

(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
2019年6月13日(13.06.2019)



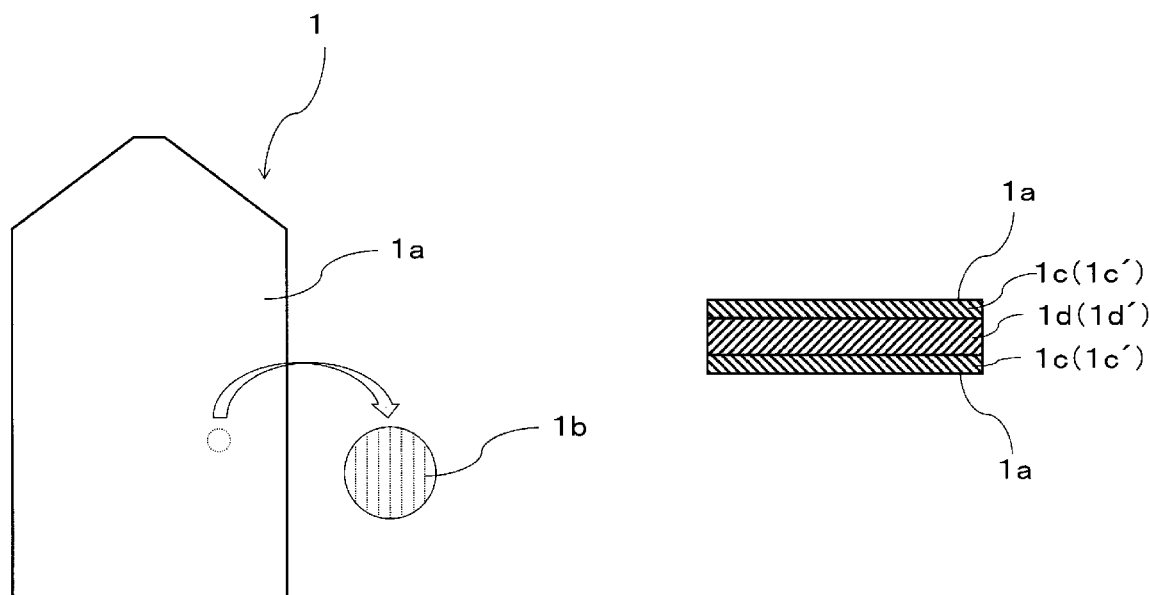
(10) 国際公開番号

WO 2019/112016 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/20 (2006.01) *C30B 15/34* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/044971
- (22) 国際出願日: 2018年12月6日(06.12.2018)
- (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 2017-235044 2017年12月7日(07.12.2017) JP
- (71) 出願人: 京セラ株式会社 (KYOCERA CORPORATION) [JP/JP]; 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 福飯 明雄(FUKUI, Akeo); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP). 原田 真利(HARADA, Masatoshi); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 深井 敏和 (FUKAI, Toshikazu); 〒5406591 大阪府大阪府中央区大手前1丁目7番31号 OMMビル8階 Osaka (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, JO, JP, KE, KG, KH,

(54) Title: SINGLE CRYSTAL, EFG DEVICE MOLD, EFG DEVICE, MANUFACTURING METHOD FOR SINGLE CRYSTAL, AND MANUFACTURING METHOD FOR SINGLE CRYSTAL MEMBER

(54) 発明の名称: 単結晶、EFG装置用金型、EFG装置、単結晶の製造方法、および単結晶部材の製造方法



(57) Abstract: This single crystal is a plate-shaped body having two primary surfaces that are opposite each other, and a region within a depth of 0.5 mm from either one of the primary surfaces has air bubbles arranged in a plurality of lines that are parallel to the primary surfaces. Also, this single crystal is a plate-shaped body having two primary surfaces that are opposite each other, and a region within 1/4 the thickness of the single crystal, which is the distance from one of the primary surfaces to the other, has a plurality of air bubbles arranged in lines that are parallel to the primary surfaces.

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,
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：

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

(57) 要約：本開示の単結晶は、対向する二つの主面を有する板状体であり、前記主面のいずれか一方から深さ 0.5 mm 以内の領域に、前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する。また、本開示の単結晶は、対向する二つの主面を有する板状体であり、前記主面のいずれか一方から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域に前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する。

明 細 書

発明の名称：

単結晶、E F G装置用金型、E F G装置、単結晶の製造方法、および単結晶部材の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、板状の単結晶、板状の単結晶を製造するためのE F G装置用金型、E F G装置用金型を有するE F G装置、E F G装置を用いた単結晶の製造方法、および単結晶を加工して得られる単結晶部材の製造方法に関する。

背景技術

[0002] E F G法などによるアルミナ融液からのサファイア結晶の育成において、原料、坩堝などから融液中に混入して結晶中に混入する不純物を低減することが求められる（特許文献1、2）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2015-131745号公報
特許文献2：特開2014-162698号公報

発明の概要

[0004] 本開示の単結晶は、対向する二つの主面を有する板状体であり、前記主面のいずれか一方から深さ0.5mm以内の領域に前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する。

[0005] 本開示の単結晶は、対向する二つの主面を有する板状体であり、前記主面のいずれか一方から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域に前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する。

[0006] 本開示のE F G装置用金型は、二つの外面と、前記外面の間に配置された、融液を供給する少なくとも一つのスリットと、前記スリットの内面と前記外面とを接続する二つの上面とを備える。前記上面はいずれも前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ が 60° 以上 85° 以下である。

[0007] 本開示のEFG装置用金型は、二つの外面と、前記外面の間に配置された、融液を供給する少なくとも一つのスリットと、前記スリットの内面と前記外面とを接続する二つの上面とを備える。前記上面は、前記スリットの前記内面と接続する第1領域と、前記外面に接続する第2領域とを有する。前記第1領域と前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ_1 が、前記第2領域と前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ_2 よりも小さい。

[0008] 本開示のEFG装置は、前記いずれかのEFG装置用金型を備える。

[0009] 本開示の単結晶の製造方法は、前記EFG装置を用いて単結晶を育成する工程を有する。

[0010] 本開示の単結晶部材の製造方法は、単結晶の気泡を有する表面領域の少なくとも一部を除去する工程を有する。

図面の簡単な説明

[0011] [図1A]単結晶の概略平面図である。

[図1B]図1Aの断面図である。

[図2A]金型の上面の概略図である。

[図2B]金型の上面の概略図である。

[図2C]金型の上面の概略図である。

[図3]EFG装置の概略図である。

[図4]サファイアからなる単結晶の外観写真である。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本開示を、図を参照しながら説明する。図1Aおよび図1Bは、単結晶の概略図であり、図1Aは平面図、図1Bは図1Aの断面図である。図2A～図2Cはそれぞれ金型11の上部の概略図である。図3はEFG装置10の概略図である。図4はサファイア単結晶1の外観写真である。

[0013] <単結晶、単結晶部材、単結晶部材の製造方法>

図1Aおよび図1Bは単結晶1の概略図であり、図1Aは平面図、図1Bは断面図である。本開示の単結晶1の材質は、サファイア（単結晶アルミナ）、シリコン等である。サファイアは強度、熱伝導性、透光性にすぐれた絶

縁材料であり、透光性窓、熱交換部材等に使用される。シリコンは最も一般的な半導体であり、集積回路、太陽電池等に使用される。単結晶 1 の厚みは 0.5 mm ～ 1.5 mm 程度である。

[0014] 本開示の単結晶 1 は、対向する二つの主面 1 a、1 a を有する板状体である。単結晶 1 は、主面 1 a、1 a のいずれか一方から深さ 0.5 mm 以内の領域に主面 1 a に平行な複数の筋状に配列した気泡 1 b を有する。以下、単結晶 1 の対向する二つの主面 1 a、1 a から深さ 0.5 mm 以内の領域を表面領域 1 c、表面領域 1 c よりも内部の領域を内部領域 1 d という。上記構成により、気泡 1 b が結晶中の不純物を捕捉するので、内部領域 1 d において不純物の少ない、高品質な単結晶 1 を提供できる。

[0015] すなわち、サファイア結晶を育成する際、原料であるアルミナから分解、生成する酸素、および原料中のガス成分が結晶中に取り込まれて、気泡 1 b となる。結晶中の欠陥である気泡 1 b が不純物を捕捉（ゲッタリング）する効果を有する。なお、図 1 A は、気泡 1 b を模式的に示している。

[0016] 本開示の単結晶 1 は、対向する二つの主面 1 a、1 a を有する板状体である。単結晶 1 は、主面 1 a のいずれか一方から単結晶 1 の厚みの $1/4$ 以内の領域に主面 1 a に平行な複数の筋状に配列した気泡 1 b を有する。単結晶 1 の厚みとは、単結晶 1 の二つの主面 1 a、1 a 間の距離である。以下、単結晶 1 の厚みの $1/4$ 以内の領域を表面領域 1 c'、表面領域 1 c' よりも内部の領域を内部領域 1 d' という。上記構成により、内部領域 1 d' において不純物の少ない、高品質な単結晶 1 を提供できる。図 1 B では表面領域 1 c と表面領域 1 c' がほぼ同じ場合について図示しているが、図 1 B の実施形態に限定されない。

[0017] 気泡 1 b が、板状単結晶 1 の対向する二つの主面 1 a、1 a から深さ 0.5 mm 以内の領域（表面領域 1 c）に配置し、かつ、対向する二つの主面 1 a、1 a から単結晶 1 の厚みの $1/4$ 以内の領域（表面領域 1 c'）に配列していると好適である。

[0018] 気泡 1 b が、対向する二つの表面領域 1 c（1 c'）内の両方に配列してい

ると、好適である。

[0019] 気泡 1 b が、二つの主面 1 a、1 a から深さ 0.3 mm 以内の領域の両方に配列していると、さらによい。

[0020] 単結晶 1 が透明な材質であれば、気泡 1 b の主面 1 a からの深さは、光学顕微鏡で主面 1 a から気泡 1 b を観察し、主面 1 a に焦点を合わせたときと、気泡 1 b の外周に焦点を合わせたときのステージ高さの差から求めることができる。気泡 1 b の主面 1 a からの深さは他の方法、例えば、結晶 1 の断面観察から求めてもよい。

[0021] 単結晶 1 は、二つの主面 1 a、1 a を接続する二つの側面を有し、側面間の距離である幅は、厚みよりも大きい。厚み方向と幅方向とに垂直な方向を高さ方向とする。

[0022] 気泡 1 b は、例えば直径 $5\ \mu\text{m}$ ~ $40\ \mu\text{m}$ 程度で、図 4 に示すように、単結晶 1 の幅方向 W に 1 個から数個並んで高さ方向に筋状に配列している。この 1 つの筋の幅 w 1 は、例えば、 $300\ \mu\text{m}$ 以下であり、気泡 1 b は、単結晶 1 の幅方向 W に複数本の筋状で配列している。各筋間のピッチは、例えば 0.3 mm ~ 2 mm 程度である。主面 1 a から見た、単位面積当たりの気泡 1 b の密度は $250 \sim 2500$ 個 / mm^2 である。気泡 1 b の密度は、例えば、筋状の気泡 1 b が含まれる 0.1 mm 四方の領域内の気泡 1 b の数を計測し、計測領域の面積 ($0.01\ \text{mm}^2$) で除すことで求められる。

[0023] 単結晶 1 における気泡 1 b の密度は、内部領域 1 d に比べて表面領域 1 c の方が高い。この気泡 1 b の密度の差は大きいほど好ましい。すなわち、単結晶 1 において、気泡 1 b は表面領域 1 c により集中して配置されているほど好ましい。また同様に、単結晶 1 における気泡 1 b の密度は、内部領域 1 d' に比べて表面領域 1 c' の方が高い。この気泡 1 b の密度の差は大きいほど好ましい。すなわち、単結晶 1 において、気泡 1 b は表面領域 1 c' により集中して配置されているほど好ましい。

[0024] 本開示の単結晶部材の製造方法の一実施形態は、単結晶 1 における、筋状の気泡 1 b が形成されている表面領域 1 c、1 c' の少なくとも一部を除去

する工程を有する。これにより不純物の少ない、高品質な単結晶部材を提供できる。除去する表面領域 1 c、1 c' の厚みは、主面 1 a から筋状に配列した気泡 1 b までの距離と、気泡 1 b の幅の $1/2$ （球体であれば半径）との和よりも大きくする。本開示の単結晶 1 は、除去すべき表面領域 1 c、1 c' の厚みが小さいので、加工時間と加工コストを少なくすることができる。

[0025] 副次的な効果として、気泡 1 b を表面領域 1 c および／または表面領域 1 c' に形成することで、表面領域 1 c の熱伝導率が小さくなり、単結晶 1 の育成時の冷却中に、単結晶 1 の表面領域 1 c と内部領域 1 d との温度差に起因する単結晶の割れや変形を低減することができる。単結晶 1 から得られる単結晶部材が温度変化のある環境下で使用される場合、気泡 1 b の多い表面領域 1 c および／または表面領域 1 c' の一部を除去せずにおくと、単結晶部材の使用時の割れや変形を低減することができる。

[0026] <金型、EFG装置、単結晶の製造方法>

EFG (edge defined film fed growth) 法、およびEFG装置 10 は、融液 2 から単結晶 1 を育成するための方法、および装置である。

[0027] 図 2 A に示す本開示のEFG装置用金型 11（以下、金型 11 という）は、二つの外面 11 a と、外面 11 a の間に配置され、融液 2 を供給する少なくとも一つのスリット 11 c と、スリット 11 c の内面と外面 11 a とを接続する二つの上面 11 b とを備える。EFG装置用金型 11 の二つの上面 11 b は、いずれも外面 11 a に垂直な仮想面とのなす角度 θ が 60° 以上 85° 以下である。角度 θ の測定は、図 2 A に示された状態で測定されるものである。角度 θ は、金型 11 の上面 11 b がスリット 11 c から離れるほど高くなる場合を正とする。

[0028] 図 2 B に示す本開示の金型 11 は、二つの外面 11 a と、外面 11 a の間に配置され、融液 2 を供給する少なくとも一つのスリット 11 c と、スリット 11 c の内面と外面 11 a とを接続する二つの上面 11 b とを備える。上面 11 b は、スリット 11 c の内面に接続する第 1 領域と、外面 11 a に接

続する第2領域とを有し、第1領域と外面11aに垂直な仮想面とのなす角度 θ_1 が、第2領域と外面11aに垂直な仮想面とのなす角度 θ_2 よりも小さい。角度 θ_1 は、第1領域がスリット11cから離れるほど高くなる場合を正とする。角度 θ_2 は、第2領域がスリット11cから離れるほど高くなる場合を正とする。

[0029] 図3は、金型11を備えて構成されるEFG装置10の概略図である。本開示のEFG装置10は、金型11、坩堝12、加熱手段13、引上げ軸14を備える。このEFG装置10は、坩堝12に収納した固体原料を加熱手段13で加熱、熔融して融液2とする。次に、引上げ軸14の先端に取り付けた種結晶3を、スリット11cを通して金型11の上に供給された融液2に浸して引き上げることで単結晶1を育成する。

[0030] 本開示の単結晶の製造方法は、上記のEFG装置10を用いて単結晶1を育成する工程を有する。

[0031] 上記構成により、EFG装置10により育成した単結晶1の表面領域1c（および／または表面領域1c'）に筋状に配列した気泡1bを形成できる。そのため、気泡1bが金属不純物を捕捉し、内部領域1dにおいて不純物の少ない、高品質な単結晶1を提供できる。

[0032] 融液2から単結晶1を育成する際、融液2中に気泡（不図示）が発生する。これらの気泡は、粒状の原料から融液2を形成するときに融液2中に取り込まれた粒状原料間の空気、原料、装置部材および、それらと酸素との反応生成物から発生する気体などからなる。融液2中の気泡の一部は、スリット11cを通して金型11の上面11bに達し、単結晶1中に取り込まれる。融液2の気泡の一部は、金型11の上面11cの略同じ位置に連続的に供給されることで、単結晶1の育成方向に筋状の気泡1bが形成される。

[0033] 本開示の金型11によれば、金型11の上面11bに供給された融液2中の気泡が金型11の上面11bに沿って外面11aとの接続部まで移動し易い。そのため、気泡1bが、板状単結晶1の対向する二つの主面1a、1aから深さ0.5mm以内の領域、または、対向する二つの主面1a、1aか

ら単結晶 1 の厚みの $1/4$ 以内の領域に形成される。

[0034] EFG装置 10 で育成される単結晶 1 の幅方向および厚み方向の形状は、金型 11 の上面 11b の形状に依存する。育成中の単結晶 1 の最下端部の形状は、金型 11 の上面 11b と結晶 1 の間の融液 2 の温度分布に依存し、金型 11 の上面 11b の形状の影響を強く受ける。

[0035] 図 2A に示すように、金型 11 の上面 11b の仮想面との角度 θ が 60° 以上であるときには、融液 2 中の気泡が上面 11b に沿って外面 11a との接続部まで移動し易い。また、角度 θ が 85° 以下であるときには、スリット 11c の幅よりも大きな幅の単結晶 1 を育成することができる。気泡の移動の観点からは角度 θ がより大きい、例えば 70° 以上であるとさらに好ましく、大きな幅の単結晶 1 を育成する観点からは、角度 θ がより小さい、例えば、 80° 以下であると、さらに好ましい。スリット 11c と金型 11 の上面 11b との接続部が R 面取りまたは C 面取りになっていると好適である。

[0036] 単結晶 1 の育成中には、単結晶 1 の最下端の形状を観察して加熱手段 13 の出力などの育成条件の調節を行う。金型 11 において、角度 θ が一定であると、育成中、単結晶 1 の最下端の形状が直線的になる。そのため、単結晶 1 の形状制御が容易であり、結晶欠陥の発生も少なくなる。

[0037] 図 2B に示す、第 1 領域と第 2 領域とを有する金型 11 では、育成中の単結晶 1 と金型 11 の上面 11b との距離は、第 1 領域で大きくなり、第 1 領域では融液 2 中の気泡が単結晶 1 に取り込まれにくい。第 2 領域の角度 θ_2 が、第 1 領域の角度 θ_1 よりも大きい。そのため、第 2 領域に到達した融液 2 中の気泡が上面 11b に沿って外面 11a との接続部まで移動し易い。第 2 領域の厚み D_2 が小さい（第 2 領域の角度 θ_2 が大きい）場合でも、第 1 領域の厚み D_1 を大きくすることで、幅の大きな単結晶 1 を育成することが可能となる。

[0038] 気泡の移動の観点からは、角度 θ_1 が 0° 以上であると、融液 2 中の気泡が上面 11b の第 1 領域に沿って第 2 領域まで移動し得るので好適である。

角度 $\theta 2$ は 60° 以上であると融液2中の気泡が上面11bの第2領域に沿って外面11aとの接続部まで移動し易いので好適であり、 70° 以上であるとさらに好ましい。スリット11cと第1領域との接続部、第1領域と第2領域との接続部がR面取りまたはC面取りになっていると好適である。

[0039] 幅の大きな単結晶1を育成する観点からは、角度 $\theta 1$ が 30° 以下であると、好適であり、 10° 以下であると、さらに好適である。角度 $\theta 2$ は 85° 以下であると好適であり、 80° 以下であると、さらに好適である。

[0040] 単結晶1の育成中には、単結晶1の最下端の形状を観察して加熱手段13の出力などの育成条件の調節を行う。第1領域内において角度 $\theta 1$ が一定であると、育成中の単結晶1の最下端の形状が観察しやすい。第2領域内において、角度 $\theta 2$ が一定であると、育成中、単結晶1の最下端の形状が直線的になる。そのため、単結晶1の形状制御が容易であり、結晶欠陥の発生も少なくなる。

[0041] 気泡の移動および、幅の大きな単結晶1を育成する観点から、第2領域の厚みD2が第1領域の厚みD1よりも大きいと好適である。

[0042] 図2Cに示す金型11のように、金型11の上面11bが、第1領域と第2領域との間に、外面11aに垂直な水平面とのなす角度 $\theta 3$ が、角度 $\theta 2$ よりも大きい第3領域を有していると、第1領域から第2領域まで融液2中の泡がスムーズに移動でき、育成中の単結晶1の最下端が観察しやすいので好適である。角度 $\theta 3$ は、第3領域がスリット11cから離れるほど高くなる場合を正とする。

[0043] 角度 $\theta 3$ が 70° 以上 90° 以下であると、好適である。 $\theta 3$ が一定であると好適である。第1領域と第3領域との接続部、第3領域と第2領域との接続部がR面取りまたはC面取りになっていると好適である。第3領域の厚みD3は、第2領域の厚みD2よりも小さいと好適である。第3領域の高さH3は金型11の上部11b全体の高さHに対し、 $1/4$ 以上、 $3/4$ 以下であると、好適である。

[0044] さらに、金型11の上部11bが、第1領域と第3領域との間に、水平面

とのなす角度が $\theta 4$ である第4領域と、水平面とのなす角度が $\theta 5$ である第5領域とを有していてもよい。

[0045] <実施例>

実施例1として、 $\theta = 70^\circ$ のモリブデン製金型11、実施例2として $\theta 1 = 10^\circ$ 、 $\theta 2 = 80^\circ$ 、 $\theta 3 = 70^\circ$ のモリブデン製金型11を備えたEFG装置10を用いて、幅110mm、厚み2mmの板状サファイア単結晶を育成した。比較例として、 $\theta = 45^\circ$ のモリブデン製金型（不図示）を備えたEFG装置を用いて、幅110mm、厚み2mmの板状サファイア単結晶を育成した。主面1a近傍に形成された筋状の気泡1bの深さは、実施例1が0.5mm、実施例2が0.3mm、比較例が0.7mmであった。

[0046] 実施例1において、レーザーICP-MS法によって、表面領域1cのうち、筋状の気泡1bを含む領域と、筋状の気泡1bを含まない領域と、主面1aから約1mm離れた内部領域1dとで単結晶1中のモリブデン濃度を測定した。その結果、気泡1bを含む領域は内部領域1dの約50倍、気泡1bを含まない領域は内部領域1dの約10倍のモリブデン濃度であった。これは、単結晶1中のモリブデンが気泡1bの周囲に捕捉されることで、気泡1bの多い表面領域1cのモリブデン濃度が高く、内部領域1dのモリブデン濃度が低くなるためと考えられる。

[0047] このような本開示の単結晶は、表面領域以外の内部領域において不純物が少ないので、高品質な単結晶を提供できる。

本開示のEFG装置用金型、EFG装置および単結晶の製造方法によれば、表面領域以外の内部領域において不純物の少ない、高品質な単結晶を提供できる。

本開示の単結晶部材の製造方法によれば、高品質な単結晶部材を得るための加工時間と加工コストを少なくすることができる。

[0048] 以上、本開示の実施形態について説明したが、本開示は上述の実施形態に限定されず、特許請求の範囲に記載の範囲内において、種々の改良および変更を行うことが可能である。

符号の説明

- [0049] 1 : 単結晶
- 1 a : 主面
- 1 b : 気泡
- 1 c : 表面領域
- 1 d : 内部領域
- 2 : 融液
- 3 : 種結晶
- 1 0 : E F G装置
- 1 1 : 金型
- 1 1 a : 外面
- 1 1 b : 上面
- 1 1 c : スリット
- 1 2 : 坩堝
- 1 3 : 加熱手段
- 1 4 : 引上げ軸

請求の範囲

- [請求項1] 対向する二つの主面を有する板状体であり、
前記主面のいずれか一方から深さ 0.5 mm 以内の領域に、前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する、単結晶。
- [請求項2] 前記主面のいずれか一方から深さ 0.5 mm 以内の領域の気泡密度は、前記主面から深さ 0.5 mm 以上離れた領域の気泡密度よりも大きい、請求項 1 に記載の単結晶。
- [請求項3] 前記気泡は、二つの前記主面から深さ 0.5 mm 以内の領域のそれぞれに配列している、請求項 1 または 2 に記載の単結晶。
- [請求項4] 前記気泡は、二つの前記主面から深さ 0.3 mm 以内の領域に配列している、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の単結晶。
- [請求項5] 前記気泡は、前記主面から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域に配列している、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の単結晶。
- [請求項6] 対向する二つの主面を有する板状体であり、
前記主面のいずれか一方から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域に前記主面に平行な複数の筋状に配列した気泡を有する、単結晶。
- [請求項7] 前記主面のいずれか一方から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域の気泡密度は、前記主面のいずれか一方から、前記主面間の距離である厚みの $1/4$ を超えて離れた領域の気泡密度よりも大きい、請求項 6 に記載の単結晶。
- [請求項8] 前記気泡は、二つの前記主面から前記主面間の距離である厚みの $1/4$ 以内の領域のそれぞれに配列している、請求項 6 または 7 に記載の単結晶。
- [請求項9] 材質がサファイアである、請求項 1 から 8 のいずれかに記載の単結晶。
- [請求項10] 二つの外面と、前記外面の間に配置された、融液を供給する少なく

とも一つのスリットと、前記スリットの内面と前記外面とを接続する二つの上面とを備え、

前記上面は、いずれも前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ が 60° 以上 85° 以下である、EFG装置用金型。

[請求項11] 前記上面は、角度 θ が一定である、請求項10に記載のEFG装置用金型。

[請求項12] 二つの外面と、前記外面の間に配置された、融液を供給する少なくとも一つのスリットと、前記スリットの内面と前記外面とを接続する二つの上面とを備え、

前記上面は、前記スリットの前記内面に接続する第1領域と、前記外面に接続する第2領域とを有し、前記第1領域と前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ_1 が、前記第2領域と前記外面に垂直な仮想面とのなす角度 θ_2 よりも小さい、EFG装置用金型。

[請求項13] 角度 θ_1 が 0° 以上 30° 以下である、請求項12に記載のEFG装置用金型。

[請求項14] 前記第1領域内において、角度 θ_1 が一定である、請求項12または13に記載のEFG装置用金型。

[請求項15] 角度 θ_2 が 60° 以上 85° 以下である、請求項12から14のいずれかに記載のEFG装置用金型。

[請求項16] 前記第2領域内において、角度 θ_2 が一定である、請求項12から15のいずれかに記載のEFG装置用金型。

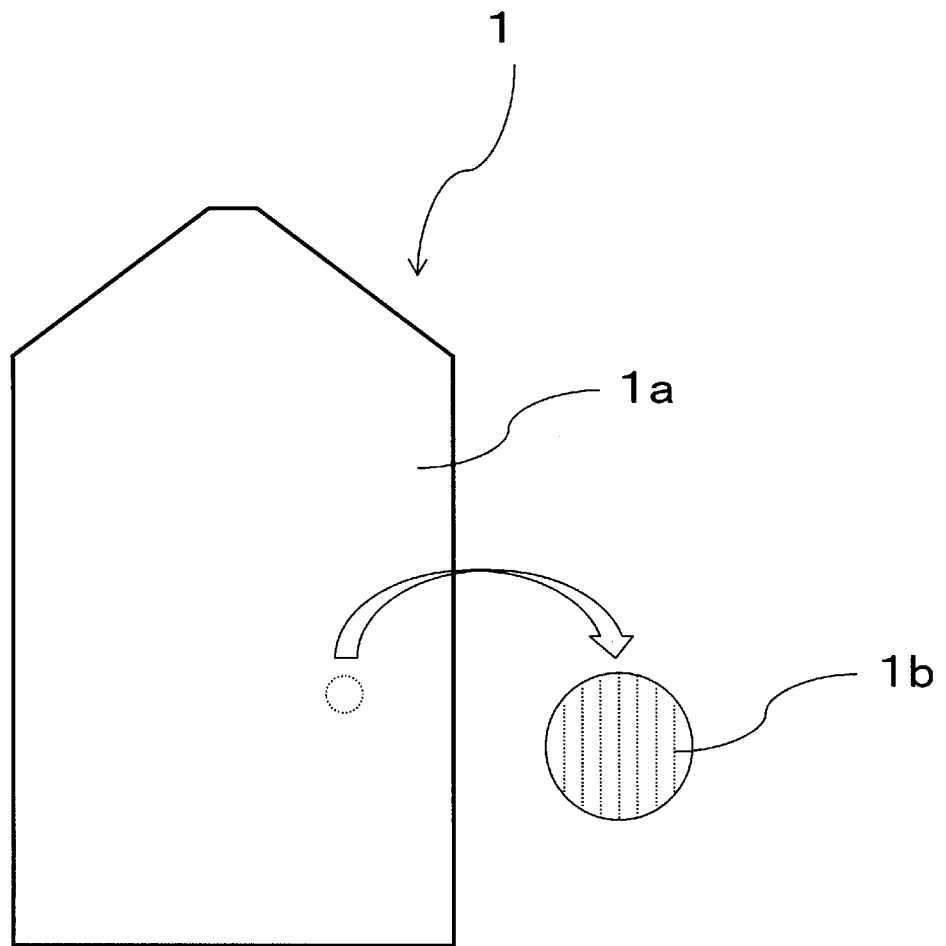
[請求項17] 前記第1領域の厚みが前記第2領域の厚みよりも大きい、請求項12から16のいずれかに記載のEFG装置用金型。

[請求項18] 前記第1領域と前記第2領域との間に、前記仮想面とのなす角度が θ_3 である第3領域を有し、角度 θ_3 が θ_2 よりも大きい、請求項12から17のいずれかに記載のEFG装置用金型。

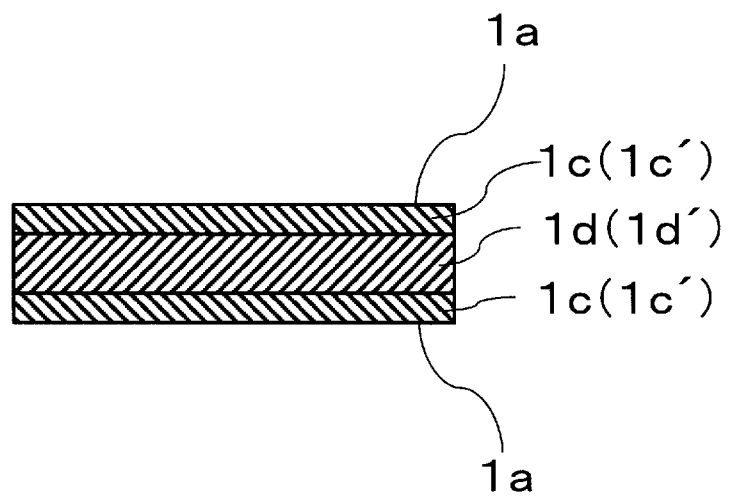
[請求項19] 角度 θ_3 が 70° 以上 90° 以下である、請求項18に記載のEFG装置用金型。

- [請求項20] 前記第3領域内において、角度 θ_3 が一定である、請求項18または19に記載のEFG装置用金型。
- [請求項21] 前記第3領域の厚みが、前記第2領域の厚みよりも小さい、請求項18から20のいずれかに記載のEFG装置用金型。
- [請求項22] サファイア育成用である、請求項10から21のいずれかに記載のEFG装置用金型。
- [請求項23] 請求項10から22のいずれかに記載のEFG用金型を備えたEFG装置。
- [請求項24] 請求項23に記載のEFG装置を用いて単結晶を育成する工程を有する単結晶の製造方法。
- [請求項25] 請求項1から9のいずれかに記載の単結晶の気泡を有する表面領域の少なくとも一部を除去する工程を有する、単結晶部材の製造方法。

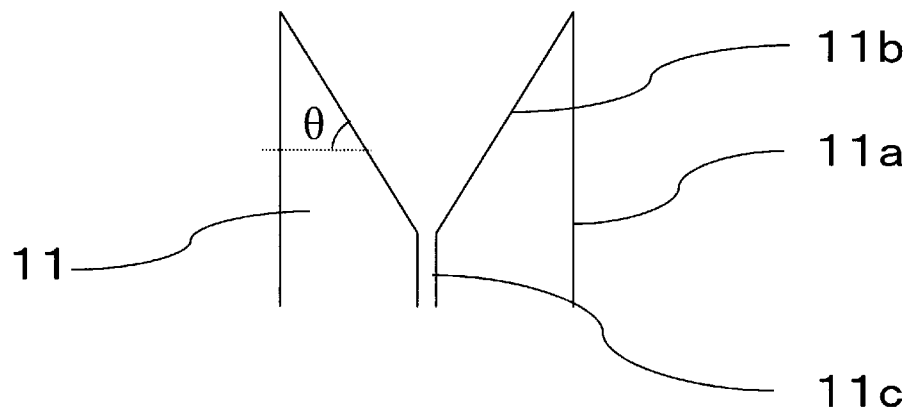
[図1A]



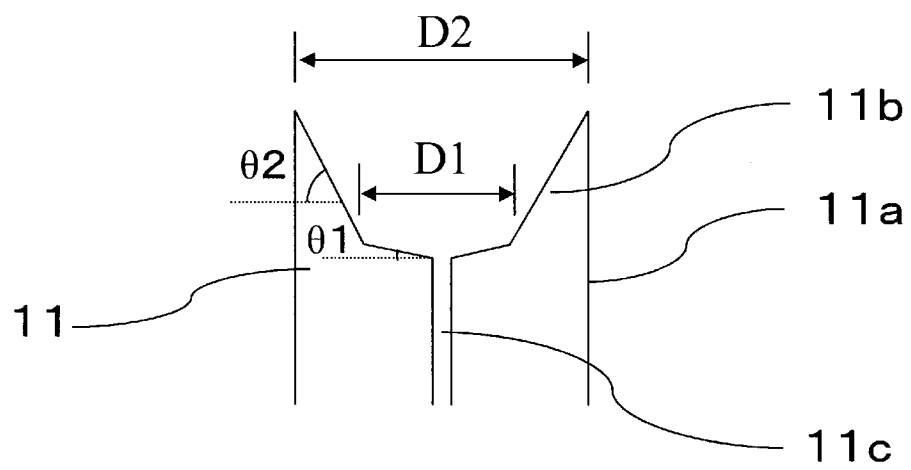
[図1B]



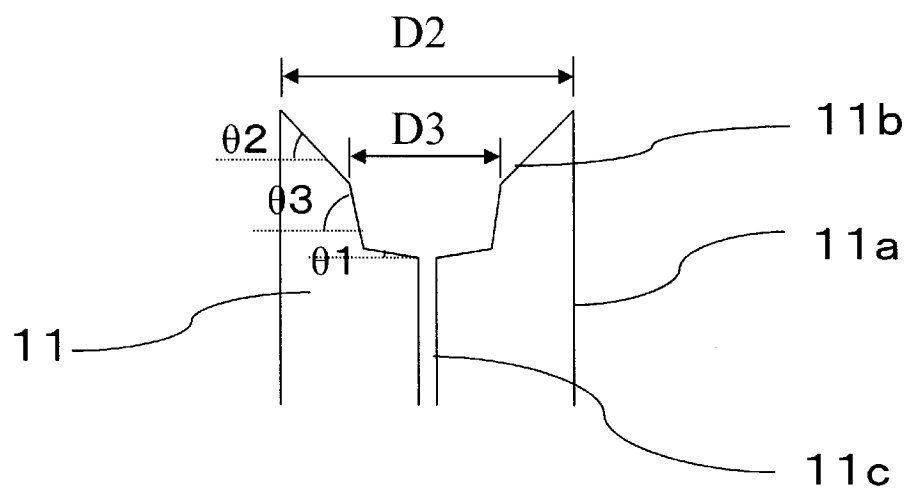
[図2A]



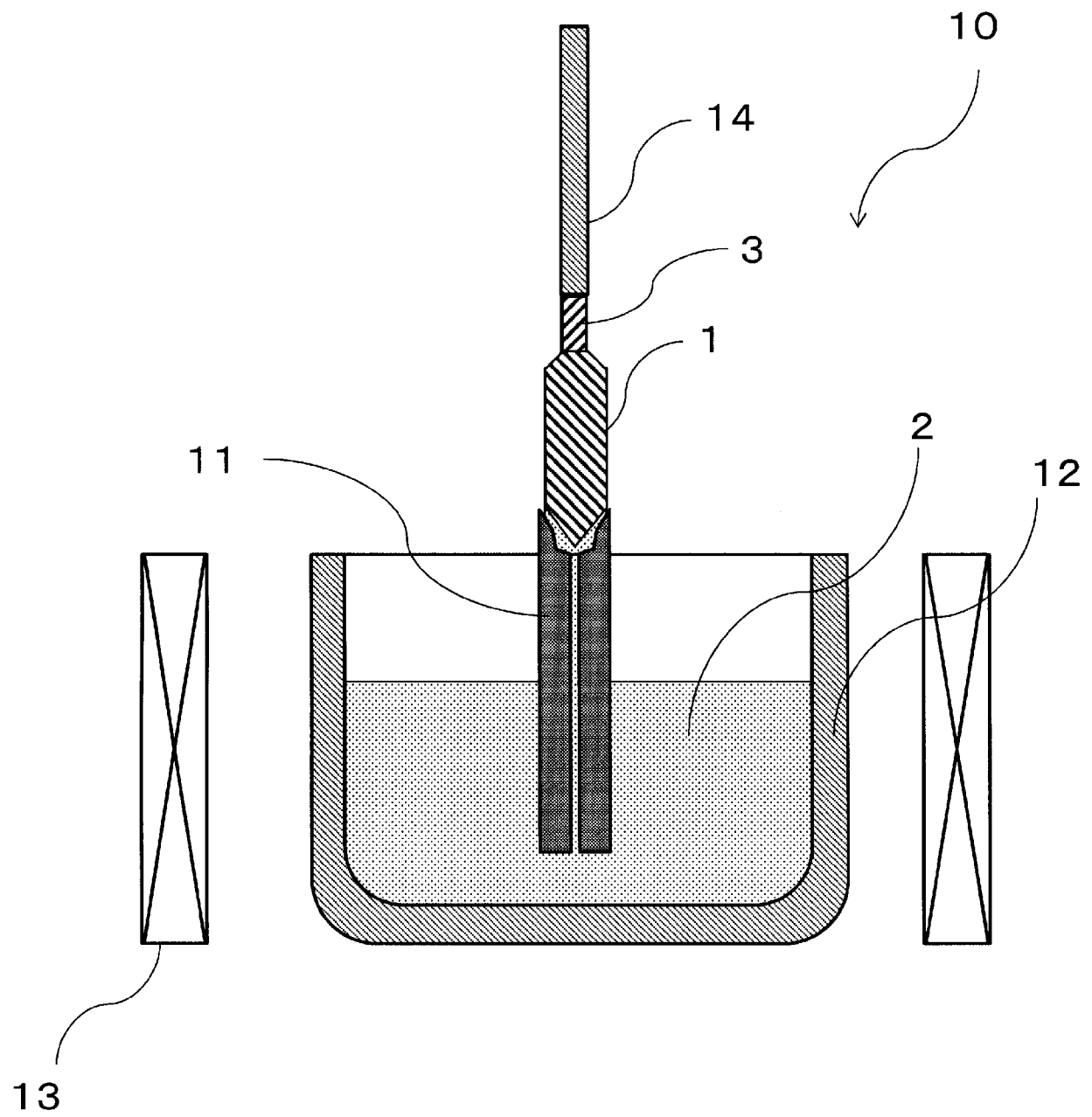
[図2B]



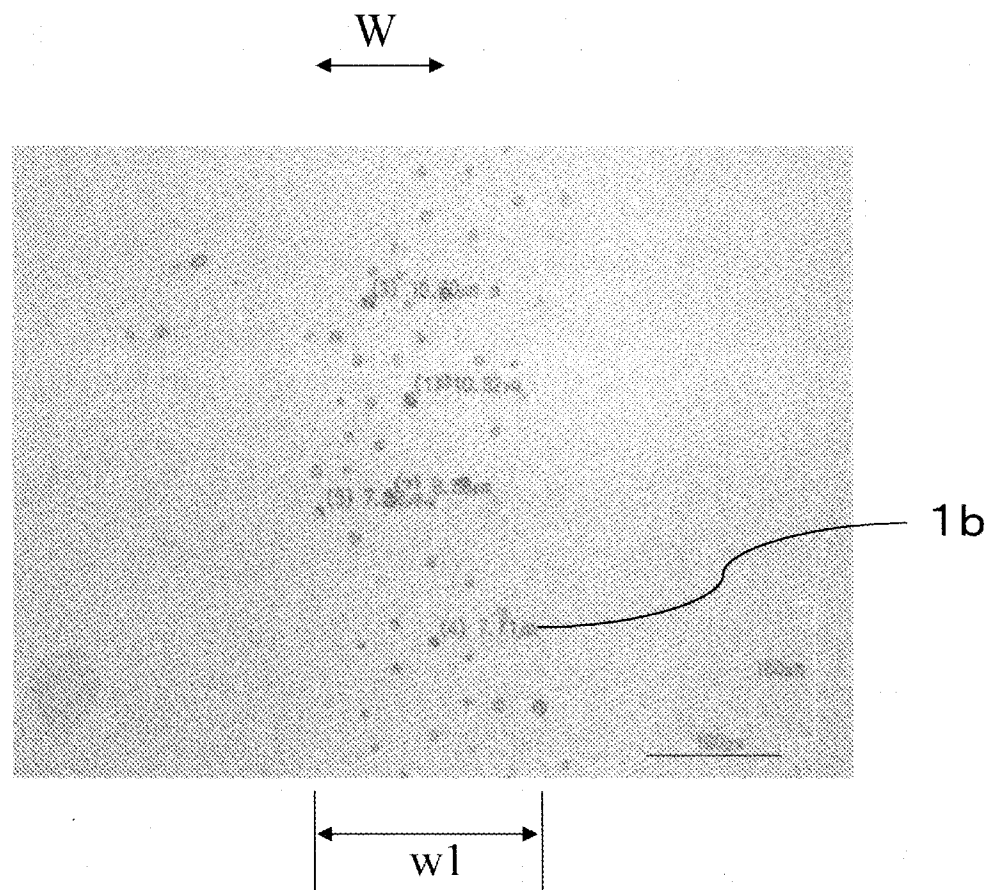
[図2C]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/044971

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C30B29/20 (2006.01) i, C30B15/34 (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)

Int.Cl. C30B29/20, C30B15/34

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	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

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	US 2009/0136731 A1 (SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.) 28 May 2009, paragraphs [0072]-[0073], fig. 5 & WO 2009/055405 A1 & CN 101835927 A & TW 200930849 A	1-3, 5-8, 10-13, 15, 17, 23-24 9, 22-25 4, 14, 16, 18-21
Y		
A		

☒ 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

"I" 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
01 March 2019 (01.03.2019)

Date of mailing of the international search report
12 March 2019 (12.03.2019)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/044971

C (Continuation). 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 2010-504274 A (SAINT-GOBAIN CERAMICS AND PLASTICS, INC.) 12 February 2010, paragraphs [0004], [0060] & US 2008/0075941 A1, paragraphs [0006], [0075] & US 2014/0116323 A1 & US 2017/0226659 A1 & WO 2008/036888 A1 & EP 2082081 A1 & CA 2663382 A & CN 101522961 A & AU 2007299677 A & RU 2009114547 A & TW 200827500 A & KR 10-2011-0093922 A & KR 10-2011-0134935 A & TW 201200644 A & CN 102965729 A & KR 10-2013-0016409 A & KR 10-2013-0016410 A & MX 2009003120 A & UA 96952 C & KR 10-2009-0055644 A	6-9, 25 9, 22-25 1-5, 10-21
Y A	JP 2017-105710 A (NAMIKI PRECISION JEWEL CO., LTD.) 15 June 2017, paragraph [0002] & JP 2017-75083 A & WO 2017/061360 A1	9, 22-25 1-8, 10-21
X A	JP 52-65782 A (AGENCY OF INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 31 May 1977, claims, page 2, lower right column (Family: none)	10-11, 22-24 1-9, 12-21, 25

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C30B29/20(2006.01)i, C30B15/34(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（IPC））

Int.Cl. C30B29/20, C30B15/34

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	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019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 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	US 2009/0136731 A1 (SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.) 2009.05.28, 段落[0072]-[0073], 第5図 & WO 2009/055405 A1 & CN 101835927 A & TW 200930849 A	1-3, 5-8, 10-1 3, 15, 17, 23-2 4 9, 22-25 4, 14, 16, 18-2 1

☒ 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

01.03.2019

国際調査報告の発送日

12.03.2019

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/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）

宮崎 園子

4G

9277

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 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 2010-504274 A (サンーゴバン セラミックス アンド プラス ティクス, インコーポレイティド) 2010. 02. 12, 段落[0004], [0060] & US 2008/0075941 A1, 段落[0006], [0075] & US 2014/0116323 A1 & US 2017/0226659 A1 & WO 2008/036888 A1 & EP 2082081 A1 & CA 2663382 A & CN 101522961 A & AU 2007299677 A & RU 2009114547 A & TW 200827500 A & KR 10-2011-0093922 A & KR 10-2011-0134935 A & TW 201200644 A & CN 102965729 A & KR 10-2013-0016409 A & KR 10-2013-0016410 A & MX 2009003120 A & UA 96952 C & KR 10-2009-0055644 A	6-9, 25 9, 22-25 1-5, 10-21
Y A	JP 2017-105710 A (並木精密宝石株式会社) 2017. 06. 15, 段落 [O O O 2] & JP 2017-75083 A & WO 2017/061360 A1	9, 22-25 1-8, 10-21
X A	JP 52-65782 A (工業技術院長) 1977. 05. 31, 特許請求の範囲, 第 2 頁右下欄 (ファミリーなし)	10-11, 22-24 1-9, 12-21, 25