

(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
2012年10月18日(18.10.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/140816 A1

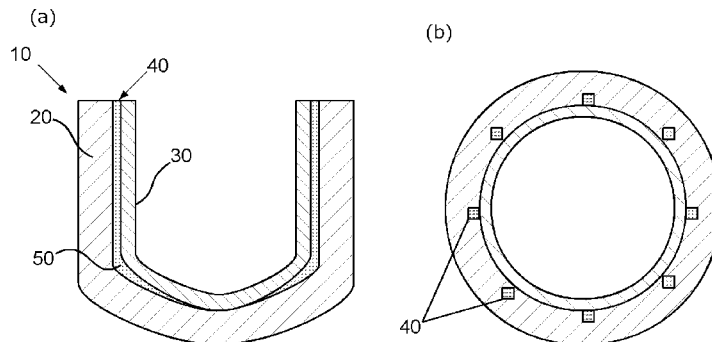
- (51) 国際特許分類:
C03B 20/00 (2006.01) C30B 29/06 (2006.01)
C30B 15/10 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/000975
- (22) 国際出願日: 2012年2月15日(15.02.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-087083 2011年4月11日(11.04.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目6番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 木村 明浩 (KIMURA, Akihiro) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 星 亮二 (HOSHI, Ryoji) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 三田村 伸晃 (MITAMURA, Nobuaki) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 白河工場内 Fukushima (JP). 鎌田 洋之 (KAMADA, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒1100005 東京都台東区上野7丁目6番11号第一下谷ビル8F 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, 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, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, 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,

[続葉有]

(54) Title: QUARTZ GLASS CRUCIBLE, METHOD FOR PRODUCING SAME, AND METHOD FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: 石英ガラスルツボ及びその製造方法、並びにシリコン単結晶の製造方法

[図1]



(57) Abstract: The present invention is a method for producing a quartz glass crucible including the steps of: preparing a substrate for a crucible made of quartz glass and having a crucible shape, producing a synthetic quartz glass material by a direct method or a soot method; processing the synthetic quartz glass material into a crucible shape without pulverizing it; and using heat treatment to bond the inner wall of the substrate for a crucible to the exterior wall of the synthetic quartz glass material processed into a crucible shape, via a silica powder. Provided are a quartz glass crucible capable of avoiding dislocation of a silicon single crystal during production of the silicon single crystal, having high heat resistance, and suppressing decrease of productivity and yield, a method for producing the same, and a method for producing a silicon single crystal using the quartz glass crucible.

(57) 要約: 本発明は、石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材を準備する工程と、直接法又はスート法により合成石英ガラス材を作製する工程と、前記合成石英ガラス材を、粉碎することなくルツボ形状に加工する工程と、前記ルツボ基材の内壁と、前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材の外壁とをシリカ粉末を介して熱処理を行って接着させる工程と、を含むことを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法である。これにより、シリコン単結晶を製造する際のシリコン単結晶の有転位化を回避し、かつ、高い耐熱性を有し、生産性、歩留まりの低下を抑制することができる石英ガラスルツボ及びその製造方法、並びにそのような石英ガラスルツボを用いたシリコン単結晶の製造方法が提供される。



WO 2012/140816 A1

MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラ
シア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：

石英ガラスルツボ及びその製造方法、並びにシリコン単結晶の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の引き上げに用いられる石英ガラスルツボ及びその製造方法、並びにそのような石英ガラスルツボを用いたシリコン単結晶の製造方法に関する。

背景技術

[0002] シリコン単結晶の製造には、チョクラルスキー法（CZ法）と呼ばれる方法が広く採用されている。このチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造では、一般に、石英ガラスルツボ（石英ルツボとも呼ばれる）の内部に多結晶シリコン（ポリシリコン）を充填し、加熱により熔融してシリコン融液とし、このシリコン融液に種結晶を浸漬した後引き上げ、シリコン単結晶インゴットを育成する。

[0003] 従来、シリコン単結晶の育成中に、高温下で石英ガラスルツボに含まれる気泡が膨張し、ルツボ内表面が剥離してシリコン単結晶が有転位化すること（例えば、特許文献1参照）や、石英ガラスルツボ表面がアモルファスからクリストバライトに変わり、このクリストバライトの剥離によってシリコン単結晶が有転位化すること（例えば、特許文献2参照）が言われている。

[0004] チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造中の石英ガラスルツボ表面のクリストバライト化（結晶化）については、特許文献3や特許文献4によると、「結晶化の初期段階では結晶生成核を基点として点状に発生し、単結晶引き上げの進行にともなって、結晶化はリング状に広がる」、「このような結晶化の進展現象により結晶化斑点が生成される。この結晶化斑点の外周部は茶色を呈しているので、茶褐色斑点と呼ばれることもある。」、「結晶化斑点は、単結晶引き上げ時間、すなわち、シリコン融液と石英ルツボの内表

面とが直接接触する時間の経過とともに増加するが、所定の時間が経過すると結晶化斑点は一定の密度に収束して推移する」と記載されている。また、「かかる結晶化斑点はいったん生成した後、シリコン融液により溶解し始め、次第に結晶化斑点の大きさが小さくなる」とも記載されている。

[0005] この石英ガラスルツボ表面のクリストバライト化は、ルツボ中のアルカリ金属などの不純物濃度が高いと促進されると言われている。また、デバイス特性への影響を考えると、不純物濃度は低い方がよい。よって、石英ガラスルツボには気泡がないことや不純物濃度が低いことが求められる。

[0006] 気泡が無く、不純物濃度も極めて低い合成石英ガラスの製造方法として、直接法やスート法が挙げられる。直接法とは、四塩化ケイ素 (SiCl_4) などのケイ素化合物を酸水素火炎中で加水分解することにより直接堆積・ガラス化させて合成する方法である。また、スート法とは、以下のような手順で合成石英ガラスを製造する方法である。まず、直接法よりも低温の約 1100°C で、四塩化ケイ素 (SiCl_4) などのケイ素化合物を酸水素火炎中で加水分解することにより、多孔質のシリカのかたまり (スート) を合成する。これを、塩素系化合物などの適当なガス中で熱処理して水分を除去する。最後に、約 1500°C 以上の温度で回転させながらスートを引き下げて下端から順に加熱してガラス化していく (非特許文献 1 参照)。

[0007] これらの合成石英ガラスを用いて石英ガラスルツボを作ればシリコン単結晶の有転位化を回避できるが、ルツボ自体の耐熱性 (耐熱変形性、変形耐性とも言う) が低い (すなわち、高温下で変形しやすい) という問題がある。この耐熱性の問題を解決する方法として、例えば、(1) シラン化合物から合成された合成石英ガラスを粉砕し、真空下で加熱溶融し、ルツボに成形する方法 (特許文献 5) や、(2) シラン化合物の直接火炎法によって製造された、水素分子含有量が $1 \times 10^{17} \text{ molecules/cm}^3$ 以上である合成石英ガラス部材を粉砕、粒度調整、洗浄の各工程を経て合成石英ガラス粉としたのち、これを真空下にて $1500 \sim 1900^\circ\text{C}$ で電気溶融し、成型する方法 (特許文献 6) が挙げられる。

- [0008] 特許文献5の方法では、合成石英ガラスを粉碎し、その際の粒度を600 μm 以下と規定して、これを 10^{-1}Torr 、1500~1900°Cで真空加熱溶融をすることにより水酸基・塩素の含有量を低下させて耐熱性の良い合成石英ガラスルツボを作ることができる。真空加熱溶融なのでルツボ内に1mm以上の気泡は無い。これは、通常のアーク溶融法によって製造した石英ガラスルツボの気泡レベル（例えば、ルツボ1つあたり、1~2mmの気泡3個程度、2mm以上の気泡なし）よりも良好である。なお、アーク溶融法とは、回転している型内に原料粉を供給しルツボ状の原料粉体層を形成し、その内側からアーク放電加熱し溶融して石英ガラスルツボを製造する方法である（例えば、特許文献7参照）。
- [0009] また、特許文献6の方法によれば、合成石英ガラス部材を水素分子含有量が $1 \times 10^{16}\text{molecules/cm}^3$ 以上で歪点が1130°C以上、OH基含有量、塩素含有量がいずれも1ppm以下のものとしたものは、高純度であり、高温における粘度が例えば1400°Cで 10^{10} ポイズ以上とすることができ、したがってこれをシリコン単結晶引き上げ用ルツボ材とすることができる。
- [0010] また、特許文献8には、石英原料粉を不活性ガス雰囲気下で溶融し、さらに2000°C以上、0.05torr以上の真空度に5時間以上保持して精製して得た石英ガラス片を、石英ガラスルツボの内表面に貼り合わせ、加熱溶融して一体化する方法が開示されている。また、その加熱溶融方法として、アーク放電や酸水素炎バーナ等を用いることが例示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0011] 特許文献1：特開平6-329493号公報
特許文献2：特開2001-342029号公報
特許文献3：特開2001-240494号公報
特許文献4：特開平11-228291号公報

特許文献5：特開平8-40735号公報

特許文献6：特開平8-48532号公報

特許文献7：特開2005-239533号公報

特許文献8：特開2004-2082号公報

非特許文献

[0012] 非特許文献1：非晶質シリカ材料応用ハンドブック、リアライズ社、1999年

発明の概要

[0013] 上記のように、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の引き上げの際のシリコン単結晶の有転位化の回避のため、石英ガラスルツボは高純度（すなわち、不純物が少ない）で、かつ気泡が無いものが求められ、さらに、同時にルツボの耐熱性も必要である。

[0014] 特許文献5及び特許文献6の方法のいずれも合成石英を粉砕しているため、アーク溶融法よりはルツボ内の気泡が少ないといえども皆無ではない。そのため、昨今のシリコン単結晶の大型化により石英ガラスルツボへの熱負荷も大きくなっている現状では、シリコン単結晶製造中にルツボ内の気泡が膨張してしまう。これが原因となってシリコン単結晶が有転位化するケースが多いという問題があった。

[0015] また、特許文献8の方法で用いている石英材料は、合成石英の粉を溶融し、精製した石英ガラス片である。従って、石英ガラス片中に少なからず気泡が存在している。そのため、特許文献8に開示された石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶を製造しても、シリコン単結晶の有転位化を十分抑制できないという問題がある。また、加熱溶融方法にしても、ガラス片を石英ガラスルツボに酸水素炎バーナで溶着することは、うまく熱を伝えることができず、現実的には非常に難しい。また、ルツボが大型化すると、酸水素炎バーナやアーク放電では局所的な加熱による大きな温度勾配によりルツボや石英ガラス片が割れる可能性が高く、現実には溶着するのは非常に困難である。

[0016] このような問題点を解決する方法として、直接法またはスート法により合

成石英ガラスを作製し、該合成石英ガラスを粉砕することなくルツボ形状に加工し、該ルツボ形状に加工された合成石英ガラス（以下、内ルツボともいう。）を、石英ガラスからなるルツボ基材（以下、外ルツボともいう。）の内面に溶着させて石英ガラスルツボを製造する方法を考案した。

[0017] このような方法であれば、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低い内ルツボを作製することができる。そしてこの内ルツボを外ルツボの内面に溶着するので、気泡やクリストパライトに起因するシリコン単結晶の有転位化を回避することができる耐熱性にも優れた石英ガラスルツボを製造することができる。

[0018] しかしこのような方法においては、外ルツボの内面形状にぴったりと合った外面形状を持つ内ルツボを作るのは容易ではなく、内ルツボの外壁と外ルツボの内壁との間に間隙が出来てしまう場合がある。この間隙が単結晶製造時の加熱によって広がり、ルツボが膨張してしまうと、操業の経過に伴うルツボの上昇によりルツボ上部にある炉内部品と干渉して破損してしまう危険がある。従って、このようなルツボの膨張が確認された場合には操業を途中で止めざるを得ず、これによって引き上げ中の結晶を規定長さ通りに引き上げることが出来なくなり、また複数本の単結晶棒を引き上げる場合はマルチ回数（多結晶シリコン原料のルツボへの再充填回数のことをいう。）を減らすことになり、生産性、歩留まりが低下してしまう問題があった。

[0019] 本発明は、これらの問題点を鑑みてなされたもので、シリコン単結晶を製造する際のシリコン単結晶の有転位化を回避し、かつ、高い耐熱性を有し、生産性、歩留まりの低下を抑制することができる石英ガラスルツボ及びその製造方法、並びにそのような石英ガラスルツボを用いたシリコン単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

[0020] 本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材を準備する工程と、直接法又はスート法により合成石英ガラス材を作製する工程と、前記合成石英ガラス材を、粉砕することなくルツボ形状に加工する工程と、前記ルツボ基材の内壁と、前記

ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材の外壁とをシリカ粉末を介して熱処理を行って接着させる工程とを含むことを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法を提供する。

[0021] このような方法であれば、直接法又はスート法により作製された合成石英ガラス材を粉砕することなくルツボ形状に加工するため、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低いままルツボ形状を有する合成石英ガラス材とすることができる。また、この合成石英ガラス材を石英ガラスからなるルツボ基材の内側に接着するので、石英ガラスルツボのうち、この合成石英ガラス材からなる部分を、シリコン単結晶を製造する際のシリコン融液と接触するルツボ内面とすることができ、気泡やクリストバライトに起因するシリコン単結晶の有転位化を回避することができる。

さらに、ルツボ基材と合成石英ガラス材を、シリカ粉末を介して接着するため、ルツボ基材の内壁と合成石英ガラスの外壁との間隙がシリカ粉末によって充填される。これによって、シリコン単結晶引上げ時の加熱によって前記間隙が広がってしまい、これによってルツボが膨張することを抑制でき、従って炉内装置やルツボの破損によって操業を停止させなければならない事態に陥ることもないため、生産性、歩留まりの低下を抑制できる石英ガラスルツボを製造することができる。

[0022] またこのとき、前記接着工程において、前記ルツボ基材と前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材を重ね合わせた後、前記ルツボ基材の内壁上部と前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材の外壁上部の一部を溶接することによって、ルツボ外部から前記ルツボ基材と前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材との間隙に通じる穴を設け、該間隙に通じる穴よりシリカ粉末を導入し充填させた後、熱処理を行うことができる。

[0023] このように、ルツボ基材の内壁上部と合成石英ガラス材の外壁上部を溶接してからそれらの間隙にシリカ粉末を充填させることにより、合成石英ガラス材をルツボ基材にある程度固定させることができるため、安定してシリカ粉末を充填させることができる。また、このようにシリカ粉末を間隙に充填

させる方法として、上記のように間隙に通じる穴を設けて、この間隙に通じる穴よりシリカ粉末を導入すれば、より効率的かつ確実にシリカ粉末を充填させることができる。

[0024] また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法では、前記熱処理による接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、該合成石英ガラス材の内部に多結晶シリコンを充填し、該多結晶シリコンをシリコン単結晶引上機内で溶融する際の加熱により同時に行うことができる。

[0025] また、本発明は、このような石英ガラスルツボの製造方法によって、前記多結晶シリコンの溶融と同時に前記石英ガラスルツボを製造し、引き続き、前記多結晶シリコンの溶融によって生じたシリコン融液からチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法を提供する。

[0026] このように、合成石英ガラス材とルツボ基材との接着を、シリコン単結晶引上機内で多結晶シリコンを溶融する際の加熱により同時に行うこととし、また、その後引き続き、シリコン融液からシリコン単結晶を引き上げることとすれば、全体として工程を減らすことができる上に、ルツボを一旦冷却する必要が無い。そのため、シリコン単結晶を製造するために必要な総エネルギーや製造時間を削減することができる。

[0027] また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法では、前記接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、電気炉を用いて、前記ルツボ基材及び合成石英ガラス材を加熱して行うこともできる。

[0028] また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法では、前記接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、シリコン単結晶引上機内において、前記ルツボ基材及び合成石英ガラス材を加熱して行うこともできる。

[0029] このように、合成石英ガラス材とルツボ基材との接着は、電気炉又は引上

機内での加熱によって行うこともできる。そして、全体を一度に接着できるので、局所的な温度勾配が生じることもなく、割れが発生することもない。

[0030] また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法では、前記合成石英ガラス材の作製工程において、前記合成石英ガラス材を厚さ 1 mm 以上の板状のものとして作製することが好ましい。

[0031] このようにして合成石英ガラス材を作製すれば、ルツボ形状への加工の際の破損を防止することができる。また、ルツボ形状に加工し、ルツボ基材の内部へシリカ粉末を介して配置した後又はその後接着した後に、シリコン単結晶の原料の多結晶シリコンを充填する際の破損を防止することができる。

[0032] また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法では、前記合成石英ガラス材のルツボ形状への加工工程において、一つの又は複数の前記合成石英ガラス材から前記ルツボ形状を構成することができる。

[0033] このように、合成石英ガラス材のルツボ形状への加工は、一つの合成石英ガラス材からルツボ形状としてもよいし、複数の合成石英ガラス材を溶接等によって組み合わせてルツボ形状としてもよい。

[0034] また、本発明は、上記のいずれかの石英ガラスルツボの製造方法によって製造されたことを特徴とする石英ガラスルツボを提供する。

[0035] すなわち、本発明は、石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材と、粉碎されることなくルツボ形状に加工された合成石英ガラス材とを具備し、

前記合成石英ガラス材は直接法又はスート法により作製され、実質的に気泡を含まないものであって、前記ルツボ基材の内壁と前記合成石英ガラス材の外壁とが、シリカ粉末を介して接着されたものであることを特徴とする石英ガラスルツボを提供する。

[0036] このような石英ガラスルツボであれば、直接法又はスート法により作製された合成石英ガラス材、すなわち、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低い合成石英ガラス材をルツボ基材の内側に接着した石英ガラスルツボであるので、シリコン単結晶を製造する際に、気泡やクリストバライ

トに起因するシリコン単結晶の有転位化を回避することができる。また、石英ガラスルツボの耐熱性を確保することができる。

さらに、ルツボ基材と合成石英ガラス材が、シリカ粉末を介して接着されているため、ルツボ基材の内壁と合成石英ガラス材の外壁との間隙がシリカ粉末によって充填される。これによって単結晶製造時の加熱によってルツボが膨張し、操業を停止させなければならない事態にも陥ることはないため、生産性、歩留まりの低下を抑制することができるルツボとなる。

[0037] また、前記合成石英ガラス材は、厚さが1 mm以上であることが好ましい。

[0038] このようなものとするれば、シリコン単結晶の製造中に、合成石英ガラス材の溶解による、シリコン融液と、シリカ粉末やルツボ基材との接触を防止することができる。これにより、シリコン融液を、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低いルツボ内表面と常に接触させることができ、より効果的にシリコン単結晶の有転位化を回避することができる。

[0039] また、本発明は、上記のいずれかの石英ガラスルツボの内部にシリコン融液を保持し、該シリコン融液からチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法を提供する。

[0040] このように、本発明の石英ガラスルツボを用いたチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であれば、気泡やクリストバライトに起因するシリコン単結晶の有転位化を回避し、さらにはルツボの膨張による操業の停止に起因する生産性、歩留まりの低下を抑制しながらシリコン単結晶を製造することができる。

[0041] 以上のように、本発明に係る石英ガラスルツボの製造方法であれば、直接法又はスート法により作製され、粉碎もされていないことから、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低い合成石英ガラス材を、シリコン単結晶を製造する際のシリコン融液と接触するルツボ内面として石英ガラスルツボを製造することができる。また、ルツボ基材と合成石英ガラス材との

間隙をシリカ粉末によって充填させることによって、単結晶製造時の加熱によるルツボの膨張を抑制することができる。そしてこのような石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶の製造を行えば、気泡やクリストバライトに起因するシリコン単結晶の有転位化を回避し、さらに炉内装置やルツボの破損による操業の停止を回避し、生産性、歩留まりの低下を抑制することができる。

図面の簡単な説明

[0042] [図1]本発明の石英ガラスルツボの概略断面図及び上面図の一例を示した図である。

発明を実施するための形態

[0043] 以下、本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

[0044] 本発明の石英ガラスルツボの一例として、図1に示したような石英ガラスルツボについて説明する。

本発明の石英ガラスルツボ10は、石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材20と、ルツボ基材20の内側に位置するルツボ形状の合成石英ガラス材30とを具備する。この合成石英ガラス材30は、直接法又はスート法により作製され、実質的に気泡を含まないものである。

[0045] 合成石英ガラス材30は、後述するように、直接法又はスート法により作製した合成石英ガラス材を、粉砕することなくルツボ形状に加工して形成したものである。

石英ガラスルツボ10を構成する材料として、熱変形しやすい合成石英ガラス材30を用いても、ルツボ基材20の内部に位置するので、耐熱性をルツボ基材20に担わせることができ、石英ガラスルツボ10の耐熱性を確保することができる。

[0046] そしてルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙には、シリカ粉末50が充填されている。ルツボ基材20と合成石英ガラス材30とは、焼結

した、または溶解した後固化したシリカ粉末50を介して接着されている。

[0047] このようなシリカ粉末50が充填されていることにより、ルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙が、単結晶製造時の加熱によって広がり、石英ガラスルツボ10が膨張することを抑制することができる。

ここで、シリカ粉末50の純度及び粒度は特には限定されず、直接シリコン融液に触れるわけではないので純度の低い天然粉でも良いが、より不純物汚染を少なくできるため、含有される不純物の少ない合成粉が好ましい。

[0048] このような石英ガラスルツボ10は、以下のようにして製造することができる。

[0049] まず、石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材20を準備する（工程a）。

ここで準備するルツボ基材20は、通常の石英ガラスルツボでよい。ただし、本発明によって製造する石英ガラスルツボ10との区別のため、本発明の説明においては「ルツボ基材」と呼ぶ。本発明のルツボ基材20は、現在工業的に使用されている石英ガラスルツボを用いれば良く、その製法も特に限定されず、例えば、現在工業的に実施されているアーク溶融法で良い。アーク溶融法とは、例えば特許文献7に開示されているような、回転している型内に原料粉を供給しルツボ状の原料粉体層を形成し、その内側からアーク放電加熱し溶融して石英ガラスルツボを製造する方法である。その他、ゾルゲル法や、スリップキャスト法等によりルツボ基材を製造することができる。この場合、ルツボ基材の内面は、必ずしも高純度層や無気泡層となっている必要はない。

[0050] 一方、ルツボ基材20の内側にシリカ粉末50を介して接着するための、ルツボ形状の合成石英ガラス材30を以下のようにして準備する。

[0051] まず、直接法又はスート法により合成石英ガラス材を作製する（工程b）。直接法又はスート法によれば、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低い合成石英ガラス材を作製することができる。

[0052] このとき、合成石英ガラス材を厚さ1mm以上の板状のものとして作製す

ることが好ましい。合成石英ガラス材の厚さが1 mm以上であれば、後述のように、ルツボ形状への加工の際の破損を防止することができる。また、後述のように、シリコン単結晶の原料の多結晶シリコンを充填する際の破損も防止することができる。一方、合成石英ガラス材の厚さは10 mm以下であることが望ましい。このような厚さであれば、R加工などの工数が増えすぎることがない。また、板状の合成石英ガラス材はフォトマスク用などとして市販もされており、容易に入手可能である。

[0053] 次に、合成石英ガラス材を、粉砕することなくルツボ形状に加工する（工程c）。これにより、図1に示したようなルツボ形状を有する、合成石英ガラス材30とすることができる。

[0054] この工程では、直接法又はスート法により作製された合成石英ガラス材を粉砕することなく加工するため、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低いまま、ルツボ形状の合成石英ガラス材30とすることができる。また、工程数も減少することから、安価に準備することができる。

[0055] なお、本発明の石英ガラスルツボの製造では行わない、「合成石英ガラス材の粉砕」とは、合成石英ガラス材から粉末（例えば、平均粒径1 mm以下の粉末）への加工を意味し、すなわち、直接法またはスート法により製造した合成石英ガラス材から直接塊状、板状等の形状に切り出し、加工すること等は含まない。本発明の石英ガラスルツボの製造においては、このような切り出し、加工等を行うことができる。

[0056] この工程cでは、合成石英ガラス材がルツボ形状となるように加工すればよく、その具体的な方法は特に限定されない。ルツボ形状の合成石英ガラス材30の作製の際には適宜歪除去熱処理や、加工工程中に導入された不純物を除去するための酸洗浄などを行うことができる。また、合成石英ガラス材のルツボ形状への加工において、一つの合成石英ガラス材からルツボ形状を構成してもよいし、複数の合成石英ガラス材からルツボ形状を構成してもよい。

[0057] 一つの合成石英ガラス材からルツボ形状を構成するには、例えば、カーボ

ン製や合成石英製の治具に熱をかけながら押し付け、または合成石英ガラス材の自重により一気にルツボ形状へと加工することができる。このような場合、合成石英ガラス材を板状としておけば加工が容易となり、好ましい。

[0058] 複数の合成石英ガラス材からルツボ形状を構成する場合には、各々の合成石英ガラス材をルツボ形状へと加工しやすい合成石英ガラス片とすることができる。このような合成石英ガラス片の個々の形状は特に限定されない。

複数の合成石英ガラス材は、R加工等や酸水素炎バーナー等を用いた溶接により、複数の合成石英ガラス材からルツボ形状を構成するようにすることができる。このような加工及び溶接等は、後述のルツボ基材に接着する工程（工程d）よりも前に行えばよい。

[0059] 以上のような工程b及び工程cを経て、ルツボ形状の合成石英ガラス材30が準備される。

[0060] なお、ルツボ基材の準備（工程a）と、合成石英ガラス材の作製及びルツボ形状への加工（工程b及び工程c）とは独立に行うことができ、どちらを先に行ってもよいし、並行して行うこともできる。

[0061] 次に、ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材30を、シリカ粉末50を介してルツボ基材20の内側に接着し（工程d）、石英ガラスルツボ10を製造する。ここで、ルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間にシリカ粉末50を充填させる必要があるが、充填方法については特に限定されない。

[0062] 例えば、図1に示すように、ルツボ基材20と合成石英ガラス30を重ね合わせた後、ルツボ基材20の内壁上部和合成石英ガラス材30の外壁上部の一部を溶接する（すなわち、溶接しない部分を残す）ことによって、石英ガラスルツボ10外部（上部）からルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙に通じる穴40を設け、該穴40からシリカ粉末50を導入し充填させることができる。このような方法によれば、ルツボ基材20と合成石英ガラス材30をある程度固定してからより安定してシリカ粉末50を導入することができるため好ましい。

また、穴40を複数箇所に設けることとすれば、より効率的にシリカ粉末50を導入できるため好ましい。

[0063] この接着は確実に行う必要がある。具体的には、例えば、以下の3つの方法がある。

[0064] (第1の接着方法)

第1の接着方法では、まず、ルツボ基材20の内部にルツボ形状に加工した合成石英ガラス材30を配置(セット)する。このときのルツボ形状の合成石英ガラス材30としては、一つの合成石英ガラス材からルツボ形状に加工したもの、複数の合成石英ガラス材を溶接してルツボ形状としたもののいずれでもよい。また、予めルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙にはシリカ粉末50を充填させておき、これをシリコン単結晶引上げ機内に配置する。次に、合成石英ガラス材30の内部に多結晶シリコンを充填する。このとき、合成石英ガラス材30の内部に予め多結晶シリコンを充填しておき、次に多結晶シリコンを充填したルツボをシリコン単結晶引上げ機内に配置してもよい。次に、多結晶シリコンをシリコン単結晶引上げ機内で加熱し、この多結晶シリコンをシリコン単結晶引上げ機内で溶融する際の加熱により、シリカ粉末50を介するルツボ基材20とルツボ形状の合成石英ガラス材30との接着を多結晶シリコンの溶融と同時に行う。パワー(加熱のための投入電力)や加熱時間は任意であり、通常多結晶シリコンの溶融と同様に、引上げ機、ルツボのサイズ等に依存して決定することができる。

[0065] この方法によれば、多結晶シリコンの溶融と同時に石英ガラスルツボ10が製造される。この場合、多結晶シリコンの溶融及び石英ガラスルツボの製造の後、引き続き引上げ機内において、多結晶シリコンの溶融によって生じたシリコン融液からチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造することができる。

[0066] このようにすれば、石英ガラスルツボ10を製造した後シリコン単結晶を製造するまでの間に一旦冷却する必要が無い。そのため、シリコン単結晶を製造するために必要な総エネルギーを削減することができる。また、工程数

の増加も最小限とすることができ、コストの上昇を抑えられるほか、内側のシリコン融液の存在により合成石英ガラス材のルツボ基材への接着が均一に行われる利点もある。

[0067] (第2の接着方法)

第2の接着方法では、ルツボ基材20の内部にルツボ形状に加工した合成石英ガラス材30を配置し、また予めルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙にはシリカ粉末50を充填させておく。その後電気炉を用いて、ルツボ基材20及び合成石英ガラス材30を加熱して、シリカ粉末50を介して接着を行う。

[0068] (第3の接着方法)

第3の接着方法では、ルツボ基材20の内部にルツボ形状に加工した合成石英ガラス材30を配置し、また予めルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙にはシリカ粉末50を充填させておく。その後シリコン単結晶引上機内において、ルツボ基材20及び合成石英ガラス材30を加熱して、シリカ粉末50を介して接着を行う。

[0069] 第2又は第3の接着方法の場合は、ルツボ形状の合成石英ガラス材30として、一つの合成石英ガラス材からルツボ形状に加工したもの、又は、複数の合成石英ガラス材からR加工等した後、溶接してルツボ形状としたものを、ルツボ基材20の内部に配置することができる。

また、パワー（加熱のための投入電力）や加熱時間は任意であり、必要に応じて決定することができる。

[0070] なお、第1～3の接着方法のいずれの方法であっても、ルツボ基材20と合成石英ガラス材30との間隙に雰囲気ガスが閉じ込められないよう、気抜きを設けることが好ましい。

[0071] 以上のような工程a～dを経て、図1に示した石英ガラスルツボ10を製造することができる。

[0072] このような本発明に係る石英ガラスルツボ10を用いてチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造すれば、気泡やクリストバライトに起因する

シリコン単結晶の有転位化を回避してシリコン単結晶を製造することができる。

[0073] 本発明の石英ガラスルツボ10を用い、それ以外は、通常通りのチョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造することができる。すなわち、本発明の石英ガラスルツボ10の内部にシリコン融液を保持し、該シリコン融液からチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造する。また、磁場をかけながらシリコン単結晶の育成を行うなど、チョクラルスキー法に関する公知の手法を適宜行うことができる。

[0074] ただし、上記の「第1の接着方法」の場合には、前述のように、多結晶シリコンをシリコン単結晶引上機内で溶融する際の加熱により、シリカ粉末50を介したルツボ基材20と合成石英ガラス材30との接着を多結晶シリコンの溶融と同時に行う。この方法の場合も、その後のシリコン融液からのシリコン単結晶の引き上げは通常のチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造の場合と同様に行うことができる。

[0075] なお、石英ガラスルツボ10を構成する、接着後の合成石英ガラス材30は厚さ1mm以上とすることが好ましい。このようにするためには、例えば、合成石英ガラス材の作製（工程b）において合成石英ガラス材を厚さ1mm以上の板状のものとして作製し、これをルツボ形状に加工し、シリカ粉末50を介してルツボ基材20に接着することなどにより行うことができる。

[0076] 合成石英ガラス材30が厚さ1mm以上であれば、シリコン単結晶の原料の多結晶シリコンを充填する際の破損を防止することができる。また、シリコン単結晶の製造中に、合成石英ガラス材30の溶解による、シリコン融液と、シリカ粉末50やルツボ基材20との接触を防止することができる。これにより、シリコン融液を、実質的に気泡を含まず、また、不純物濃度も極めて低いルツボ内表面と常に接触させることができ、より効果的にシリコン単結晶の有転位化を回避することができる。一方、合成石英ガラス材30の厚さは、10mm以下であれば、コスト的にもより望ましい。

実施例

[0077] 以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、これらは本発明を限定するものではない。

[0078] (実施例 1)

図 1 に示したように、直径 26 インチ (660 mm) の石英ルツボを外ルツボとし、直接法で作製した厚さ 5 mm の合成石英ガラスの板を直径 620 mm のルツボ形状に変形・加工したものを内ルツボとして、外ルツボの内壁上部と内ルツボの外壁上部とを、酸水素炎バーナーにより長さ 20 mm の穴が 8 箇所出来るように溶接した。その後、8 箇所の穴からそれぞれ外ルツボと内ルツボとの間にシリカ粉末を 15 kg 充填して間隙を埋めた。このように準備された内ルツボに 170 kg の多結晶シリコン原料を充填し、シリコン単結晶引き上げ機内で多結晶シリコン原料の溶融を行った。この際に、多結晶シリコン原料の溶融と同時に、間隙に充填されたシリカ粉末を焼結体とし、ルツボを接着した。

[0079] このような石英ガラスルツボを 10 個 (= 10 バッチ) 用意して、それぞれのルツボにおいて 2 本引きで直径 200 mm のシリコン単結晶を引き上げた。その結果、全てのルツボで 1 本目、2 本目共に内ルツボと外ルツボの間隙が広がることは無く、内ルツボも膨張しなかった。そして引き上げられたシリコン単結晶は、2 本ともに一度も有転位化することなく、再溶融無しで全 20 本の DF (無転位) 結晶が引き上がり、当初の予定通りに 2 本引きの操業を終えることが出来た。このときの結果を下記表 1 に示す。

[0080] (比較例 1)

直径 26 インチ (660 mm) の石英ルツボの内側に、直接法で作製した厚さ 5 mm の合成石英ガラスの板をルツボ形状に変形・加工したものをセットし、両者の上端を酸水素炎バーナーにより溶接した。これに多結晶シリコン原料を充填し、多結晶シリコン原料の溶融を行った。即ち、内ルツボと外

ルツボの間隙にシリカ粉末は充填しなかった。尚、多結晶シリコンのチャージ量は170kgである。

このようなルツボを10個(=10バッチ)用意して、それぞれのルツボにおいて2本引きで直径200mmのシリコン結晶を引き上げた。その結果、全てのルツボで1本目は内ルツボと外ルツボの間隙が膨らむことは無く、内ルツボは膨張しなかった。また、シリコン結晶は一度も有転位化することなく、再溶融無しで10本のDF(無転位)結晶を得ることが出来た。しかし2本目では、2個のルツボで内ルツボが内側に膨張してしまい、結晶引き上げを断念せざるを得なかった。このときの結果を下記表1に示す。

[0081] (比較例2)

従来の直径26インチ(660mm)の石英ルツボに多結晶シリコン原料を充填し、多結晶シリコン原料の溶融を行った。尚、多結晶シリコンのチャージ量は170kgである。

このようなルツボを10個(=10バッチ)用意して、それぞれのルツボにおいて2本引きで直径200mmのシリコン結晶を引き上げた。その結果、10個のルツボの合計で、1本目では9回、2本目では5回、シリコン結晶は有転位化した。これらは再溶融をすることで最終的には全20本のDF(無転位)結晶を得ることが出来たが、再溶融による生産性の低下が発生した。このときの結果を下記表1に示す。

尚、比較例2においては従来の外ルツボのみで構成される石英ルツボを用いているため、内ルツボと外ルツボとの間隙が熱によって広がってしまうことに起因するルツボの膨張は当然発生しない。このため下記表1においては、実施例1の結果と区別できるように斜線で示してある。

[0082]

[表1]

	実施例		比較例1		比較例2	
ルツボ形態	内ルツボ+外ルツボ 間隙にシリカを充填		内ルツボ+外ルツボ シリカを充填なし		従来の石英ルツボ (外ルツボのみ)	
マルチ数	1	2	1	2	1	2
10バッチでの全有転位化数	0	0	0	0	9	5
膨張したルツボ数	0	0	0	2		

[0083] 表1からわかるように、本発明に係る石英ガラスルツボの製造方法に従い、気泡が無く、不純物濃度も極めて低い合成石英ガラス材をルツボ内面部の構成材料とすれば、シリコン単結晶の有転位化を抑制することができる。またその際に、外ルツボと内ルツボとの間隙にシリカ粉末を充填させ、該シリカ粉末を介してこれらルツボ同士を接着させることにより、単結晶製造時の加熱によって前記間隙が広がってしまい、製造中のルツボが膨張してしまうことを抑制することができる。

[0084] なお、上記の比較例において、有転位化した場合には、その後には再溶融を行い、再びシリコン単結晶を育成しており、最終的には無転位のシリコン単結晶が得られている。しかし製造時間を短縮して生産性を向上するためには有転位化を回避することが求められるため、本発明は生産性向上に極めて有効である。しかも、シリコン融液に接しているのは、高純度の合成石英ガラスであるので、得られるシリコン単結晶の高純度化も図れる。

[0085] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

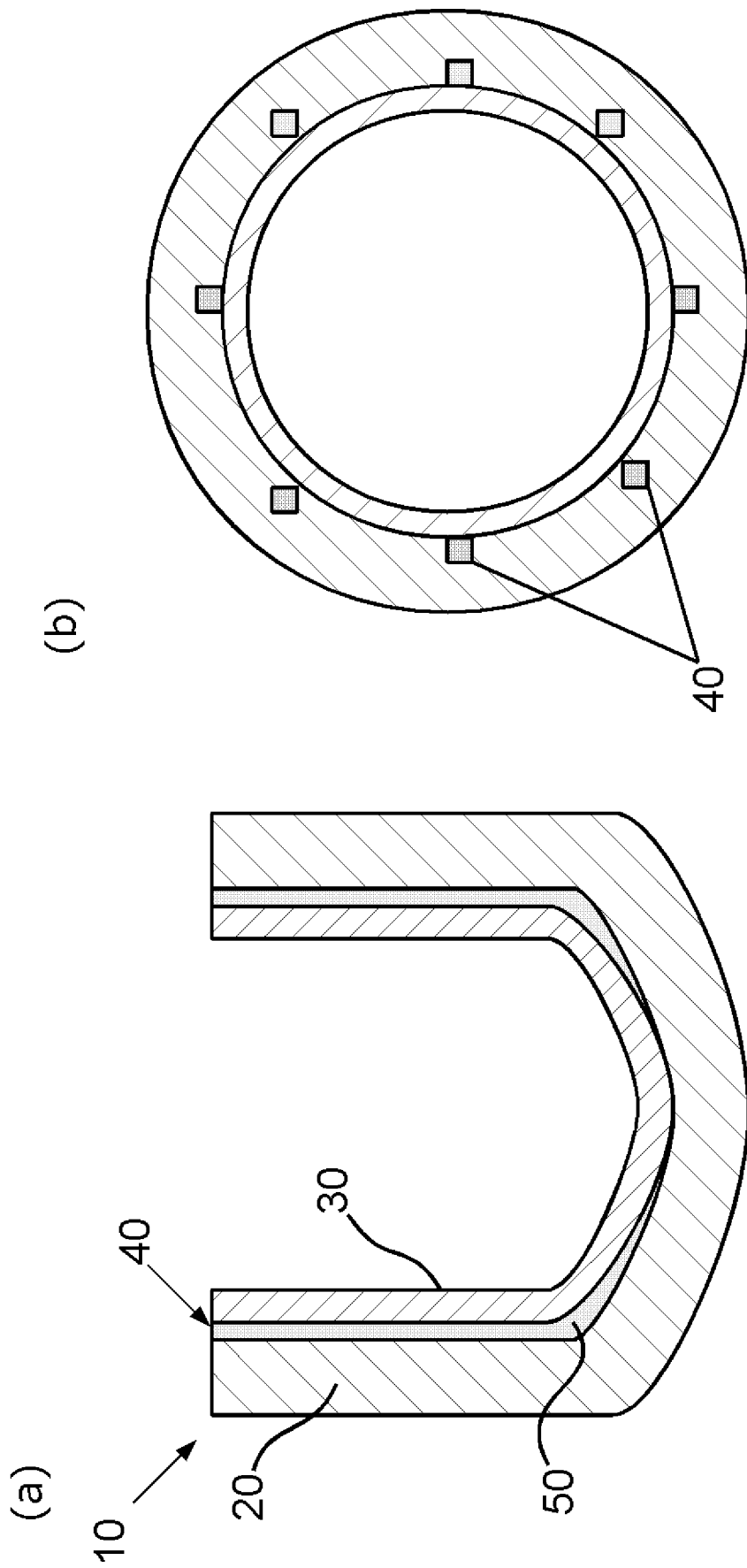
請求の範囲

- [請求項1] 石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材を準備する工程と、
直接法又はスート法により合成石英ガラス材を作製する工程と、
前記合成石英ガラス材を、粉碎することなくルツボ形状に加工する工程と、
前記ルツボ基材の内壁と、前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材の外壁とをシリカ粉末を介して熱処理を行って接着させる工程と、
を含むことを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項2] 前記接着工程において、前記ルツボ基材と前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材を重ね合わせた後、前記ルツボ基材の内壁上部和前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材の外壁上部の一部を溶接することによって、ルツボ外部から前記ルツボ基材と前記ルツボ形状に加工された合成石英ガラス材との間隙に通じる穴を設け、該間隙に通じる穴よりシリカ粉末を導入し充填させた後、熱処理を行うことを特徴とする請求項1に記載の石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項3] 前記熱処理による接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、該合成石英ガラス材の内部に多結晶シリコンを充填し、該多結晶シリコンをシリコン単結晶引上機内で溶融する際の加熱により同時に行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載の石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項4] 前記熱処理による接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、電気炉を用いて、前記ルツボ基材及び合成石英ガラス材を加熱して行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載の石英ガラスルツボの製造方法。

- [請求項5] 前記熱処理による接着を、前記ルツボ基材の内部に前記ルツボ形状に加工した合成石英ガラス材を、前記シリカ粉末を介して配置し、シリコン単結晶引上機内において、前記ルツボ基材及び合成石英ガラス材を加熱して行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載の石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項6] 前記合成石英ガラス材の作製工程において、前記合成石英ガラス材を厚さ1mm以上の板状のものとして作製することを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか一項に記載の石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項7] 前記合成石英ガラス材のルツボ形状への加工工程において、一つの又は複数の前記合成石英ガラス材から前記ルツボ形状を構成することを特徴とする請求項1乃至請求項6のいずれか一項に記載の石英ガラスルツボの製造方法。
- [請求項8] 請求項1乃至請求項7のいずれか一項に記載の石英ガラスルツボの製造方法によって製造されたことを特徴とする石英ガラスルツボ。
- [請求項9] 石英ガラスからなり、ルツボ形状を有するルツボ基材と、
粉砕されることなくルツボ形状に加工された合成石英ガラス材と
を具備し、
前記合成石英ガラス材は直接法又はスート法により作製され、実質的に気泡を含まないものであって、前記ルツボ基材の内壁と前記合成石英ガラス材の外壁とが、シリカ粉末を介して接着されたものであることを特徴とする石英ガラスルツボ。
- [請求項10] 前記合成石英ガラス材は、厚さが1mm以上であることを特徴とする請求項8または請求項9に記載の石英ガラスルツボ。
- [請求項11] 請求項8乃至請求項10のいずれか一項に記載の石英ガラスルツボの内部にシリコン融液を保持し、該シリコン融液からチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

[請求項12] 請求項3に記載の石英ガラスツボの製造方法によって、前記多結晶シリコンの溶融と同時に前記石英ガラスツボを製造し、引き続き、前記多結晶シリコンの溶融によって生じたシリコン融液からチョクラスキー法によりシリコン単結晶を引き上げることによってシリコン単結晶を製造することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/000975

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C03B20/00(2006.01)i, C30B15/10(2006.01)i, C30B29/06(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)

C03B20/00, C30B15/10, C30B29/06

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 1996-2012

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2012 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2012

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 A	JP 2004-2082 A (Japan Super Quartz Inc.), 08 January 2004 (08.01.2004), claims; examples (Family: none)	8-11 1-7, 12
Y	Yoriyuki MURAKAWA, Hishoshitsu Silica Zairyo Oyo Handbook, Kabushiki Kaisha Realize Sha, 1999, page 25	8-11
A	WO 2011/019012 A1 (Japan Super Quartz Inc.), 17 February 2011 (17.02.2011), claims; examples (Family: none)	1-12

 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
08 May, 2012 (08.05.12)Date of mailing of the international search report
22 May, 2012 (22.05.12)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/000975

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 64499/1986 (Laid-open No. 175077/1987) (Shin-Etsu Quartz Products Co., Ltd.), 06 November 1987 (06.11.1987), entire text (Family: none)	1-12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. C03B20/00(2006.01)i, C30B15/10(2006.01)i, C30B29/06(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. C03B20/00, C30B15/10, C30B29/06

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 1971-2012年
 日本国実用新案登録公報 1996-2012年
 日本国登録実用新案公報 1994-2012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
Y A	JP 2004-2082 A (ジャパンスーパークォーツ株式会社) 2004.01.08, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	8-11 1-7, 12
Y	村川順之, 非晶質シリカ材料応用ハンドブック, 株式会社リアライズ社, 1999, p. 25	8-11
A	WO 2011/019012 A1 (ジャパンスーパークォーツ株式会社) 2011.02.17, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1-12

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 08.05.2012	国際調査報告の発送日 22.05.2012
--------------------------	--------------------------

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) 山崎 直也	4 T	3 2 3 4
	電話番号 03-3581-1101 内線 3465		

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
A	日本国実用新案登録出願 61-64499 号(日本国実用新案登録出願公開 62-175077 号)の願書に添付した明細書及び図面の内容を撮影したマイクロフィルム (信越石英株式会社) 1987. 11. 06, 全文 (ファミリーなし)	1-12