(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
2018年7月5日(05.07.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/123490 A1

(51) 国際特許分類:
*G01N 1/28* (2006.01) *G01N 31/00* (2006.01)
*C30B 29/06* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2017/043899

(22) 国際出願日： 2017年12月7日(07.12.2017)

(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 2016-254381 2016年12月27日(27.12.2016) JP

(71) 出願人: 株 式 会 社 ＳＵＭＣＯ (**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: 加藤 宏和(**KATO Hirokazu**); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 株式会社ＳＵＭＣＯ内 Tokyo (JP). 村松 崇志(**MURAMATSU Takashi**); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 株式会社ＳＵＭＣＯ内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人特許事務所サイクス(**SIKS & CO.**); 〒1040031 東京都中央区京橋一丁目８番７号 京橋日殖ビル８階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, 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)）

WO 2018/123490 A1

**(54) Title:** METHOD FOR DECOMPOSING QUARTZ SAMPLE, METHOD FOR ANALYZING METAL CONTAMINATION OF QUARTZ SAMPLE, AND METHOD FOR MANUFACTURING QUARTZ MEMBER

**(54)** 発明の名称： 石英試料の分解方法、石英試料の金属汚染分析方法および石英部材の製造方法

**(57) Abstract:** Provided is a method for decomposing a quartz sample, including decomposing at least a portion of the quartz sample by bringing a liquid in which at least a portion of a quartz sample as an analysis object is immersed into contact with a gas generated from a mixed acid, the liquid including at least water, the mixed acid being a mixture of hydrogen fluoride and sulfuric acid, and the molar fraction of sulfuric acid in the mixed acid being in the range of 0.07-0.40.

**(57)** 要約：分析対象の石英試料の少なくとも一部が浸漬した液体を、混酸から発生したガスと接触させることにより、上記石英試料の少なくとも一部を分解することを含み、上記液体は少なくとも水を含む液体であり、上記混酸はフッ化水素と硫酸との混酸であり、かつこの混酸における硫酸のモル分率は０．０７～０．４０の範囲である石英試料の分解方法が提供される。

# 明　細　書

## 発明の名称 ：

# 石英試料の分解方法、石英試料の金属汚染分析方法および石英部材の製造方法

## 関連出願の相互参照

[0001] 本出願は、２０１６年１２月２７日出願の日本特願２０１６－２５４３８１号の優先権を主張し、その全記載は、ここに特に開示として援用される。

## 技術分野

[0002] 本発明は、石英試料の分解方法、石英試料の金属汚染分析方法および石英部材の製造方法に関する。

## 背景技術

[0003] 石英は、耐熱性が高い、耐久性に優れる等の利点を有する。そのため、石英部材は、様々な分野において広く用いられている。例えば半導体基板として使用されるシリコンウェーハの製造分野では、シリコン単結晶インゴット育成のために用いられるるつぼは、石英るつぼが主流である。

[0004] 例えば半導体デバイスに関しては、半導体基板の金属汚染は、デバイス性能を低下させる原因となる。そのため半導体デバイスの基板として使用されるシリコンウェーハには、金属汚染を低減することが求められる。しかるに、石英るつぼが金属汚染されていると、石英るつぼを用いて製造されたシリコン単結晶インゴット、更にはこのインゴットから切り出して製造されるシリコンウェーハにも金属汚染が発生してしまう。したがって、金属汚染が低減されたシリコンウェーハを提供するためには、石英るつぼやその原料石英粉末の金属汚染を分析し、分析結果に基づき、石英るつぼの金属汚染を低減するための対策（例えば原料石英粉末を製造する製造工程や石英るつぼの製造工程の工程保守作業等）を取ることが望ましい。

以上のように、石英試料の金属汚染を分析することは、金属汚染が低減された石英部材の提供につながる。

[0005] 石英のような固体物質の金属汚染の分析は、通常、固体物質を分解して得られた分解物（例えば液状）を必要に応じて前処理した後に分析装置に導入することにより行われる。分解方法としては、分析対象の固体物質を分解溶液と接触させて溶解し分解する方法（液相分解法）と分解対象の固体物質を分解ガスと接触させて分解する方法（気相分解法）とが知られている（例えば日本特許第３２７４０２０号（その全記載は、ここに特に開示として援用される）参照）。

## 発明の概要

[0006] 液相分解法は、気相分解法と比べて分解時間が短い傾向がある。更に、分解時間の短縮については、分解を促進するために加圧下で液相分解を行うこと（加圧酸分解法とも呼ばれる。）も提案されている。しかし、加圧酸分解法は、耐圧性の容器を用いる必要があるため容器選択に制約がある。そのため、加圧酸分解法と同様に短時間で石英試料を分解することができる新たな分解方法を提供することができれば、石英試料を分解する工程を簡便に実施することが可能となる。

[0007] 本発明の一態様は、石英試料を短時間で分解するための新たな分解方法を提供する。

[0008] 本発明の一態様は、

分析対象の石英試料の少なくとも一部が浸漬した液体を、混酸から発生したガスと接触させることにより、上記石英試料の少なくとも一部を分解することを含み、

上記液体は少なくとも水を含む液体であり、

上記混酸はフッ化水素と硫酸との混酸であり、かつこの混酸における硫酸のモル分率は０．０７～０．４０の範囲である、石英試料の分解方法、

に関する。

[0009] 一態様では、上記混酸におけるフッ化水素のモル分率は、０．２７以上である。

[0010] 一態様では、上記液体は、フッ化水素酸である。

[0011] 一態様では、上記液体は、純水である。

[0012] 一態様では、上記分解は、密閉容器内で行われる。

[0013] 一態様では、上記分解は、上記密閉容器内を加圧することなく行われる。

[0014] 一態様では、上記分解は、上記密閉容器内を加熱することなく行われる。

[0015] 本発明の更なる態様は、

上記分解方法により石英試料を分解すること、および、

上記分解により得られた分解物中の金属成分を分析すること、

を含む、石英試料の金属汚染分析方法、

に関する。

[0016] 本発明の更なる態様は、

石英粉末ロットから採取した石英粉末を上記金属汚染分析方法により分析すること、および、

上記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記ロットに含まれる石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法、

に関する。

[0017] 本発明の更なる態様は、

石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、

作製された石英粉末ロットから採取した石英粉末を上記金属汚染分析方法により分析すること、

上記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、上記石英粉末製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、および、

作製された石英粉末ロットに含まれる少なくとも一部の石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法、

に関する。

[0018] 本発明の更なる態様は、

石英部材製造工程において石英部材予備体を作製すること、

作製された石英部材予備体の一部を採取して上記金属汚染分析方法により分析すること、および、

上記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付し、上記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体を作製した石英部材製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英部材製造工程において石英部材予備体を作製し、作製された石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付すこと、

を含む、石英部材の製造方法、

に関する。

[0019] 一態様では、上記石英部材は、石英るつぼである。

[0020] 一態様では、上記石英るつぼは、シリコン単結晶インゴット育成用るつぼである。

[0021] 本発明の一態様によれば、石英試料を、加圧酸分解と同様の短時間で分解することできる。

## 発明を実施するための形態

[0022] ［石英試料の分解方法］

本発明の一態様は、分析対象の石英試料の少なくとも一部が浸漬した液体を、混酸から発生したガスと接触させることにより、上記石英試料の少なくとも一部を分解することを含み、上記液体は少なくとも水を含む液体であり、上記混酸はフッ化水素と硫酸との混酸であり、かつこの混酸における硫酸のモル分率は０．０７～０．４０の範囲である石英試料の分解方法に関する。

[0023] 上記分解方法によれば、短時間の分解時間で、例えば従来の加圧酸分解法による石英試料の分解時間と同様の分解時間で、石英試料を分解することができる。上記分解方法により石英試料を短時間で分解することが可能になる

理由について、本発明者らは以下のように推察している。

上記混酸は、フッ化水素と硫酸との混酸である。上記混酸は、フッ化水素中に上記範囲のモル分率で硫酸を含むことにより、フッ化水素ガス（「フッ酸ガス（ＨＦガス）」とも呼ばれる。）を短時間で発生することができると本発明者らは推察している。更に、上記混酸から発生したガスが上記液体に吸収されることにより、上記液体に浸漬している石英試料を効率的に分解できることも、石英試料の短時間分解に寄与すると本発明者らは考えている。

ただし以上は本発明者らの推察であって、本発明を何ら限定するものではない。

[0024] 以下、上記分解方法について、更に詳細に説明する。

[0025] ＜石英試料＞

上記分解方法における分析対象の石英試料は、粉末状、塊状、棒状、板状等のいずれの形状であってもよい。また大きさも特に限定されるものではない。分析対象の石英試料は、例えば、石英部材の原料として用いられる石英粉末の一部を採取した試料粉末、作製された石英部材の一部を採取した試料片等であることができる。

本発明および本明細書において、「石英」とは、二酸化珪素の固体をいい、固体は結晶状態、非晶質状態、または結晶と非晶質との混合状態であることができる。また、本発明および本明細書において、「石英試料」とは、石英を主成分とする試料をいう。主成分とは、構成成分の中で最も多くの割合を占める成分であることを意味する。例えば、石英試料において、構成成分全体に対して９０質量％～１００質量％を石英が占めることができる。以上の点については、「石英粉末」および「石英部材」についても同様とする。

[0026] ＜液体＞

上記石英試料の少なくとも一部を浸漬させる液体は、少なくとも水を含む液体である。上記液体は、少なくとも水を含むことにより、混酸から発生したフッ化水素ガスを効率的に吸収することができると考えられる。上記液体は、一態様では純水であることができる。純水とは、不純物を除去するため

の処理が施された水をいい、好ましくは比抵抗が１～１０ＭΩ・ｃｍおよび／または導電率１．０～０．１μＳ／ｃｍの水であることができる。なお本発明および本明細書における「純水」には、超純水も包含されるものとする。超純水とは、不純物含有量が０．０１μｇ／Ｌ以下の水をいうものとする。

また、他の一態様では、上記液体は、フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）であることもできる。フッ化水素酸のフッ化水素（ＨＦ）濃度は、例えば３０～５０質量％であることができる。また、フッ化水素酸としては、高純度フッ化水素酸として市販されているフッ化水素酸を使用することが好ましい。本発明および本明細書における「高純度」とは、不純物量が０．０１μｇ／Ｌ以下であることをいうものとする。

上記液体として純水または高純度フッ化水素酸を使用することは、液体からの持ち込み汚染を低減する観点から好ましい。

[0027] 上記液体は、その中に分析対象の石英試料の少なくとも一部が浸漬した状態で、上記混酸から発生したガスと接触する。一例として、石英試料１ｇあたりの上記液体の使用量は、例えば１～５ｍＬとすることができる。上記ガスとの接触中、上記液体に石英試料の一部のみが浸漬していてもよく全部が浸漬していてもよい。また、接触開始時には上記液体に一部のみが浸漬していた石英試料が、分解が進行することにより全部が上記液体に浸漬する場合もある。なお上記液体に一部が浸漬している石英試料の液体に浸漬していない部分が上記混酸から発生するガスに接触することもある。

[0028] ＜混酸＞

上記液体と接触させるガスを発生させる混酸は、フッ化水素（ＨＦ）と硫酸との混酸であり、この混酸における硫酸のモル分率は０．０７～０．４０の範囲である。硫酸のモル分率が０．０７以上であることにより、上記混酸からフッ化水素ガスを短時間で効率的に発生させることが可能になると本発明者らは考えている。この点から、上記混酸における硫酸のモル分率は、０．１０以上であることが好ましく、０．２０以上であることがより好ましい

。上記混酸において硫酸が占める割合が多くなるほどフッ化水素ガスを短時間で発生させる観点からは好ましい。ただし、上記混酸において硫酸が占める割合が上記モル分率が０．４０を超えるほど多くなると、フッ化水素と硫酸との反応時の反応熱による容器の劣化や急激なガス発生による作業性の低下が起こり得る。この点を考慮し、上記分解方法において使用する混酸の硫酸のモル分率は、０．４０以下とし、０．３８以下であることが好ましく、０．３５以下であることがより好ましい。

[0029] 本発明および本明細書において、モル分率とは、上記混酸に含まれる成分の総モル数で、モル分率を規定する成分のモル数を除した値として求められる値である。フッ化水素と硫酸とを、それぞれ溶液の状態で混合する場合、フッ化水素および硫酸のモル数は、それぞれモル数＝液量×密度×濃度／分子量により算出できる。ここで例えば、液量の単位はｍＬであり、密度の単位はｇ／ｍＬである。上記混酸の調製に用いる溶液は、高純度品であってもなくてもよい。また、混酸における総モル数を計算する場合、溶液中の不純物は考慮しないものとする。一例として、５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍＬと９８質量％硫酸水溶液２００ｍＬとを混合した混酸における硫酸のモル分率は、以下のように算出される。

フッ化水素（ＨＦ）のモル数：

液量×密度×濃度／分子量＝７００×１．１９×０．５／１９≒２１．９２（モル）

硫酸（$H_2SO_4$）のモル数：

液量×密度×濃度／分子量＝２００×１．８４×０．９８／９８＝３．６８（モル）

水（フッ化水素酸中の水＋硫酸水溶液中の水）のモル数：

７００×１．１９×０．５／１８＋２００×１．８４×０．０２／１８≒２３．５５

したがって、硫酸のモル分率は、以下のように０．０７と算出される。

３．６８／（２１．９２＋３．６８＋２３．５５）≒０．０７

また、上記の場合、フッ化水素のモル分率は、以下のように０．４５と算出される。

２１．９２／（２１．９２＋３．６８＋２３．５５）≒０．４５

[0030] 上記混酸は、硫酸とともにフッ化水素を含む。上記混酸におけるフッ化水素のモル分率は、フッ化水素ガスをより短時間で発生させる観点からは、０．２７以上であることが好ましく、０．３０以上であることがより好ましい。一方、例えば作業性等を考慮すると、上記混酸におけるフッ化水素のモル分率は、０．４５以下であることが好ましい。

[0031] 上記混酸は、好ましくは水溶液である。また、フッ化水素（ＨＦ）、硫酸（$H_2SO_4$）に加えて他の酸成分を含まなくてもよく、含んでもよく、含まないことが好ましい。即ち、上記混酸に含まれる酸成分は、フッ化水素と硫酸からなることが好ましい。上記混酸の使用量は特に限定されるものではないが、例えば、石英試料１ｇあたり５０～１０００ｍＬ程度とすることができる。

[0032] ＜石英試料の分解＞

分析対象の石英試料の分解は、石英試料の少なくとも一部が浸漬した液体を、混酸から発生したガスと接触させることにより行われる。先に記載したように、上記混酸から発生したフッ化水素ガスが上記液体に吸収されることにより、フッ化水素ガスを吸収した上記液体に浸漬している石英試料を分解することができると考えられる。かかる分解の具体的態様を、以下に説明する。

蓋付きの容器（以下、「外側容器」という。）と、外側容器内に収まるサイズの容器（以下、「内側容器」という。）を準備する。

分析対象の石英試料と、少なくとも水を含む液体とを、内側容器に入れる。先に記載したように、内側容器において石英試料の全部が上記液体に浸漬していてもよく、一部のみが浸漬していてもよい。

外側容器内に上記混酸を導入した後に上記内側容器を配置するか、または、上記内側容器を配置した後に内側容器内に入らないように外側容器内に上

記混酸を入れ、その後、外側容器の蓋を閉じる。これにより、外側容器の内部空間に上記混酸から発生したガスが充満し、このガスと内側容器内の上記液体とが接触する。これにより、上記石英試料の分解を進行させることができる。

[0033] 上記態様は、密閉容器内で石英試料の分解を行う一例である。密閉容器内で石英試料の分解を行うことは、分解をより短時間で効率的に行うために好ましい。ここで「密閉」とは、密閉容器内のガスが密閉容器外へ漏出することが完全に妨げられていることに必ずしも限定されず、当分野で通常あり得る程度の微量のガスの漏出は許容されるものとする。上記分解方法では、上記混酸および上記液体の使用により効率的に石英試料の分解を進行させることができるため、加圧により分解を促進することなく、短時間で石英試料を分解することができる。したがって、密閉容器内を加圧することなく、石英試料の分解を短時間で行うことができる。また同様の理由により、密閉容器内を加熱することなく、石英試料の分解を短時間で行うことができる。加圧のためには耐圧性の容器を要し、加熱のためには耐熱性の容器を要する。したがって、加圧や加熱を要さないことは、容器についての制約が少なく分解を行うことができる点で好ましい。上記分析方法では、例えば、各種汎用の樹脂製容器を外側容器および内側容器として使用することができる。また、例えば、従来の加圧酸分解法では、耐圧性の容器であるステンレス製容器が使用されることがあるが、ステンレス製の容器は容器からの外乱（金属成分の混入）によって分析精度が低下する場合がある。これに対し、加圧を要さないならば、そのような外乱の可能性を低減ないし排除することができる。なお本発明および本明細書において、「密閉容器内を加圧することなく分解を行う」とは、圧力制御手段を用いて密閉容器内の圧力を高めずに分解を行うことをいい、密閉容器内を加熱することなく分解を行うとは、温度制御手段を用いて密閉容器内の温度を高めずに分解を行うことをいう。

[0034] 以上説明した本発明の一態様にかかる分解方法によって、石英試料の一部または全部を分解することができる。

[0035] ［石英試料の金属汚染分析方法］

本発明の一態様は、上記分解方法により石英試料を分解すること、および、上記分解により得られた分解物中の金属成分を分析することを含む石英試料の金属汚染分析方法に関する。

[0036] 上記金属汚染分析方法において、石英試料を分解する方法については、先に詳細に記載した通りである。本発明の一態様にかかる分解方法を用いることにより、石英試料を短時間で分解することができる。

[0037] 本発明の一態様にかかる分解方法では、上記液体中に石英試料の分解物が含まれている。例えば、上記液体中に未分解の石英試料が残留している場合では、ろ過等の公知の分離方法によって分離することが好ましい。上記分解物を含む液体はそのまま金属成分の分析に付してもよく、ホットプレート等で加熱して乾固させた後に希薄酸溶液（回収液）で回収し、この回収液を金属成分の分析に付してもよい。後者の態様が、分析感度向上の観点から好ましい。この場合、希薄酸溶液としては、金属成分を分析する分析装置に導入可能な程度の酸濃度の溶液であれば何ら制限なく使用することができる。希薄酸溶液の具体例としては、例えば、数質量％以下（例えば０．５～５質量％程度）の濃度のフッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）、硝酸水溶液等を挙げることができる。金属成分を分析する分析装置としては、誘導結合プラズマ質量分析装置（Ｉｎｄｕｃｔｉｖｅｌｙ Ｃｏｕｐｌｅｄ Ｐｌａｓｍａ Ｍａｓｓ Ｓｐｅｃｔｒｏｍｅｔｒｙ；ＩＣＰ－ＭＳ）、原子吸光分光装置（Ａｔｏｍｉｃ Ａｂｓｏｒｐｔｉｏｎ Ｓｐｅｃｔｒｏｍｅｔｒｙ；ＡＳ）等の金属成分の定性分析および／または定量分析が可能な公知の分析装置を用いることができる。

[0038] 以上により、分析対象の石英試料の金属汚染の有無、汚染金属の種類、汚染量等の各種金属汚染に関する分析結果を得ることができる。かかる分析結果は、金属汚染が低減された金属部材の提供を可能にするために利用することができる。この点については、後述する。

[0039] ［石英部材の製造方法］

本発明の一態様によれば、更に、以下の石英部材の製造方法も提供される。

[0040] 石英粉末ロットから採取した石英粉末を上記金属汚染分析方法により分析すること、および、

上記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記ロットに含まれる石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法（以下、「製造方法１」という、）。

[0041] 石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、

作製された石英粉末ロットから採取した石英粉末を上記金属汚染分析方法により分析すること、

上記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、上記石英粉末製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、および、

作製された石英粉末ロットに含まれる少なくとも一部の石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法（以下、「製造方法２」という、）。

[0042] 石英部材製造工程において石英部材予備体を作製すること、

作製された石英部材予備体の一部を採取して上記金属汚染分析方法により分析すること、および、

上記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付し、上記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体を作製した石英部材製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英部材製造工程において石英部材予備体を作製し、作製された石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付すこと、

を含む、石英部材の製造方法（以下、「製造方法３」という、）。

[0043] 石英部材は、一態様では石英粉末を用いて製造することができる。製造方

法１は、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法によって金属汚染が少ないこと（許容レベルであること）が確認された石英粉末を用いて石英部材を製造する。製造方法２は、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により得られた分析結果に基づいて、石英粉末製造工程に起因する金属汚染の発生を抑制した後に作製された石英粉末を用いて石英部材を製造する。製造方法３では、石英粉末を用いるか否かにかかわらず、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により得られた分析結果に基づいて、必要に応じて石英部材製造工程に起因する金属汚染低減する。製造方法１～３は、いずれも、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法を用いることにより、金属汚染が低減された石英部材の提供を可能とする製造方法である。

以下に、上記製造方法について更に詳細に説明する。

[0044] ＜製造方法１＞

製造方法１では、石英粉末ロットから採取した石英粉末を、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により分析する。詳しくは、上記石英粉末を、本発明の一態様にかかる分解方法により分解し、得られた分解物中の金属成分を分析する。石英粉末ロットとは、石英粉末の集合であって、ロット毎に、ロットを識別するための番号、記号等が付与されている場合もある。分析のために採取する石英粉末量は、特に限定されるものではない。石英粉末ロットは、市販品であってもよく、公知の方法で製造されたものでもよい。

[0045] 上記石英粉末ロットから採取された石英粉末について、金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記石英粉末ロット中の石英粉末の全部または一部を用いて石英部材を作製する。これにより、金属汚染が少ないことが確認された石英粉末を用いて石英部材を作製することができるため、金属汚染の少ない石英部材を提供することが可能となる。ここで金属汚染についての許容レベルは、特に限定されるものではなく、製品石英部材に求められる品質、製品石英部材の用途等に応じて設定すればよい。例えば、一種または二種以上の特定の金属成分の含有量が所定値以下であること、金属成分の合計量が所定値以下であること、ある特定の金属成分が分析装置によって検出

されないこと等をもって、金属汚染レベルが許容レベルと判定することができる。

[0046] 石英粉末からの石英部材の作製は、石英部材製造工程において、石英粉末を熔融して所定形状に成型する方法（熔融法）等の公知の製造方法によって行うことができる。例えば、石英部材の一例として石英るつぼを例にとると、熔融法により、回転するモールドの中で石英粉末をアーク熔融することによって石英るつぼを作製することができる。

[0047] ＜製造方法２＞

製造方法２では、石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製し、作製された石英粉末ロットから採取した石英粉末を本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により分析する。石英粉末製造工程は、気相法、ゾルーゲル法等の公知の製造方法により石英粉末を製造する製造工程であることができる。石英粉末製造工程において作製された石英粉末ロットから採取した石英粉末の分析については、製造方法１について記載した通りである。

[0048] 上記石英粉末ロットから採取された石英粉末について、金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合には、上記石英粉末製造工程に起因する金属汚染が少ないと判断することができる。この場合、上記石英粉末ロットを作製した石英粉末製造工程で引き続き石英粉末を作製し、作製された石英粉末を用いて石英部材を製造することができる。一方、上記石英粉末ロットから採取された石英粉末について、金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合には、上記石英粉末製造工程に起因する金属汚染が多いと判断することができる。ここで金属汚染についての非許容レベルは、特に限定されるものではなく、製品石英部材に求められる品質、製品石英部材の用途等に応じて設定すればよい。例えば、一種または二種以上の特定の金属成分の含有量が所定値以上であること、金属成分の合計量が所定値以上であること、ある特定の金属成分が分析装置によって検出されたこと等をもって、金属汚染レベルが非許容レベルと判定することができる。

[0049] 上記石英粉末ロットから採取された石英粉末について、金属汚染レベルが

非許容レベルと判定された場合、上記石英粉末製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製する。金属汚染低減処理とは、石英粉末製造工程において用いられる装置、配管、容器等の交換、洗浄等を挙げることができる。また本発明および本明細書における石英粉末製造工程の金属汚染低減処理には、石英粉末を製造するための原料（例えば原料ガス、原料溶液等）の高純度化も包含されるものとする。こうして金属汚染低減処理を施すことにより、石英粉末製造工程に起因する金属汚染が石英粉末に発生することを抑制することができる。したがって、金属汚染低減処理後の石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製し、作製された石英粉末ロット中の石英粉末の全部または一部を用いて石英部材を作製することにより、金属汚染の少ない石英部材を提供することが可能となる。なお金属汚染低減処理後に作製された石英粉末ロットから採取された石英粉末を、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法に付して金属汚染レベルが許容レベルであることを確認した後、この石英粉末ロットの全部または一部を用いて石英部材を作製することもできる。即ち、製造方法２と製造方法１とを組み合わせることも可能である。製造方法２における石英粉末からの石英部材の作製については、製造方法１について記載した通りである。

[0050] ＜製造方法３＞

製造方法３では、石英部材製造工程において石英部材予備体を作製し、作製された石英部材予備体の一部を採取して、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により分析する。本発明および本明細書において、石英部材予備体とは、石英部材に加工する加工工程に付されることにより製品石英部材として出荷されるものをいう。加工工程前に金属汚染レベルを判定することにより、加工工程を行う前に、金属汚染が非許容レベルであって不良品として排除すべき予備体を抽出し排除することができる。また、石英部材製造工程に起因する金属汚染を低減するための処理を石英部材製造工程に施すことにより、石英部材製造工程に起因する金属汚染が石英部材に発生することを抑

制することが可能となる。

[0051] 石英部材製造工程の一態様は、先に記載したように、石英粉末を用いて石英部材を作製する態様である。ただし石英部材の製造方法は、石英粉末を用いる態様に限定されず、直接法、スート法等と呼ばれる方法をはじめとする公知の製造方法であってもよい。直接法とは、四塩化ケイ素（$SiCl_4$）等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させ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（例えば約１１００℃程度）で、四塩化ケイ素（$SiCl_4$）等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、多孔質のシリカの塊（スート）を合成する。このスートを、塩素化合物等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℃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。石英部材は、これら公知の製造方法によって作製することができる。

[0052] 石英部材予備体から分析のために採取する石英試料は、粉末状、塊状、棒状、板状等の任意の形状であることができる。また大きさも特に限定されるものではない。こうして準備した石英試料を、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法により分析する。詳しくは、上記石英試料を、本発明の一態様にかかる分解方法により分解し、得られた分解物中の金属成分を分析する。そして、かかる分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体は金属汚染が少ないと判断することができるため、この石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付す。一方、上記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、上記石英部材予備体は石英部材製造工程に起因する金属汚染が多いと判断することができる。この場合には、上記石英部材予備体を作製した石英部材製造工程に金属汚染低減処理を施し、この処理後の石英部材製造工程において石英部材予備体を作製し、作製された石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付す。

以上によって、金属汚染が少ない石英部材予備体を加工工程に付すことが

できるため、結果的に、金属汚染が少ない石英部材を製品として提供することが可能となる。

[0053] 製造方法３における許容レベルおよび非許容レベルは、製品石英部材に求められる品質、製品石英部材の用途等に応じて設定すればよい。詳細は、先に製造方法１、２について記載した通りである。また、石英部材製造工程の金属汚染低減処理は、石英部材製造工程において用いられる装置、配管、容器等の交換、洗浄等を挙げることができる。また本発明および本明細書における石英部材製造工程の金属汚染低減処理には、石英部材を製造するための原料（例えば原料粉末、原料ガス、原料溶液等）の高純度化も包含されるものとする。こうして金属汚染低減処理を施すことにより、石英部材製造工程に起因する金属汚染が石英部材予備体に発生することを抑制することができる。また、金属汚染低減処理後に作製された石英部材予備体の一部を採取して、本発明の一態様にかかる金属汚染分析方法に付し、金属汚染レベルが許容範囲内であることを確認した後に石英部材に加工する加工工程に付すこともできる。また、ここで金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合には、石英部材製造工程の金属汚染低減処理を更に行った後に石英部材予備体を作製してもよい。即ち、製造方法３における判定および必要に応じた金属汚染低減処理を、複数回繰り返してもよい。

[0054] 石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程は、切削、アニール処理、研磨、洗浄等の公知の加工工程であることができ、製品出荷のための梱包工程も包含されるものとする。

[0055] 以上説明した製造方法１～３において製造される石英部材は、各種用途に用いられる各種形状およびサイズの石英部材であることができる。一例として、上記石英部材は、石英るつぼであることができる。石英るつぼは、耐熱性や耐久性に優れるため、その内部で物質を加熱、熔融等するために好適である。例えば、シリコン単結晶インゴットを育成するためのるつぼとして、石英るつぼは広く用いられている。シリコン単結晶インゴットの金属汚染を低減することは、デバイス性能低下をもたらす金属汚染が低減されたシリコ

ンウェーハを提供するために望ましい。このためには、石英るつぼに起因する金属汚染がシリコン単結晶インゴットに発生することを抑制することが好ましい。本発明の一態様によれば、先に記載したように石英部材における金属汚染の発生を抑制することができるため、金属汚染が低減された石英るつぼを提供することができる。

## 実施例

[0056] 以下、本発明を実施例により更に説明する。ただし本発明は実施例に示す態様に限定されるものではない。以下に記載する操作は、特記しない限り、室温および大気圧下で行われた。また、以下に記載の純水としては、超純水を使用した。

[0057] ［実施例１］

分解対象の石英試料として、公知の石英粉末製造工程で得られた石英るつぼ製造用石英粉末ロットから採取した石英粉末を１ｇ秤量し、内側容器（テフロン（登録商標）製ビーカー）に投入した。この内側容器に３８質量％高純度フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）を１．０ｍＬ加えた。

外側容器として、ポリプロピレン製ケース（縦×横×高さ＝１０ｃｍ×２０ｃｍ×１５ｃｍ）を用意した。この外側容器内に５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍｌと９８質量％硫酸水溶液２００ｍｌを入れた後、直ちに上記内側容器を蓋をすることなく外側容器内に入れ、外側容器の蓋を閉めた。外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液との混合溶液（混酸）が内側容器内に入らないように静置して室温のまま１６時間放置した。上記外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液との混合溶液（混酸）における硫酸のモル分率は０．０７であり、フッ化水素のモル分率は０．４５である。

１６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器内の石英粉末を確認したところ、完全に分解し液状になっていることが確認された。即ち、容器内を加圧および加熱することなく、石英粉末が完全に分解されたことが確認された。

[0058] １６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器をホットプレート上（ホット

プレートの設定温度：１５０℃）に載置して内側容器内の液体を加熱により濃縮および乾固した。内側容器内の乾固物を回収液（２質量％フッ化水素酸）中に取り込んだ後、この回収液をＩＣＰ－ＭＳに付して表１に示す金属成分を定量分析した。得られた分析結果を表１に示す。表１に示す結果から、各金属成分について、＜１０ｐｐｔの高感度分析が可能であることが確認された。

[0059] [表1]

Unit: ppb （質量基準）

| | Li | Na | Al | Fe | Ni | Cu |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 実施例１ | $4.9\times10^{2}$ | 85 | $8.7\times10^{4}$ | $1.1\times10^{2}$ | 1.2 | 3.7 |

[0060] ［比較例１］

実施例１で分解した石英粉末を採取した石英粉末ロットから分解対象の石英試料として石英粉末を１ｇ秤量し、以下に記載する加圧酸分解法によって分解した。

上記石英粉末１を、テフロン（登録商標）製ビーカーに投入した。このビーカーに純水３ｍＬ、５０質量％フッ化水素酸１０ｍＬ、６９．５質量％硝酸水溶液３ｍＬを入れて蓋を閉めた。

このテフロン（登録商標）製ビーカーをステンレス製容器に入れた後、ステンレス製容器の蓋を閉めた。このステンレス製容器を１４０℃に保たれた恒温器に投入した。石英粉末からの反応ガスや、フッ化水素酸、硝酸水溶液から発生する蒸気によりステンレス製容器内が加圧された状態で、１６時間放置した。

１６時間後、ステンレス製容器の蓋を開け、テフロン（登録商標）製ビーカーの蓋を開けてテフロン（登録商標）製ビーカー内を確認したところ、石英粉末が完全に分解されていることが確認された。

[0061] 実施例１と比較例１との対比から、実施例１によって、加圧酸分解法（比較例１）と同様の時間で石英試料を分解できたことが確認された。

[0062] ［実施例２～５、比較例２、３］

分解対象の石英試料として、公知の石英粉末製造工程で得られた石英るつぼ製造用石英粉末ロットから採取した石英粉末を４ｇ秤量し、内側容器（テフロン（登録商標）製ビーカー）に投入した。この内側容器に３８質量％高純度フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）を実施例２～５については表２に示す量で加えた。比較例２、３については内側容器に高純度フッ化水素酸は添加しなかった。

外側容器として、ポリプロピレン製ケース（縦×横×高さ＝１０ｃｍ×２０ｃｍ×１５ｃｍ）を用意した。この外側容器内に５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍｌと表２に示す液量の９８質量％硫酸水溶液を入れた後、直ちに上記内側容器を蓋をすることなく外側容器内に入れ、外側容器の蓋を閉めた。外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液の混合溶液（混酸）が内側容器内に入らないように静置して室温のまま１６時間放置した。

１６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器を取り出し、内側容器内の液体をろ過して固形物（即ち未分解の石英粉末）を分離して質量を計測した。内側容器に投入した石英粉末量（４ｇ）から計測された質量を差し引いた値を分解量として、表２に示す。分解量が多いほど、石英試料の分解速度が速く、分解がより進行したことを意味する。

[0063] [表2]

| | 内側容器内 | 外側容器内の混酸 | | | | 分解量(g) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | フッ化水素酸添加量(mL) | 硫酸 | | フッ化水素 | | |
| | | 硫酸水溶液液量 | 混酸における硫酸モル分率 | フッ化水素酸液量 | 混酸におけるフッ化水素モル分率 | |
| 比較例 2 | 0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.01 |
| 比較例 3 | 0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 1.09 |
| 実施例 2 | 1.0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.39 |
| 実施例 3 | 5.0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.55 |
| 実施例 4 | 1.0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 2.30 |
| 実施例 5 | 5.0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 4（全量分解） |

[0064] 表２に示す結果から、内側容器に石英試料を液体（フッ化水素酸）とともに入れた実施例２～４では、内側容器に液体を入れなかった比較例２、３と

比べて分解が促進されたこと、即ちより短時間での分解が可能であったことが確認できる。

[0065] ［実施例６～９、比較例４、５］

分解対象の石英試料として、公知の石英粉末製造工程で得られた石英るつぼ製造用石英粉末ロットから採取した石英粉末を４ｇ秤量し、内側容器（テフロン（登録商標）製ビーカー）に投入した。この内側容器に３８質量％高純度フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）を１．０ｍＬ加えた。外側容器として、ポリプロピレン製ケース（縦×横×高さ＝１０ｃｍ×２０ｃｍ×１５ｃｍ）を用意した。この外側容器内に５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍｌと表３に示す液量の９８質量％硫酸水溶液を入れた後、直ちに上記内側容器を蓋をすることなく外側容器内に入れ、外側容器の蓋を閉めた。外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液の混合溶液（混酸）が内側容器内に入らないように静置して室温のまま１６時間放置した。

１６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器を取り出し、内側容器内の液体をろ過して固形物（即ち未分解の石英粉末）を分離して質量を計測した。内側容器に投入した石英粉末量（４ｇ）から計測された質量を差し引いた値を分解量として、表２に示した実施例２の結果とともに表３に示す。

[0066] [表3]

| | 外側容器内の混酸 | | | | 分解量(g) |
|---|---|---|---|---|---|
| | 硫酸 | | フッ化水素 | | |
| | 硫酸水溶液<br>液量 | 混酸における<br>硫酸モル分率 | フッ化水素酸<br>液量 | 混酸における<br>フッ化水素モル分率 | |
| 比較例 4 | 0mL | 0 | 700mL | 0.49 | 0.444 |
| 比較例 5 | 100mL | 0.04 | 700mL | 0.47 | 0.866 |
| 実施例 2 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.39 |
| 実施例 6 | 300mL | 0.11 | 700mL | 0.43 | 1.38 |
| 実施例 7 | 500mL | 0.17 | 700mL | 0.40 | 3.04 |
| 実施例 8 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 2.30 |
| 実施例 9 | 1800mL | 0.40 | 700mL | 0.27 | 2.32 |

[0067] 表３に示す結果から、外側容器内の混酸における硫酸のモル分率が０．０７～０．４０の範囲の実施例２、６～９では、外側容器内の混酸におけるモ

ル分率が上記範囲外の比較例４、５と比べて分解が促進されたこと、即ちより短時間での分解が可能であったことが確認できる。

[0068] ［実施例１０～１３］

分解対象の石英試料として、公知の石英粉末製造工程で得られた石英るつぼ製造用石英粉末ロットから採取した石英粉末を４ｇ秤量し、内側容器（テフロン（登録商標）製ビーカー）に投入した。この内側容器に純水を実施例１０～１３については表４に示す量で加えた。

外側容器として、ポリプロピレン製ケース（縦×横×高さ＝１０ｃｍ×２０ｃｍ×１５ｃｍ）を用意した。この外側容器内に５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍｌと表４に示す液量の９８質量％硫酸水溶液を入れた後、直ちに上記内側容器を蓋をすることなく外側容器内に入れ、外側容器の蓋を閉めた。外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液の混合溶液（混酸）が内側容器内に入らないように静置して室温のまま１６時間放置した。

１６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器を取り出し、内側容器内の液体をろ過して固形物（即ち未分解の石英粉末）を分離して質量を計測した。内側容器に投入した石英粉末量（４ｇ）から計測された質量を差し引いた値を分解量として、比較のため比較例２、３の結果とともに、表４に示す。

[0069] [表4]

| | 内側容器内 | 外側容器内の混酸 | | | | 分解量(g) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 純水<br>添加量(mL) | 硫酸 | | フッ化水素 | | |
| | | 硫酸水溶液<br>液量 | 混酸における<br>硫酸モル分率 | フッ化水素酸<br>液量 | 混酸における<br>フッ化水素モル分率 | |
| 比較例 2 | 0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.01 |
| 比較例 3 | 0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 1.09 |
| 実施例 10 | 1.0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.32 |
| 実施例 11 | 5.0 | 200mL | 0.07 | 700mL | 0.45 | 1.45 |
| 実施例 12 | 1.0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 2.19 |
| 実施例 13 | 5.0 | 1100mL | 0.30 | 700mL | 0.32 | 3.26 |

[0070] 表４に示す結果から、内側容器に石英試料を液体（純水）とともに入れた実施例１０～１３では、内側容器に液体を入れなかった比較例２、３と比べ

て分解が促進されたこと、即ちより短時間での分解が可能であったことが確認できる。

[0071] ［分析感度の検討］

＜試験１＞

内側容器（テフロン（登録商標）製ビーカー）に３８質量％高純度フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）を１．０ｍＬ加えた。内側容器には、石英試料は投入しなかった。

外側容器として、ポリプロピレン製ケース（縦×横×高さ＝１０ｃｍ×２０ｃｍ×１５ｃｍ）を用意した。この外側容器内に５０質量％フッ化水素酸（フッ化水素の水溶液）７００ｍｌと９８質量％硫酸水溶液２００ｍｌを入れた後、直ちに上記内側容器を蓋をすることなく外側容器内に入れ、外側容器の蓋を閉めた。外側容器内に入れたフッ化水素酸と硫酸水溶液との混合溶液（混酸）が内側容器内に入らないように静置して室温のまま１６時間放置した。

１６時間後に外側容器の蓋を開け、内側容器をホットプレート上（ホットプレートの設定温度：１５０℃）に載置し内側容器内の液体を加熱により濃縮および乾固した。内側容器内の乾固物を回収液（２質量％フッ化水素酸）中に取り込んだ後、この回収液をＩＣＰ－ＭＳに付して金属成分を分析した。

以上の操作を６回行った。得られた分析結果を表５に示す。

[0072] ＜試験２（比較試験）＞

テフロン（登録商標）製ビーカーに純水３ｍＬ、５０質量％フッ化水素酸１０ｍＬ、６９．５質量％硝酸水溶液３ｍＬを入れて蓋を閉めた。

上記テフロン（登録商標）製ビーカーをステンレス製容器に入れた後、ステンレス製容器の蓋を閉めた。このステンレス製容器を１４０℃に保たれた恒温器に投入した。石英粉末からの反応ガスや、フッ化水素酸、硝酸水溶液から発生する蒸気によりステンレス製容器内が加圧された状態で、１６時間放置した。

１６時間後、ステンレス製容器の蓋を開け、テフロン（登録商標）製ビーカーの蓋を開けてテフロン（登録商標）製ビーカーをホットプレート上（ホットプレートの設定温度：１５０℃）に載置しテフロン（登録商標）製ビーカー内の液体を加熱により濃縮および乾固した。テフロン（登録商標）製ビーカー内の乾固物を回収液(２質量％フッ化水素酸)中に取り込んだ後、この回収液をＩＣＰ－ＭＳに付して金属成分を分析した。

以上の操作を６回行った。得られた分析結果を表５に示す。

[0073] 試験１、２で得られた金属成分の分析結果を、表５に示す。

[0074] [表5]

Unit:ppt(質量基準)

| | | Li | Na | Al | Fe | Ni | Cu |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 試験１ | １回目 | <1.0 | 2.1 | 1.3 | 3.9 | 1.4 | <1.0 |
| | ２回目 | <1.0 | 3.4 | 3.1 | 1.9 | <1.0 | <1.0 |
| | ３回目 | <1.0 | 1.9 | 2.5 | 2.1 | <1.0 | <1.0 |
| | ４回目 | <1.0 | <1.0 | 1.2 | 3.1 | 1.1 | <1.0 |
| | ５回目 | <1.0 | 1.3 | 3.6 | 2.9 | 1.3 | <1.0 |
| | ６回目 | <1.0 | 1.5 | 3.1 | 1.8 | <1.0 | <1.0 |
| 試験２（比較試験） | １回目 | 10.2 | 174.4 | 233.4 | 628.5 | 71.8 | 1.2 |
| | ２回目 | <1.0 | 152.5 | 960.7 | 387.0 | 50.7 | <1.0 |
| | ３回目 | 5.2 | 388.7 | 602.6 | 419.8 | 57.4 | 4.2 |
| | ４回目 | 18.1 | 174.7 | 456.7 | 713.0 | 90.5 | 7.8 |
| | ５回目 | <1.0 | 287.9 | 901.7 | 2225.9 | 90.7 | 6.4 |
| | ６回目 | 3.0 | 148.0 | 770.8 | 1633.5 | 122.8 | 5.0 |

[0075] 従来の加圧酸分解法では、耐圧性の容器であるステンレス製の容器が使用されることがある。しかし、表５に示すように、ステンレス製の容器を使用した試験２では、試験１と比べて金属成分の検出量が大幅に多かった。これはステンレス製の容器からの金属成分の混入が原因になっていると考えられる。

これに対し、本発明の一態様にかかる分解方法は、加圧なしで実施することができるため、ステンレス製の容器を使用せずに実施することが可能である。これにより分解物や分解物を含む液体へのステンレス製の容器からの外

乱（金属成分の混入）なく、石英試料を分解することができる。このことは、石英試料の金属汚染分析を、より高感度に実施することにつながり好ましい。

[0076] 本発明の一態様は、各種石英部材の製造分野において有用である。

# 請求の範囲

[請求項1] 分析対象の石英試料の少なくとも一部が浸漬した液体を、混酸から発生したガスと接触させることにより、前記石英試料の少なくとも一部を分解することを含み、
前記液体は少なくとも水を含む液体であり、
前記混酸はフッ化水素と硫酸との混酸であり、かつ該混酸における硫酸のモル分率は０．０７～０．４０の範囲である、石英試料の分解方法。

[請求項2] 前記混酸におけるフッ化水素のモル分率は０．２７以上である、請求項１に記載の石英試料の分解方法。

[請求項3] 前記液体はフッ化水素酸である、請求項１または２に記載の石英試料の分解方法。

[請求項4] 前記液体は純水である、請求項１または２に記載の石英試料の分解方法。

[請求項5] 前記分解を密閉容器内で行う、請求項１～４のいずれか１項に記載の石英試料の分解方法。

[請求項6] 前記分解を前記密閉容器内を加圧することなく行う、請求項５に記載の石英試料の分解方法。

[請求項7] 前記分解を前記密閉容器内を加熱することなく行う、請求項５または６に記載の石英試料の分解方法。

[請求項8] 請求項１～７のいずれか１項に記載の方法により石英試料を分解すること、および、
前記分解により得られた分解物中の金属成分を分析すること、
を含む、石英試料の金属汚染分析方法。

[請求項9] 石英粉末ロットから採取した石英粉末を請求項８に記載の方法により分析すること、および、
前記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、前記ロットに含まれる石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部

材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法。

[請求項10] 石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、

作製された石英粉末ロットから採取した石英粉末を請求項８に記載の方法により分析すること、

前記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、前記石英粉末製造工程に金属汚染低減処理を施し、該処理後の石英粉末製造工程において石英粉末ロットを作製すること、および、

作製された石英粉末ロットに含まれる少なくとも一部の石英粉末を用いて石英部材製造工程において石英部材を作製すること、

を含む石英部材の製造方法。

[請求項11] 石英部材製造工程において石英部材予備体を作製すること、

作製された石英部材予備体の一部を採取して請求項８に記載の方法により分析すること、および、

前記分析により金属汚染レベルが許容レベルと判定された場合、前記石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付し、前記分析により金属汚染レベルが非許容レベルと判定された場合、前記石英部材予備体を作製した石英部材製造工程に金属汚染低減処理を施し、該処理後の石英部材製造工程において石英部材予備体を作製し、作製された石英部材予備体を石英部材に加工する加工工程に付すこと、

を含む、石英部材の製造方法。

[請求項12] 前記石英部材は、石英るつぼである、請求項９～１１のいずれか１項に記載の石英部材の製造方法。

[請求項13] 前記石英るつぼは、シリコン単結晶インゴット育成用るつぼである、請求項１２に記載の石英部材の製造方法。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/043899

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. G01N1/28(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i, G01N31/00(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)
Int.Cl. G01N1/28, C30B29/06, G01N31/00

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 | 1971-2018 |
| Registered utility model specifications of Japan | 1996-2018 |
| Published registered utility model applications of Japan | 1994-2018 |

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 | JP 11-183342 A (TOSHIBA CERAMICS CO.) 09 July 1999, paragraphs [0001], [0003], [0010]-[0017], [0024], table 1, fig. 1, 2 (Family: none) | 1-13 |
| Y | JP 2012-69855 A (SUMCO CORPORATION) 05 April 2012, paragraphs [0008], [0009], [0016], [0031], fig. 1 & US 2012/0077290 A1, paragraphs [0012]-[0015], [0047], [0063]-[0066], fig. 1 | 1-13 |

☐ 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<br>30 January 2018 | Date of mailing of the international search report<br>13 February 2018 |
| Name and mailing address of the ISA/<br>Japan Patent Office<br>3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,<br>Tokyo 100-8915, Japan | Authorized officer<br><br>Telephone No. |

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／０４３８９９

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01N1/28(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i, G01N31/00(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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01N1/28, C30B29/06, G01N31/00

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 | １９７１－２０１８年 |
| 日本国実用新案登録公報 | １９９６－２０１８年 |
| 日本国登録実用新案公報 | １９９４－２０１８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 | JP 11-183342 A（東芝セラミックス株式会社）<br>1999.07.09, 段落［0001］, ［0003］, ［0010］－［0017］, ［0024］, 表１及び図１－２<br>（ファミリーなし） | 1-13 |
| Y | JP 2012-69855 A（株式会社ＳＵＭＣＯ）<br>2012.04.05, 段落［0008］－［0009］, ［0016］, ［0031］及び図１<br>& US 2012/0077290 A1, 段落［0012］－［0015］, ［0047］, ［0063］－［0066］及び図１ | 1-13 |

☐　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 | 国際調査報告の発送日 |
|---|---|
| ３０．０１．２０１８ | １３．０２．２０１８ |

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　２Ｊ　１１６８
福田　裕司
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３２５２