無し	1	無し	12.5
実施例 3	熱遮蔽部材	炭素膜被覆黒鉛	1.33	1750	6	4.0	545	無し	1	無し	13.5
実施例 4	熱遮蔽部材	被覆なし黒鉛	2.67	1700	6	4.0	580	無し	1	無し	13.5
実施例 5	整流筒	石英ガラス	1.33	1400	3	3.1	123	無し	1	無し	10.5
実施例 6	整流筒	石英ガラス	1.33	1700	2	3.8	135	無し	1	無し	9.5
実施例 7	整流筒	被覆なし黒鉛	1.33	1700	4	3.8	141	無し	1	無し	11.5
比較例 1	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	1.33	1650	4	3.7	527	付着残有り	1	無し	11.5
比較例 2	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	1.33	2550	5	6.0	582	無し	1	被膜剥離有り	12.5
比較例 3	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	1.33	1750	1.8	4.0	560	付着残有り	1	無し	9.3
比較例 4	熱遮蔽部材	被覆なし黒鉛	4.0	1650	6	4.0	509	付着残有り	1	無し	13.5
比較例 5	整流筒	石英ガラス	1.33	1350	2	2.9	115	付着残有り	1	無し	9.5
比較例 6	整流筒	石英ガラス	1.33	1750	3	4.0	129	無し	0.96	無し	10.5
比較例 7	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	—	—	—	—	532	付着残有り	1	無し	326
比較例 8	熱遮蔽部材	SiC被覆黒鉛	—	—	—	—	590	付着残有り	1	疵多数有り	12.0

[0064] 表1から明らかなように、1650 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した比較例1のSiC被覆がなされた黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生処理後にシリコン等が付着していた。また2550 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した比較例2のSiC被覆がなされた黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生処理後に熱遮蔽部材の表面のSiC被膜が剥離していた。また1750 $^{\circ}\text{C}$ 、1.33kPaの圧力下で1.8時間熱処理した比較例3のSiC被覆がなされた黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生処理後にシリコ

ン等が付着していた。また1650℃、4.0kPaの圧力下で熱処理した比較例4のSiCも炭素膜も被覆がなされていない黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生処理後にシリコン等が付着していた。また1350℃で熱処理した比較例5の石英ガラス材料からなる整流筒では、再生処理後にシリコン等が付着していた。また1750℃で熱処理した比較例6の石英ガラス材料からなる整流筒では、再生処理後に整流筒が熱変形し、肉厚平均変化率0.96となって示された。また化学洗浄によるエッチング処理方法で再生した比較例7のSiC被覆がなされた黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生に326時間を要した。更に表面を研削砥石で研磨して表面に付着していたシリコン等を機械的に除去した比較例8のSiC被覆がなされた黒鉛製の熱遮蔽部材では、再生処理後にシリコン等が付着しており、かつ表面に研削疵が多数存在していた。

[0065] これに対して、実施例1～7で再生した熱遮蔽部材及び整流筒は、再生処理後にシリコン等が全く付着しておらず、部材の肉厚平均変化率はいずれも1であって肉厚変化や熱変形は全くなく、被膜剥離や部材表面の疵は全く生じなかった。その上、再生に要した時間は9.5～13.5時間と比較的短く、速やかに再生することができた。

[0066] <比較試験その2と評価>

同一機種のシリコン単結晶引上げ装置を2台選び、2台の引上げ装置に、同一の製造ロットから選ばれた基材が黒鉛製でその表面にSiC被覆がなされた2つの熱遮蔽部材を各別に取り付け、かつ同一のシリコン原料をそれぞれの坩堝に入れ、これをシリコン融液にした後、2台とも同一の引上げ条件でシリコン単結晶を引上げた。2台の引上げ装置の坩堝を交換し、それぞれ同一の引上げ条件でシリコン単結晶を10回繰り返し引上げたところ、2つの熱遮蔽部材の各表面にシリコン等が付着した。1つの熱遮蔽部材を実施例1による方法により、他の1つの熱遮蔽部材を比較例7による方法により、それぞれ再生した。再生後、再び2つの熱遮蔽部材を同一の引上げ装置に取り付け、同様に2つの熱遮蔽部材の各表面にシリコン等を付着させた。2つの熱

遮蔽部材の再生とシリコン等の付着を繰り返し行い、双方の熱遮蔽部材のSiC被覆が剥がれるまでの回数を測定した。その結果、比較例7による方法では、70回でSiC被覆が剥がれ始めたのに対して、実施例1による方法では、220回でSiC被覆が剥がれ始めた。これにより、実施例1により再生した熱遮蔽部材は、比較例7により再生した熱遮蔽部材よりも、3倍以上長く使用することができ、熱遮蔽部材のライフエンドを大幅に伸ばすことができた。

[0067] <比較試験その3と評価>

同一機種のシリコン単結晶引上げ装置を3台選び、3台の引上げ装置に、同一の製造ロットから選ばれた基材が黒鉛製でその表面にSiC被覆がなされた3つの熱遮蔽部材を各別に取り付け、かつ同一のシリコン原料をそれぞれの坩堝に入れ、これをシリコン融液にした後、3台とも同一の引上げ条件でシリコン単結晶を引上げた。それぞれ同一の引上げ条件でシリコン単結晶を10回繰り返し引上げたところ、3つの熱遮蔽部材の各表面にシリコン等が付着した。1つの熱遮蔽部材は実施例1の方法により再生した。もう1つの熱遮蔽部材は比較例1の方法により再生した。残りの1つの熱遮蔽部材は再生しなかった。これら3つの熱遮蔽部材を同一の引上げ装置に取り付けて、更に続けて同一の引上げ条件でそれぞれ10本シリコン単結晶を引上げた。3台の引上げ装置で引上げたそれぞれ10本のシリコン単結晶の単結晶化率 (Dislocation Free Ratio) を測定した。その結果、再生しなかった熱遮蔽部材を用いて引上げたシリコン単結晶の単結晶化率を100としたときに、比較例1の方法により再生した熱遮蔽部材を用いて引上げたシリコン単結晶の単結晶化率が100.4であったのに対して、実施例1の方法により再生した熱遮蔽部材を用いて引上げたシリコン単結晶の単結晶化率は、平均102.2であり、単結晶化率が約2%向上した。単結晶化率が向上したのは、熱遮蔽部材からシリコン等がシリコン融液に落下して混入する量が他の2例よりも少なかったためと推察された。

[0068] <比較試験その4と評価>

比較例 6 のエッチング処理方法により再生した熱遮蔽部材を有する引上げ装置で直径 200 mm の p 型で結晶方位が $\langle 100 \rangle$ であるシリコン単結晶を 295 本引上げた。これらの単結晶からそれぞれ切り出したシリコンウェーハの抵抗率を四端子法にて測定した。抵抗率が $5 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上のシリコンウェーハのライフタイムを $10 \Omega \cdot \text{cm}$ に換算し、これらのライフタイムの平均値を 1 とし、各ライフタイムを相対値で求めた。一方、実施例 1 の方法で再生した熱遮蔽部材以外は上記と同じ引上げ装置で同一原料を用いて同一引上げ方法により直径 200 mm の p 型で結晶方位が $\langle 100 \rangle$ であるシリコン単結晶を 10 本引上げた。これらの単結晶からそれぞれ切り出したシリコンウェーハの各抵抗率を上記と同じ方法で測定し、得られた抵抗率をそれぞれ上記と同様に $10 \Omega \cdot \text{cm}$ に換算した。換算して得られたライフタイムの各相対値を、比較例 7 の抵抗率のライフタイムの平均値と比較したところ、実施例 1 の方法で再生した熱遮蔽部材を有する引上げ装置から製造されたシリコンウェーハのライフタイムは、比較例 7 の方法で再生した熱遮蔽部材を有する引上げ装置から製造されたシリコンウェーハのライフタイムよりも平均で約 18% 向上し、かつばらつきも小さかった。この結果、比較例 7 の方法で熱遮蔽部材を再生処理するよりも、実施例 1 の方法で熱遮蔽部材を再生処理する方が、清浄化の度合いが高いことが確認された。

産業上の利用可能性

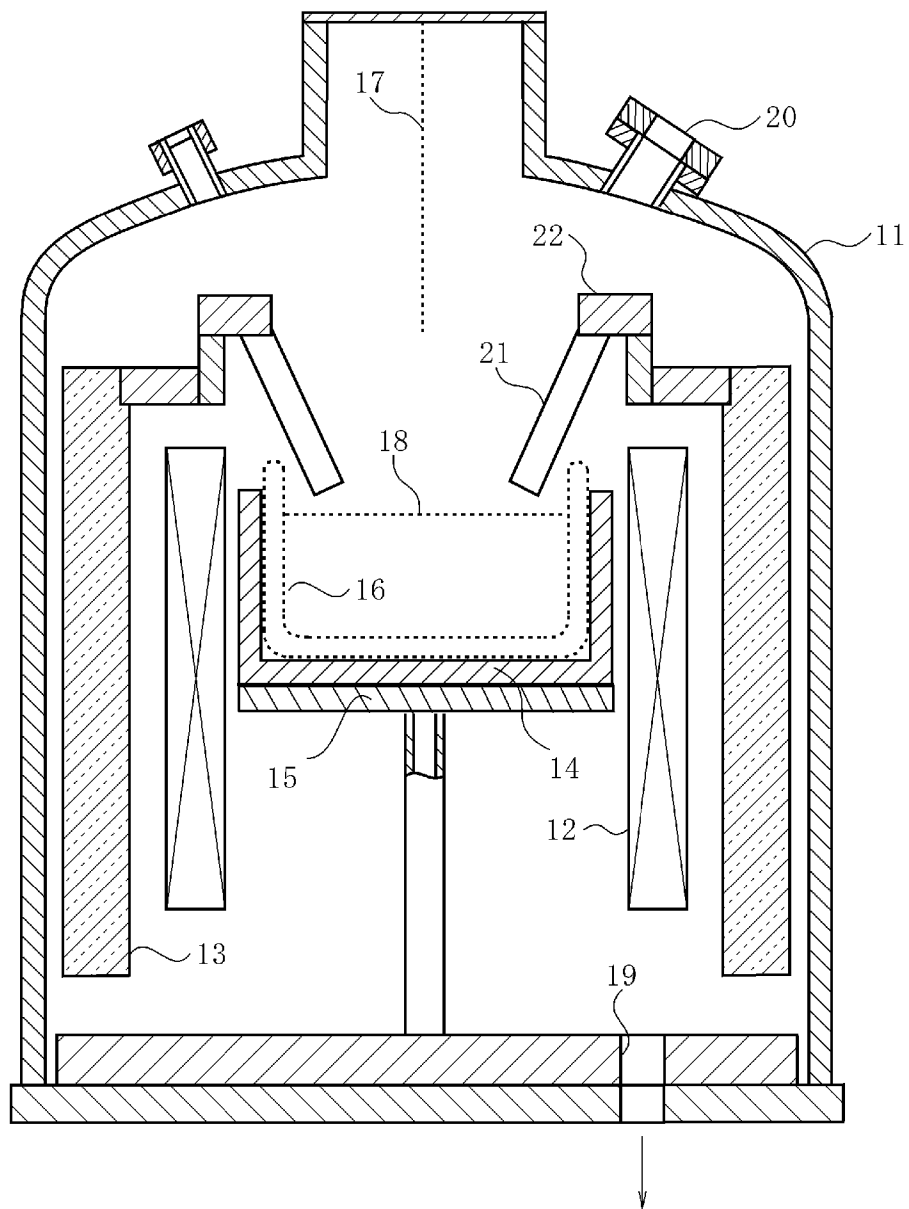
[0069] 本発明の再生方法は、シリコン単結晶引上げ装置内のシリコン等が付着する部材からシリコン等を昇華除去して再生するのに用いられる。

請求の範囲

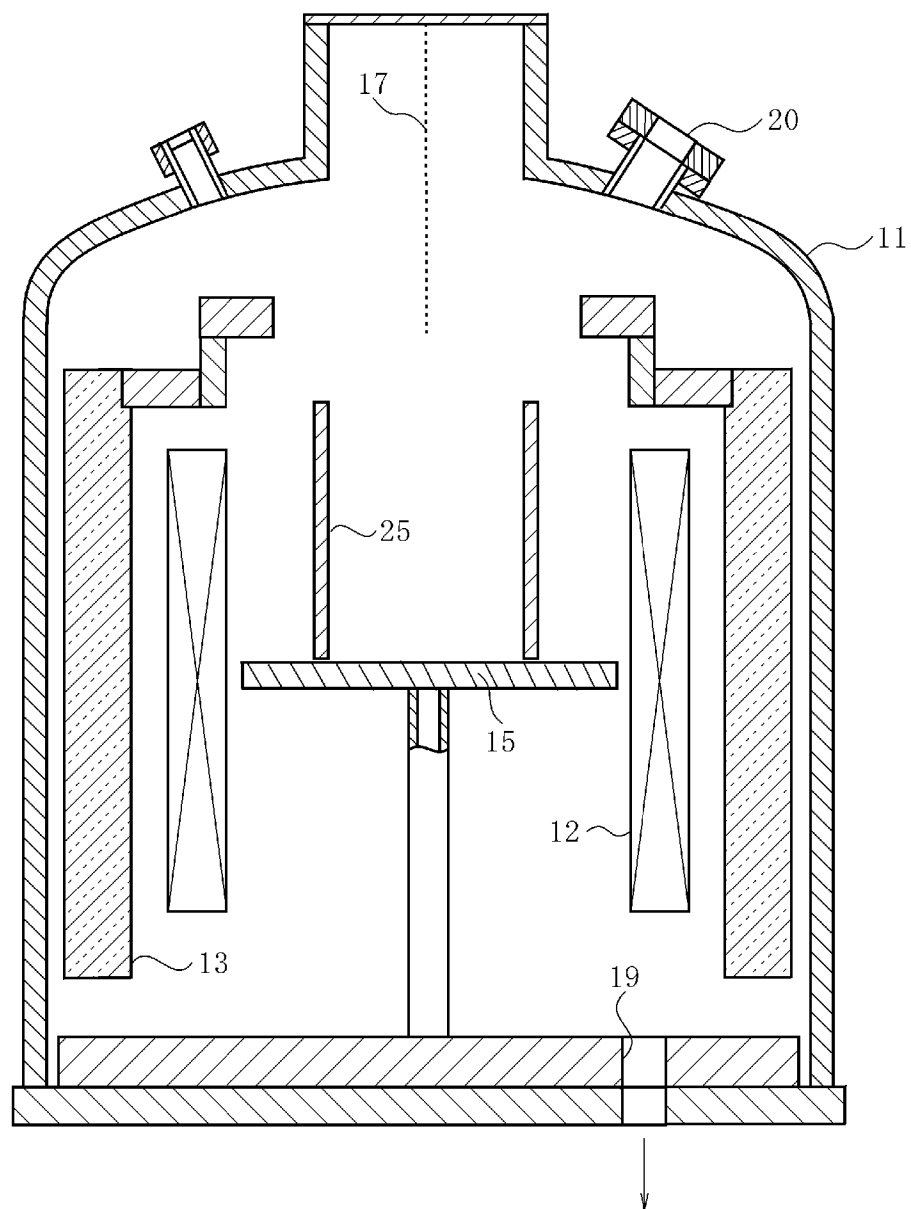
- [請求項1] シリコン単結晶引上げ装置内に設けられる部材の表面に付着したS i O x 及び／又は金属シリコンを除去して前記部材を再生する方法において、
- 前記S i O x 及び／又は金属シリコンが表面に付着した部材を不活性ガス雰囲気下、2 . 6 7 k P a 以下の圧力下、前記部材の表面温度が表面に付着した前記S i O x 及び／又は金属シリコンの昇華を開始する温度以上でかつ前記部材が熱変形及び／又は熱変質を開始する温度未満の温度で少なくとも2時間熱処理して前記部材の表面に付着したS i O x 及び／又は金属シリコンを昇華し除去することを特徴とするシリコン単結晶引上げ装置内の部材の再生方法。
- [請求項2] 前記熱処理した後に、前記熱処理温度から3 ~ 1 5 °C / 分の速度で室温まで冷却する請求項1記載の再生方法。
- [請求項3] 前記部材が黒鉛部材であって、前記熱処理温度が少なくとも1 7 0 0 °Cである請求項1又は2記載の再生方法。
- [請求項4] 前記黒鉛部材がS i C被覆処理された黒鉛部材であって、前記熱処理温度が1 7 0 0 °C以上2 5 0 0 °C以下である請求項3記載の再生方法。
- [請求項5] 前記黒鉛部材が炭素膜により被覆処理された黒鉛部材であって、前記熱処理温度が1 7 0 0 °C以上2 5 0 0 °C以下である請求項3記載の再生方法。
- [請求項6] 前記黒鉛部材が熱遮蔽部材である請求項3ないし5のいずれか1項に記載の再生方法。
- [請求項7] 前記部材が石英部材であって、前記熱処理温度が1 4 0 0 °C以上1 7 0 0 °C以下である請求項1又は2記載の再生方法。
- [請求項8] 前記石英部材が整流筒である請求項7記載の再生方法。
- [請求項9] 請求項1ないし8のうちいずれか1項に記載された方法で再生されたシリコン単結晶引上げ装置内に設けられる部材。

[請求項10] 請求項1ないし8のうちいずれか1項に記載された方法で再生された部材を用いて、シリコン単結晶を製造する方法。

[図1]

10

[図2]

10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/063972

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/06(2006.01) i, C30B15/00(2006.01) i

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)

C30B29/06, C30B15/00

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JST7580/JSTChina(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 2002-37684 A (Toyo Tanso Co., Ltd.), 06 February 2002 (06.02.2002), claim 1; paragraph [0009] (Family: none)	1, 3, 4 5-10 2
Y	JP 2003-267795 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 25 September 2003 (25.09.2003), claims 1, 3 (Family: none)	5, 6, 9, 10
Y	JP 2006-27928 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 02 February 2006 (02.02.2006), claim 1 (Family: none)	7, 8

☐ 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 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
14 July 2016 (14.07.16)

Date of mailing of the international search report
26 July 2016 (26.07.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/06(2006.01)i, C30B15/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/06, C30B15/00

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

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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）

JSTPlus/JST7580 /JSTChina (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

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 2002-37684 A（東洋炭素株式会社）2002.02.06, 請求項1、段落0009（ファミリーなし）	1, 3, 4 5-10 2
Y	JP 2003-267795 A（東芝セラミックス株式会社）2003.09.25, 請求項1、3（ファミリーなし）	5, 6, 9, 10
Y	JP 2006-27928 A（信越半導体株式会社）2006.02.02, 請求項1（ファミリーなし）	7, 8

C欄の続きにも文献が列挙されている。

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

「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
「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

国際調査を完了した日

14.07.2016

国際調査報告の発送日

26.07.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

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）

今井 淳一

4 G

6109

電話番号 03-3581-1101 内線 3416