



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

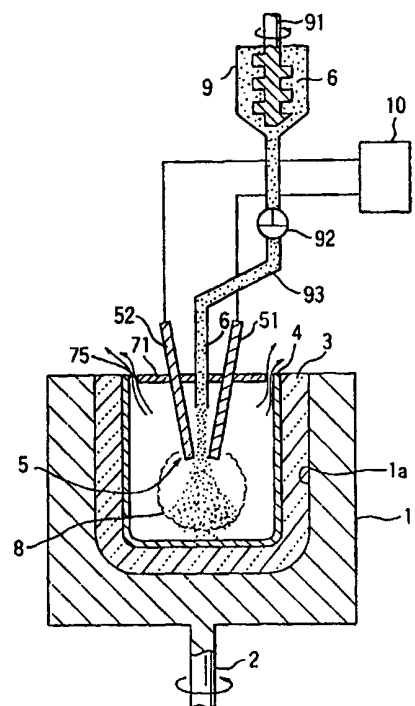
<p>(51) 国際特許分類6 C30B 15/10, C03B 20/00</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/61685</p> <p>(43) 国際公開日 1999年12月2日(02.12.99)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/02703</p> <p>(22) 国際出願日 1999年5月24日(24.05.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/159880 1998年5月25日(25.05.98) JP 特願平11/22628 1999年1月29日(29.01.99) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越石英株式会社 (SHIN-ETSU QUARTZ PRODUCTS CO., LTD.)[JP/JP] 〒160-0023 東京都新宿区西新宿1丁目22番2号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 佐藤龍弘(SATO, Tatsuhiro)[JP/JP] 水野繁夫(MIZUNO, Shigeo)[JP/JP] 大浜康生(OHAMA, Yasuo)[JP/JP] 〒915-0802 福井県武生市北府2丁目13番60号 信越石英株式会社 武生工場内 Fukui, (JP)</p>	<p>(74) 代理人 弁理士 石原詔二(ISHIHARA, Shoji) 〒170-0013 東京都豊島区東池袋3丁目7番8号 若井ビル302号 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>	

(54) Title: QUARTZ GLASS CRUCIBLE FOR PULLING SILICON MONOCRYSTAL AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

(54) 発明の名称 シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ及びその製造方法

(57) Abstract

A quartz glass crucible for pulling out a silicon monocrystal therefrom, capable of pulling a flawless silicon monocrystal therefrom and improving greatly the monocrystallinity of the silicon monocrystal, and a method of manufacturing the same. Specifically, a quartz glass crucible for pulling out a silicon monocrystal therefrom, comprising a crucible base member of a translucent quartz glass layer, and a transparent quartz glass layer formed on an inner surface of the crucible base member, wherein bubble expansion of not less than 0.5 mm in diameter does not occur within 1 mm of an inner surface of the crucible from which the silicon monocrystal has been pulled out.



(57)要約

結晶欠陥のないシリコン単結晶を引き上げることができるとともにシリコン単結晶の単結晶化率を極めて向上させることができるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ及びその製造方法を提供する。

半透明石英ガラス層のるつぼ基体と、該るつぼ基体の内壁面に形成された透明石英ガラス層からなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼであり、シリコン単結晶引き上げ後のるつぼ内面の1mm以内に径0.5mm以上の泡膨張が存在しないようにした。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサオ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア 共和国	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HR	クロアチア	ML	マリ	TR	トルコ
CF	中央アフリカ コンゴ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MR	モーリタニア	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	UG	ウガンダ
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MX	メキシコ	US	米国
CM	カメルーン	IN	インド	NE	ニジェール	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IS	アイスランド	NL	オランダ	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NO	ノールウェー	YU	ユーゴスラビア
CU	キューバ	JP	日本	NZ	ニュー・ジーランド	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KE	ケニア	PL	ポーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェッコ	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
DK	デンマーク	KR	韓国				

明 細 書

シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ及びその製造方法

5 技術分野

本発明は、シリコン単結晶の引き上げに有効に使用される石英ガラスるつぼ及びその製造方法に関する。

背景技術

10 近年、シリコン単結晶の低欠陥、大口径化に伴い、それを引き上げるための石英ガラスるつぼは、高純度化が望まれ、原料にゾルゲル法による高純度な合成石英ガラス粉や合成クリストバライト粉、あるいは高純度化された天然石英粉が使用されるようになった。

そして、この原料を回転型に供給し、型内面に沿って粉体層を成形し内
15 側からアークで加熱溶融して粉体層を石英ガラスるつぼにした後、アークを停止して型の回転は継続しつつ室温まで冷却する、いわゆるアーク回転溶融法が一般的に用いられている。その際シリコン単結晶の単結晶化率を向上させるために、石英ガラスるつぼの内表面層を、出来るだけ泡の少ない層にすることが必要とされる。

20 しかしながら、このように作られた石英ガラスるつぼも、減圧下で使用するうちに、透明層内に気泡が発生・成長し、内表面が凹凸となり単結晶化率が低下してくるといふ不都合があった。

この問題に対し、本願出願人は、水素をドーブして透明層の微気泡の膨張を抑止した石英ガラスるつぼおよびその製造方法を提案した（特開平5
25 - 1 2 4 8 8 9号公報）。しかしながら、この提案した製造方法は、るつぼが大型になり水素雰囲気処理炉が大型になってコスト高になることや、

可燃性ガスのため爆発に対する安全対策が必要であるという欠点があった。

さらに、本願出願人は、アーク停止後になるつぼの内表面を水素ガス含有雰囲気中で冷却することによって、上記した方法の欠点を解消した石英ガラスるつぼの製造方法も提案した（特開平7-330358号公報）。しかし、この方法においても水素ガス含有雰囲気中で処理する工程は必須であり、それだけ装置も複雑化し、かつ工程の複雑化を避けることはできず、安定的な方法とはいえなかった。

本願発明者らは、シリコン単結晶引き上げ後の石英ガラスるつぼ内面の微気泡の挙動についての研究をさらに進めたところ、シリコン単結晶を引き上げる際、シリコン単結晶引き上げ工程に使用する前の石英ガラスるつぼの内面から深さ1mm以内に実質上泡が確認されなくても、シリコン単結晶引き上げ工程に使用した後に石英ガラスるつぼの内面を観察すると、透明層中に径0.5mm以上の泡が確認され、その場合、シリコンの単結晶化率が低いことを見いだした。これは、泡がはじけて、石英ガラス破片が浮遊し、シリコン単結晶に到達することが原因と推測された。

本願発明者等は、石英ガラスるつぼの透明層中の泡発生を防止する為、以下の方法についての検討を行った。

①アーク回転溶融法におけるいくつかの溶融加熱条件を従来の条件から変更して石英ガラスるつぼを製造し、その石英ガラスるつぼを用いて、シリコン単結晶を引き上げ、使用後の当該石英ガラスるつぼの透明層を調べたところ、従来方法によって製造した石英ガラスるつぼに比べて透明層中の泡膨張が減少するという知見を得た。

②アーク回転溶融法における従来の溶融加熱条件は変更せず、あらかじめガス含有量、または、OH基濃度の少ない、あるいは粒度の細かい石英原料粉を内面透明層形成用を使用し、石英ガラスるつぼを製造し、その石英ガラスるつぼを用いてシリコン単結晶を引き上げ、使用後の当該石英ガラ

するつぼの透明層を調べたところ、従来の石英原料粉を用いて製造した石英ガラスるつぼに比べて透明層中の泡膨張が減少するという知見も得た。

上記した2つの方法①②によって製造された、石英ガラスるつぼの内面透明層中に予め存在する泡の最大径とその総泡断面積、含有ガス量は低減され、シリコン単結晶引き上げ後の透明層中に確認される泡の最大径は、0.5mm以下で、泡断面積は、40%以下に抑制され、したがって、シリコン単結晶の引き上げ安定性が、大幅に改善されることを見出し本発明を完成したものである。

本発明は、結晶欠陥のないシリコン単結晶を引き上げることができるとともにシリコン単結晶の単結晶化率を極めて向上させることができるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ及びその製造方法を提供することを目的とする。

発明の開示

上記課題を解決するために、本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの第1の態様は、半透明石英ガラス層のるつぼ基体と、該るつぼ基体の内壁面に形成された透明石英ガラス層からなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼであり、シリコン単結晶引き上げ後のるつぼ内面の1mm以内に径0.5mm以上の泡膨張が存在しないようにしたことを特徴とする。さらにいえば、径0.3mm以上の泡膨張が存在しないのがさらに好ましい。

前記るつぼ内面の1mm以内の泡断面積が40%以下であるのが好適であり、20%以下がさらに好適である。

本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの第2の態様は、半透明石英ガラス層のるつぼ基体と、該るつぼ基体の内壁面に形成された透明石英ガラス層からなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼで

あり、該透明石英ガラス層中の最大泡径が0.2mm以下、泡断面積が20%以下及びガス含有量が $1\mu\text{l/g}$ 以下であることを特徴とする。該透明層中の最大泡径が0.1mm以下、泡断面積が10%以下であるのがさらに好適である。

- 5 本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼは、水素をドーブすることなく製造されるものである。

上記シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼのるつぼ径が22"～28"の場合には、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成
10 する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30\mu\text{l/g}$ 以下、好ましくは、 $20\mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が300ppm以下、好ましくは、60ppm以下、溶融加熱電力が400～1000kw、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が50～300mm、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が800m
15 m以下、好ましくは、300mm以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $200\mu\text{m}$ 以下、及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下、好ましくは 100g/min 以下の条件で製造される。

上記シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼのるつぼ径が22"～
20 28"の場合には、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $20\mu\text{l/g}$ 以下、好ましくは $10\mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が300ppm以下、好ましくは、60ppm以下、溶融加熱電力が200～400kw、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が50
25 ～300mm、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が800mm以

下、好ましくは、 300 mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、好ましくは、 $200\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200 g/min 以下、好ましくは 100 g/min 以下の条件で製造される。

- 5 上記シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼのるつぼ径が $30''\sim 48''$ の場合には、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30\text{ }\mu\text{ l/g}$ 以下、好ましくは、 $20\text{ }\mu\text{ l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300 ppm 以下、好ましくは、 60 ppm 以下、溶融加熱電力が $600\sim 2000\text{ kW}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{ mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 1500 mm 以下、好ましくは、 500 mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、好ましくは、 $200\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200 g/min 以下、好ましくは、 100 g/min 以下の条件で製造される。

- 20 本発明のるつぼ径 $22''\sim 28''$ のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法の第1の態様は、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30\text{ }\mu\text{ l/g}$ 以下、好ましくは $20\text{ }\mu\text{ l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300 ppm 以下、好ましくは 60 ppm 以下、溶融加熱電力が $400\sim 1000\text{ kW}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{ mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800 mm 以下、好ましくは 300 mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、好ましくは $200\text{ }\mu\text{ m}$ 以下、及び二酸化珪素粉末の落

とし速度が 200 g/min 以下、好ましくは 100 g/min 以下の条件であることを特徴とする。

本発明のるつぼ径 $22''\sim 28''$ のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法の第2の態様は、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $20\mu\text{ l/g}$ 以下、好ましくは、 $10\mu\text{ l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300 ppm 以下、好ましくは 60 ppm 以下、溶融加熱電力が $200\sim 400\text{ kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{ mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800 mm 以下、好ましくは 300 mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\mu\text{ m}$ 以下、好ましくは $200\mu\text{ m}$ 以下、及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200 g/min 以下、好ましくは 100 g/min 以下の条件であることを特徴とする。

本発明のるつぼ径 $30''\sim 48''$ のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法は、アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30\mu\text{ l/g}$ 以下、好ましくは $20\mu\text{ l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300 ppm 以下、好ましくは 60 ppm 以下、溶融加熱電力が $600\sim 2000\text{ kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{ mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 1500 mm 以下、好ましくは 500 mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\mu\text{ m}$ 以下、好ましくは $200\mu\text{ m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200 g/min 以下、好ましくは 100 g/min 以下の条件であることを特徴とする。

上記二酸化珪素粉末のガス含有量の下限值としては $1 \mu\text{l/g}$ をあげることができる。また、上記二酸化珪素粉末の粒径の下限值は $10 \mu\text{m}$ が好適である。さらに、上記二酸化珪素粉末の落とし速度の下限值としては 30g/min が好ましい。

- 5 本発明で用いられる二酸化珪素粉末としては、合成石英ガラス粉又は天然石英ガラス粉のいずれも用いることができるが、合成石英ガラス粉がより好適に用いられる。

本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造にあたっては、前記型の内部粉体層を常圧状態で行えばよいが、粉体層を外側（即ち、
10 型内部）より減圧引きを行って実施することもできる。減圧の場合には $10 \sim 700 \text{mmHg}$ 程度が好適である。

また、本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスに用いられる石英ガラス粉中の CO 、 CO_2 などのカーボンを含むガス比率は 10% 以下が好ましい。

15

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明方法の実施に使用される装置と該装置を使用する石英ガラスるつぼ製造方法を示す概略断面説明図である。

図 2 は、実施例 1 によって製造された石英ガラスるつぼの内面部分の断面形状を示す顕微鏡写真である。
20

図 3 は、実施例 1 によって製造された石英ガラスるつぼを用いてシリコン単結晶を引き上げた後の石英ガラスるつぼの内面部分の断面形状を示す顕微鏡写真である。

図 4 は、比較例 1 によって製造された石英ガラスるつぼの内面部分の断面形状を示す顕微鏡写真である。
25

図 5 は、比較例 1 によって製造された石英ガラスるつぼを用いてシリコ

ン単結晶を引き上げた後の石英ガラスるつぼの内面部分の断面形状を示す顕微鏡写真である。

図 6 は、本発明方法の実施に使用される装置の他の実施の形態を示す縦断面説明図である。

5 図 7 は、図 6 の横断面説明図である。

図 8 は、図 6 の要部を示す摘示断面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の一つの実施の形態を添付図面に基づいて説明する。図 1
10 は本発明方法の実施に使用される装置と該装置を使用する石英ガラスるつぼ製造方法を示す断面説明図である。

図 1 において、回転型 1 は回転軸 2 を備える。型 1 にはキャビティ 1 a
が形成され、このキャビティ 1 a 内に二酸化珪素粉末、例えば天然石英粉
末から形成される半透明石英ガラス、すなわち外層を構成する石英ガラス
15 るつぼの基体 3 が配置されている。

該基体 3 は、二酸化珪素粉末を回転する型 1 の中に投入し、該型 1 の内
壁に沿って形成して所要のるつぼ形状の前成型体とし、この前成型体を内
面から加熱して二酸化珪素粉末を溶融させたのち、冷却することにより製
造される。

20 内面からの加熱のために、図 1 に示すように電源 10 に接続されたカー
ボン電極 5 1, 5 2 を備えるアーク放電装置 5 を使用することができる。
アーク放電装置 5 の代わりにプラズマ放電装置を使用してもよい。この基
体 3 の製造については、特公平 4 - 2 2 8 6 1 号公報に詳細な記載がある。

図 1 に示す装置は、内層 4 を形成するために、型 1 の上方に合成石英粉
25 末 6 を収容する石英粉末供給槽を備える。この供給槽 9 には計量フィーダ
9 2 が設けられた吐出パイプ 9 3 に接続されている。供給槽 9 内には攪拌

羽根 9 1 が配置される。型 1 の上部は、スリット開口 7 5 を残して蓋 7 1 により覆われる。なお、内層 4 の形成には、合成石英粉末又は天然石英粉末のいずれを用いてもよいが、図示例では合成石英粉末 6 を用いた例を示してある。

- 5 基体 3 が形成された後、又は基体 3 の形成の途中において、アーク放電装置 5 のカーボン電極 5 1, 5 2 からの放電による加熱を継続しながら、合成石英粉末 6 供給のための計量フィーダ 9 2 を調整した開度にかけて、吐出パイプ 9 3 から合成石英粉末を基体 3 の内部に供給する。アーク放電装置 5 の作動により、基体 3 内には高温ガス雰囲気 8 が形成されている。
- 10 したがって、合成石英粉末は、この高温ガス雰囲気 8 中に供給されることとなる。

なお、高温ガス雰囲気とは、カーボン電極 5 1, 5 2 を用いたアーク放電によりその周囲に形成された雰囲気を指し、石英ガラスを溶かすに十分な温度、つまり 2 千数百度の高温になっている。

- 15 高温ガス雰囲気 8 中に供給された合成石英粉末は、高温ガス雰囲気 8 内の熱により少なくとも一部が溶融され、同時に基体 3 の内壁面に向けて飛散させられて、該基体 3 の内壁面に付着し、基体 3 と一体融合的に基体 3 の内面に実質的に無気泡の石英ガラス層すなわち内層 4 を形成する。この内層 4 の形成方法については、上述した特公平 4 - 2 2 8 6 1 号公報に詳細な記載がある。
- 20

- 以下に本発明の別の実施の形態を添付図面中、図 6 ~ 図 8 に基いて説明する。図 6 は本発明方法の実施に使用される石英ルツボの製造装置の 1 例を示す縦断面図、図 7 は同上の横断面図及び図 8 は図 6 の要部を示す摘示断面図である。この実施の形態については、特開平 1 0 - 2 5 1 8 4 号公報に詳細な記載がある。
- 25

図中、1 2 は石英ルツボの製造装置で、水平回転自在な中空型 1 4 を有

している。該中空型 14 は、黒鉛又はグラファイト等のカーボン質材料によって形成される。該中空型 14 は、不図示の回転駆動手段によって水平回転せしめられる。該中空型 14 の外周は、真空ポンプ等の減圧吸引手段 P に接続され、その外周が減圧吸引されるようになっている。16 は、該中空型 14 の内面を加熱するための加熱手段、例えばアーク放電手段である。

18 は、通気性部材で、該中空型 14 の内面に臨むように設けられている。該通気性部材 18 は、上記中空型 14 の内面に均一に多数配設されるものである。この通気性部材 18 の配設方法としては、各々の通気性部材 18 の吸引範囲が交叉しないように配設するのが効率的であり、格子状の交点に通気性部材 18 を配置すればよいが、吸引効率の観点からは千鳥状（ジグザグ状）に通気性部材 18 を配置するのが好適である。

該通気性部材 18 は、黒鉛又はグラファイト等の通気性カーボン質材料によって形成されている。20 は、該中空型 14 の壁体 14 a の内部に穿設された吸引通路である。該吸引通路 20 の一端は該通気性部材 18 に接続し、その他端は該中空型 14 の外周面と連通している。

B は、前記中空型 14 の外周面に設けられた支持枠体で、該支持枠体 B の内底面に配置されたパッキン部材 C を介して該中空型 14 を支持するものである。

上記した製造装置を用いて石英ルツボを製造するに際しては、まず前記中空型 14 を回転しながら原料石英粉体を該中空型 14 の内周面に投入する。該石英粉体は、回転する中空型 14 の遠心力の作用により、該中空型 14 の内周面に押し付けられ、該内周面に沿って堆積し、石英粉体層 A が形成される。

次に、アーク放電手段等の加熱手段 16 により、該石英粉体層 A をその内周面側から加熱溶融する。この加熱溶融とともに、該中空型 14 の外面、

図示の例では底部外面を真空ポンプ等の減圧吸引手段Pによって減圧吸引し、該石英粉体層A内の内部ガスを前記通気性部材18及び吸引通路20を介して吸引排気する。

上記加熱溶融により、石英粉体層Aはその内周面から外表面付近まで次第に溶融し、ルツボ状に焼結する。

図6～図8に示した例においては、多数の通気性部材18としては、小円板状部材を多数独立して配設した場合を示したが、長形状部材、正方形部材、三角形状部材等を用いることができる他、該中空型14の内周面を一周する環状又はリング状部材を多数配設することも可能である。

以下に、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので、限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

(実施例1)

図1に示した装置を用いて次の手順により径22"の石英ガラスるつぼを製造した。粉径が50 μ mから500 μ mの天然石英ガラス粉を100rpmで回転する、内径560mmの成型型(回転型)中に30mmの均一な厚さで堆積させ、アーク放電により内部から加熱溶融させると同時に、上方向から、粉径が50 μ mから300 μ mのOH濃度が100ppmで、0～1000度までの昇温加熱ガス分析によって確認される含有ガス量が30 μ l/gの合成石英ガラス粉を、アーク発生の中心点から水平距離で100mmの位置から、100g/minの割合で連続供給しながら、アーク点高さ位置は、溶融形成されるるつぼ底内面から500mmの高さに保ち、該成型型中央位置から側面方向へ水平移動させながら、アーク熱量を直流2000A、250Vで500kwの瞬間熱量で供給しながら、透明ガラス層を全内面領域にわたり、1～3mmの厚さで形成した。

石英ガラスるつぼ形成後の内面1mmまでの透明層中の含有ガスを0～

1000度までの昇温加熱分析で測定したところ、 $1\mu\text{l/g}$ 以下であった。また、この石英ガラスるつぼの内面1mm以内の最大泡径は、0.2mm以下で、泡断面積は、10%以下であった。当該製造した石英ガラスるつぼのアル部を厚さ1mmにカットした断面形状の顕微鏡写真を図2

5 に示す。

この石英ガラスるつぼにポリシリコンを充填し溶解し、シリコン単結晶の引き上げを、減圧度20mmHgで、100時間行ったところ、シリコン単結晶は、結晶欠陥を発生することなく引き上がった。使用後の石英ガラスるつぼ内面の透明層を観察したところ、深さ1mmまでは、0.5mm

10 以上の泡がなく、泡断面積は、40%以下であった。当該使用後の石英ガラスるつぼのアル部を厚さ1mmにカットした断面形状の顕微鏡写真を図3に示す。

(実施例2)

図1に示した装置を用いて次の手順により径22"の石英ガラスるつぼ

15 を製造した。粉径が $50\mu\text{m}$ から $500\mu\text{m}$ の天然石英ガラス粉を100rpmで回転する、内径560mmの成型型(回転型)中に30mmの均一な厚さで堆積させ、アーク放電により内部から加熱溶融させると同時に、上方向から、粉径が $50\mu\text{m}$ から $300\mu\text{m}$ のOH濃度が5ppmで、0~1000度までの昇温加熱ガス分析によって確認される含有ガス量が

20 $5\mu\text{l/g}$ 、かつ、CO, CO₂, CH₄のガスの容量%はトータルで2%である。合成石英ガラス粉を、アーク発生の中心点から水平距離で100mmの位置から、100g/minの割合で連続供給しながら、アーク点高さ位置は、溶融形成されるるつぼ底内面から500mmの高さに保ち、該成型型中央位置から側面方向へ水平移動させながら、アーク熱量を直流15

25 00A、200Vで300kwの瞬間熱量で供給しながら、透明ガラス層を全内面領域にわたり、1~3mmの厚さで形成した。

石英ガラスるつぼ形成後の内面1mmまでの透明層中の含有ガスを0～1000度までの昇温加熱分析で測定したところ、 $1\mu\text{l/g}$ 以下であった。また最大泡径は、0.2mm以下で、泡断面積は、10%以下であった。又、この気泡中のCO, CO₂, CH₄のガスの容量%はトータルで2%
5 であった。当該製造した石英ガラスるつぼのアール部を厚さ1mmにカットした断面形状は図2と同様であった。

この石英ガラスるつぼにポリシリコンを充填し溶解し、シリコン単結晶の引き上げを、減圧度20mmHgで、100時間行ったところ、シリコン単結晶は、結晶欠陥を発生することなく引き上がった。使用後のるつぼ内
10 面の透明層を観察したところ、深さ1mmまでは、0.5mm以上の泡がなく、泡断面積は、40%以下であった。当該使用後の石英ガラスるつぼのアール部を厚さ1mmにカットした断面形状は図3と同様であった。

(実施例3)

図1に示した装置を用いて次の手順により径30"の石英ガラスるつぼ
15 を製造した。粉径が50 μm から500 μm の天然石英ガラス粉を100rpmで回転する、内径780mmの成型型(回転型)中に35mmの均一な厚さで堆積させ、アーク放電により内部から加熱溶融させると同時に、上方向から、粉径が50 μm から300 μm のOH濃度が100ppmで、0～1000度までの昇温加熱ガス分析によって確認される含有ガス量が
20 $30\mu\text{l/g}$ の合成石英ガラス粉を、アーク発生の中心点から水平距離で100mmの位置から、100g/minの割合で連続供給しながら、アーク点高さ位置は、溶融形成されるるつぼ底内面から500mmの高さに保ち、該成型型中央位置から側面方向へ水平移動させながら、アーク熱量を直流3000A、250Vで750kwの瞬間熱量で供給しながら、透
25 明ガラス層を全内面領域にわたり、1～3mmの厚さで形成した。

石英ガラスるつぼ形成後の内面1mmまでの透明層中の含有ガスを0～

1000度までの昇温加熱分析で測定したところ、 $1\mu\text{l/g}$ 以下であった。また最大泡径は、 0.2mm 以下で、泡断面積は、 10% 以下であった。当該製造した石英ガラスるつぼのアルミ部を厚さ 1mm にカットした断面形状は図2と同様であった。

- 5 この石英ガラスるつぼにポリシリコンを充填し溶解し、シリコン単結晶の引き上げを、減圧度 20mmHg で、 100 時間行ったところ、シリコン単結晶は、結晶欠陥を発生することなく引き上がった。使用後のるつぼ内面の透明層を観察したところ、深さ 1mm までは、 0.5mm 以上の泡がなく、泡断面積は、 40% 以下であった。当該使用後の石英ガラスるつぼ
- 10 のアルミ部を厚さ 1mm にカットした断面形状は図3と同様であった。

(比較例1)

- 図1に示した装置を用いて次の手順により径 $22"$ の石英ガラスるつぼを製造した。粉径が $50\mu\text{m}$ から $500\mu\text{m}$ の天然石英ガラス粉を 100rpm で回転する、内径 560mm の成型型(回転型)中に 30mm の均
- 15 一な厚さで堆積させ、アーク放電により内部から加熱溶融させると同時に、上方向から、粉径が $50\mu\text{m}$ から $300\mu\text{m}$ の OH 濃度が 100ppm で、 $0\sim 1000$ 度までの昇温加熱ガス分析によって確認される含有ガス量が $30\mu\text{l/g}$ 、かつ、 CO 、 CO_2 、 CH_4 のガスの容量%はトータルで 25% である。合成石英ガラス粉を、アーク発生の中心点から水平距離で
- 20 100mm の位置から、 100g/min の割合で連続供給しながら、アーク点高さ位置は、溶融形成されるるつぼ底内面から 500mm の高さに保ち、該成型型中央位置から側面方向へ水平移動させながら、アーク熱量を直流 1500A 、 200V で 300kW の瞬間熱量で供給しながら、透明ガラス層を全内面領域にわたり、 $1\sim 3\text{mm}$ の厚さで形成した。

- 25 石英ガラスるつぼ形成後の内面 1mm までの透明層中の含有ガスを $0\sim 1000$ 度までの昇温加熱分析で測定したところ、 $3\mu\text{l/g}$ 以下であっ

た。また最大泡径は、0.3 mmで、泡断面積は、20%以下であった。又、この時の気泡中のガス分析の結果、CO, CO₂, CH₄のトータルのガスの容量%は25%であった。当該製造した石英ガラスるつぼのアル部を厚さ1 mmにカットした断面形状の顕微鏡写真を図4に示す。

5 この石英ガラスるつぼにポリシリコンを充填し溶解し、シリコン単結晶の引き上げを、減圧度20 mm bで、100時間行ったところ、シリコン単結晶は、引き上げ途中で乱れた。使用後のるつぼ内面の透明層を観察したところ、深さ0.5 mmまでの範囲に、0.8 mmの泡が多数発生し、中には、内表面まで泡界面が到達し破裂しているものもあった。泡断面積
10 は、60%であった。当該使用後の石英ガラスるつぼのアル部を厚さ1 mmにカットした断面形状の顕微鏡写真を図5に示す。

実施例1~3の結果から明らかなように、シリコン単結晶引き上げ後の石英ガラスるつぼ内面の1 mm以内に径0.5 mm以上の泡膨張が存在しない場合には、シリコン単結晶は、結晶欠陥を発生することなく、引き上
15 げることができるが、比較例1に示されるように、石英ガラスるつぼ内面の1 mm以内に径0.5 mm以上の泡膨張が存在するとシリコン単結晶は引き上げ途中で乱れてしまうことが判明した。

また、上記の場合には、石英ガラスるつぼ内面1 mm以内の泡断面積は40%以下であれば、シリコン単結晶は、欠陥を発生することなく引き上
20 げることができる（実施例1~3）が、石英ガラスるつぼ内面の1 mm以内の泡断面積が40%を越えると（比較例1では60%）、シリコン単結晶は引き上げ途中で乱れてしまうことが判明した。

さらに、実施例1~3に示されるように、形成された石英ガラスるつぼの内面1 mmまでの透明層中の含有ガス量は1 μ l / g以下、最大泡径は
25 0.2 mm以下、泡断面積は20%以下であれば、シリコン単結晶引き上げ後の石英ガラスるつぼ内面1 mm以内に径0.5 mm以上の泡膨張が存在

せず、また泡断面積が40%以下であるようにすることができるが、比較例1に示されるように上記条件を外れた場合（比較例1ではガス含有量が $3\mu\text{l/g}$ 以下及び最大泡径は 0.3mm ）には、シリコン単結晶引き上げ後の石英ガラスるつぼ内面 1mm 以内に径 0.5mm 以上の泡膨張が存在し、泡断面積も40%を越えてしまうことがわかった。

実施例1に示されるごとく、アーク回転溶融法を用いて、合成石英ガラス粉のガス含有量が $30\mu\text{l/g}$ 以下（実施例1では $30\mu\text{l/g}$ ）、合成石英ガラス粉のOH基含有濃度が 300ppm 以下（実施例1では 100ppm ）、溶融加熱電力が $400\sim 1000\text{kw}$ （実施例1では 500kw ）、アーク中心点から合成石英ガラス粉の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{mm}$ （実施例1では 100mm ）、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下（実施例1では 500mm ）、合成石英ガラス粉の粒径が $300\mu\text{m}$ 以下（実施例1では $50\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ ）及び合成石英ガラス粉の落とし速度が 200g/min 以下（実施例1では 100g/min ）の条件で径 $22''$ の石英ガラスるつぼを製造すれば、本発明の所定の性能を有する石英ガラスるつぼを得ることができる。

また、実施例2に示されるごとく、アーク回転溶融法を用いて、合成石英ガラス粉のガス含有量が $3\sim 20\mu\text{l/g}$ （実施例2では $3\mu\text{l/g}$ ）、合成石英ガラス粉のOH基含有濃度が 200ppm 以下（実施例2では 5ppm ）、溶融加熱電力が $200\sim 400\text{kw}$ （実施例2では 300kw ）、アーク中心点から合成石英ガラス粉の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{mm}$ （実施例2では 100mm ）、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下（実施例2では 500mm ）、合成石英ガラス粉の粒径が $300\mu\text{m}$ 以下（実施例2では $50\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ ）及び合成石英ガラス粉の落とし速度が 200g/min 以下（実施例2では 100g/min ）の条件で径 $22''$ の石英ガラスるつぼを製造す

れば、本発明の所定の性能を有する石英ガラスるつぼを得ることができる。

さらに、実施例3に示されるごとく、アーク回転溶融法を用いて、合成石英ガラス粉のガス含有量が $30\mu\text{l/g}$ 以下（実施例3では $30\mu\text{l/g}$ ）、合成石英ガラス粉のOH基含有濃度が 300ppm 以下（実施例2
5 では 100ppm ）、溶融加熱電力が $600\sim 2000\text{kw}$ （実施例3では 750kw ）、アーク中心点から合成石英ガラス粉の落とし位置までの水平距離が $50\sim 300\text{mm}$ （実施例3では 100mm ）、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下（実施例2では 500m
10 m ）、合成石英ガラス粉の粒径が $300\mu\text{m}$ 以下（実施例2では $50\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ ）及び合成石英ガラス粉の落とし速度が 200g/min 以下（実施例2では 100g/min ）の条件で径 $30''$ の石英ガラスるつぼを製造すれば、本発明の所定の性能を有する石英ガラスるつぼを得ることができる。

上記した実施例1～3においては、図1に示した装置を用いて型の内部
15 は常圧状態で石英ガラスるつぼを製造した例を示したが、型の内部を図6～図8に示した装置を用いて減圧状態として製造することも可能である。型の内部を 500mmHg とした以外は、実施例1～3と同様の条件で実験を行ったところ、実施例1～3と同様の結果を得ることができた。

また、実施例1～3においては、内層を形成する石英ガラス粉としては、
20 合成石英ガラス粉を用いた場合を示したが、合成石英ガラス粉のかわりに天然石英ガラス粉を用いても同様の結果が得られることも確認した。

産業上の利用可能性

以上述べたごとく、本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつ
25 ぼは、シリコン単結晶を引き上げる際に結晶欠陥の発生がなく、シリコン単結晶の単結晶化率を極めて向上させることができるという大きな効果を

奏する。

また、本発明のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法によれば、本発明の優れた作用を有する石英ガラスるつぼを複雑工程を要することなく安定して製造できるという効果を有する。

請 求 の 範 囲

1. 半透明石英ガラス層のるつぼ基体と、該るつぼ基体の内壁面に形成された透明石英ガラス層からなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼであり、シリコン単結晶引き上げ後のるつぼ内面の1mm以内に径0.5mm以上の泡膨張が存在しないようにしたことを特徴とするシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。
2. 前記したシリコン単結晶引き上げ後のるつぼ内面の1mm以内の泡断面積が40%以下であることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。
3. 半透明石英ガラス層のるつぼ基体と、該るつぼ基体の内壁面に形成された透明石英ガラス層からなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼであり、該透明石英ガラス層中の最大泡径が0.2mm以下、泡断面積が20%以下及びガス含有量が $1\mu\text{l/g}$ 以下であることを特徴とするシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。
4. 水素をドーピングすることなく製造されることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。
5. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30\mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が300ppm以下、溶融加熱電力が400～1000kw、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が50～300mm、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が800mm以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300\mu\text{m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下の条件で製造されかつるつぼ径が22"～28"であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載のシリコン単結

晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。

6. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $20 \mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH
5 基含有濃度が 300ppm 以下、溶融加熱電力が $200 \sim 400 \text{kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50 \sim 300 \text{mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300 \mu\text{m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下の条件で製造されかつるつぼ径が $22'' \sim 28''$ であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載のシリコン単結晶
10 引き上げ用石英ガラスるつぼ。

7. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成する方法を用い、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30 \mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH
15 基含有濃度が 300ppm 以下、溶融加熱電力が $600 \sim 2000 \text{kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50 \sim 300 \text{mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 1500mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300 \mu\text{m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下の条件で製造されかつるつぼ径が $30'' \sim 48''$ であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載のシリコン単結
20 晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。

8. 前記型の内部粉体層を型内面より減圧引きして減圧状態とすることを特徴とする請求項5～7のいずれか1項記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。

25 9. 前記減圧状態が $10 \sim 700 \text{mmHg}$ であることを特徴とする請求項8記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼ。

10. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成するシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法であり、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30 \mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300ppm 以下、溶融加熱電力が $400 \sim 1000 \text{kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50 \sim 300 \text{mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300 \mu\text{m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下の条件であることを特徴とするるつぼ径 $22'' \sim 28''$ のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法。

11. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成するシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法であり、二酸化珪素粉末のガス含有量が $20 \mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300ppm 以下、溶融加熱電力が $200 \sim 400 \text{kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50 \sim 300 \text{mm}$ 、アーク中心点から堆積粉底内面までの距離が 800mm 以下、二酸化珪素粉末の粒径が $300 \mu\text{m}$ 以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が 200g/min 以下の条件であることを特徴とするるつぼ径 $22'' \sim 28''$ のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法。

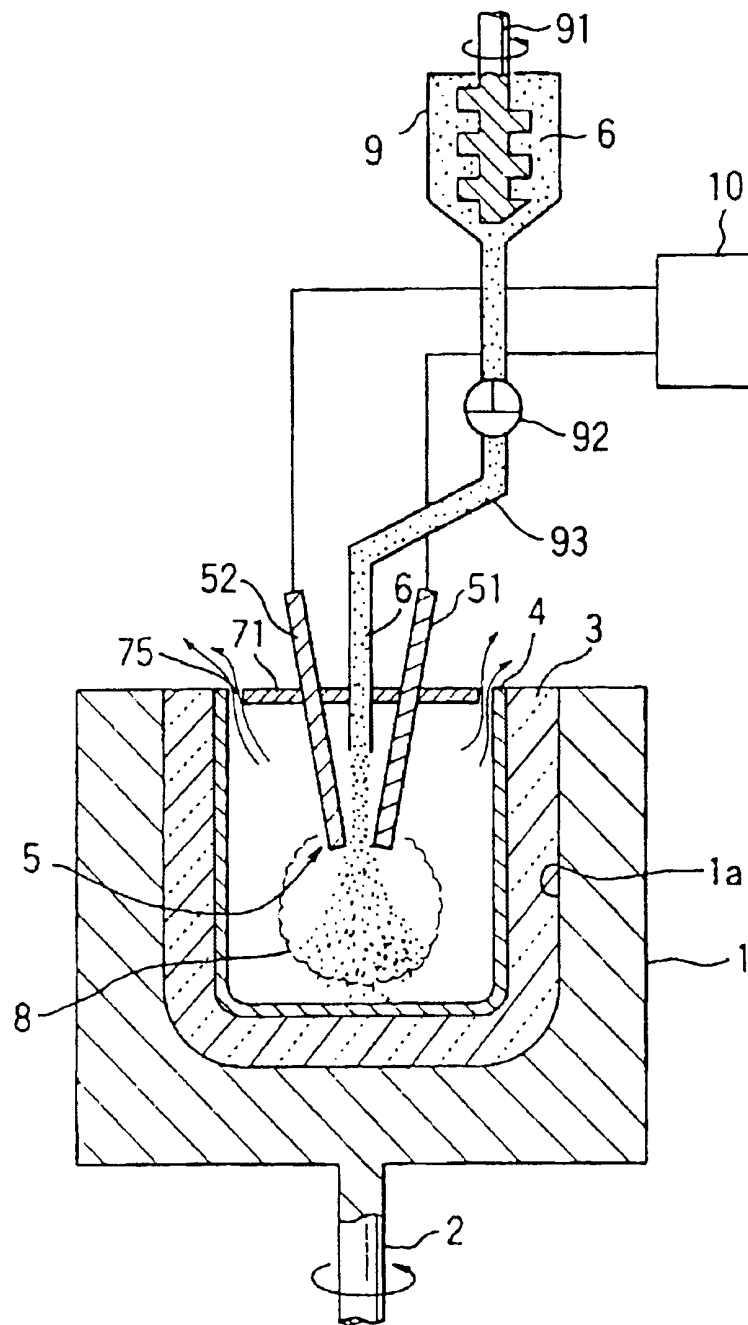
12. アーク回転溶融法において型中で二酸化珪素粉末によって基体を形成しかつ該基体の内面に二酸化珪素粉末によって内層を形成するシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法であり、二酸化珪素粉末のガス含有量が $30 \mu\text{l/g}$ 以下、二酸化珪素粉末のOH基含有濃度が 300ppm 以下、溶融加熱電力が $600 \sim 2000 \text{kw}$ 、アーク中心点から二酸化珪素粉末の落とし位置までの水平距離が $50 \sim 300 \text{mm}$ 、アーク

中心点から堆積粉底内面までの距離が1500mm以下、二酸化珪素粉末の粒径が300 μ m以下及び二酸化珪素粉末の落とし速度が200g/min以下の条件であることを特徴とするるつぼ径30"~48"のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法。

- 5 13. 前記型の内部粉体層を型内面より減圧引きして減圧状態とすることを特徴とする請求項10~12のいずれか1項記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法。

14. 前記減圧状態が10~700mmHgであることを特徴とする請求項13記載のシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスるつぼの製造方法。

図 1



2 / 5

図 2

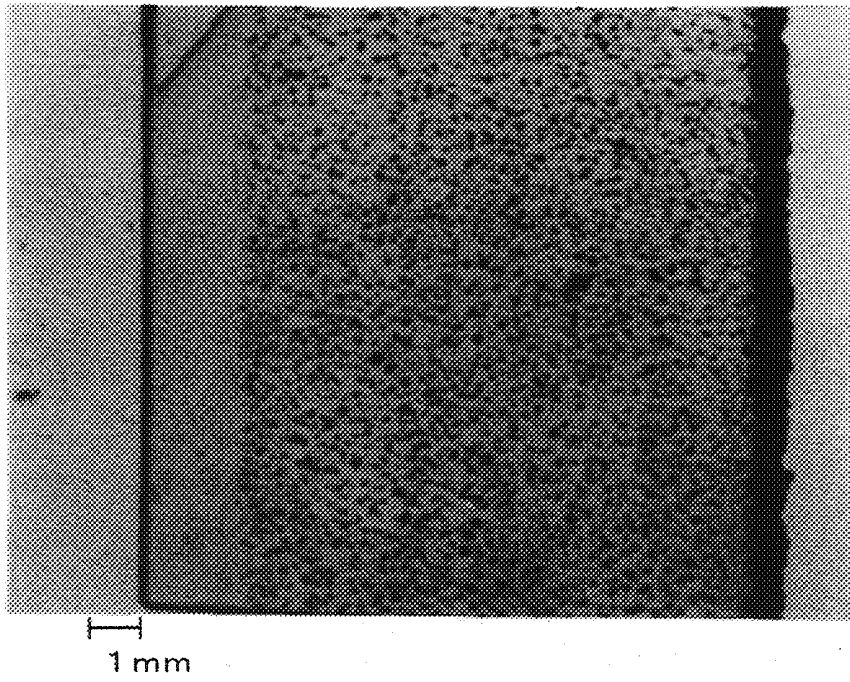
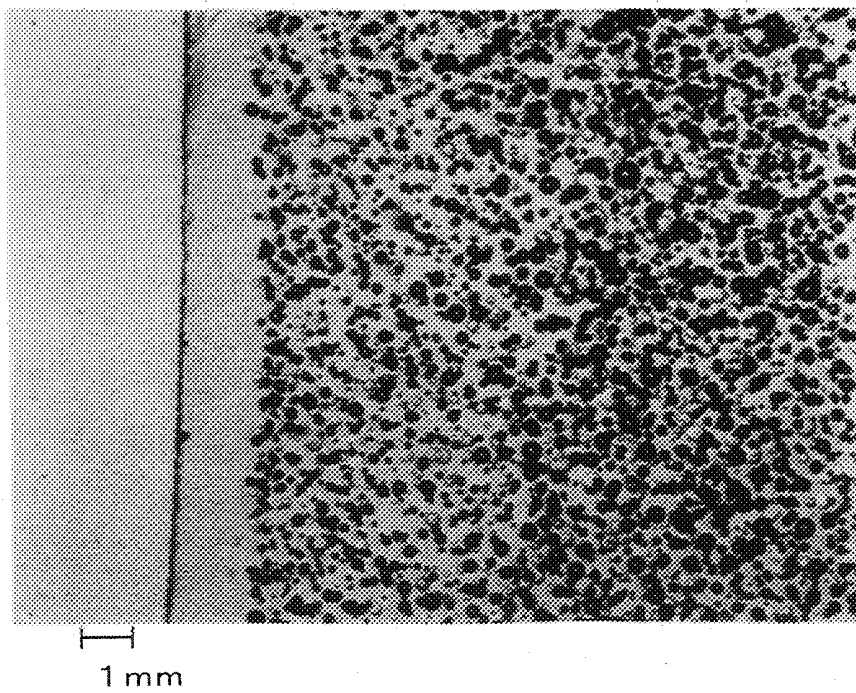


図 3



3 / 5

図 4

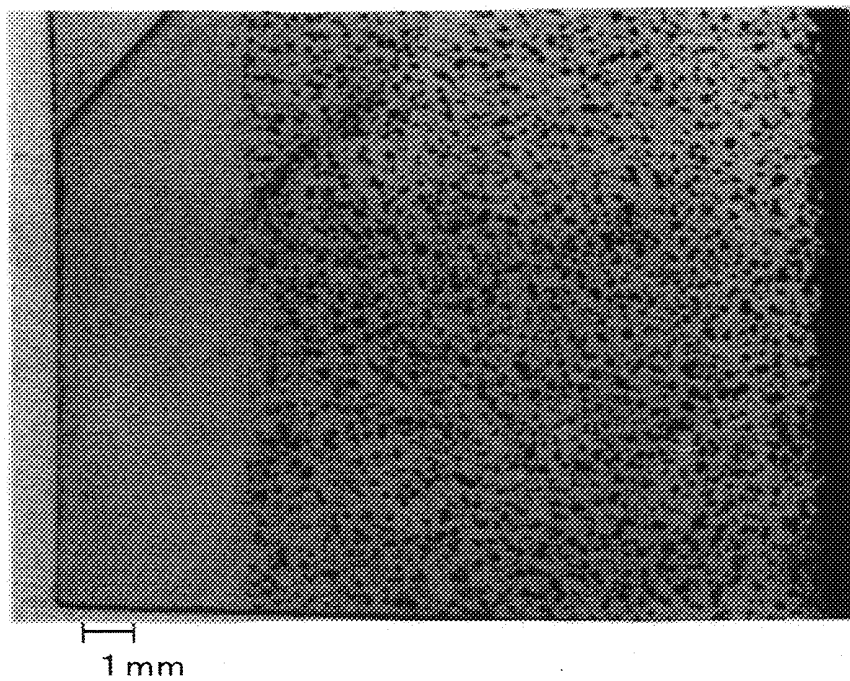


図 5

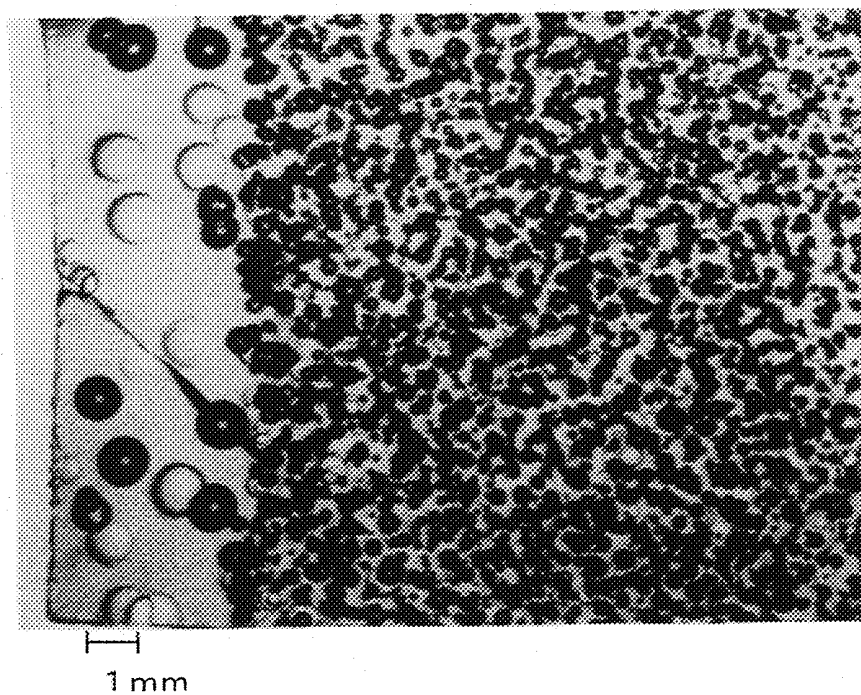


図 6

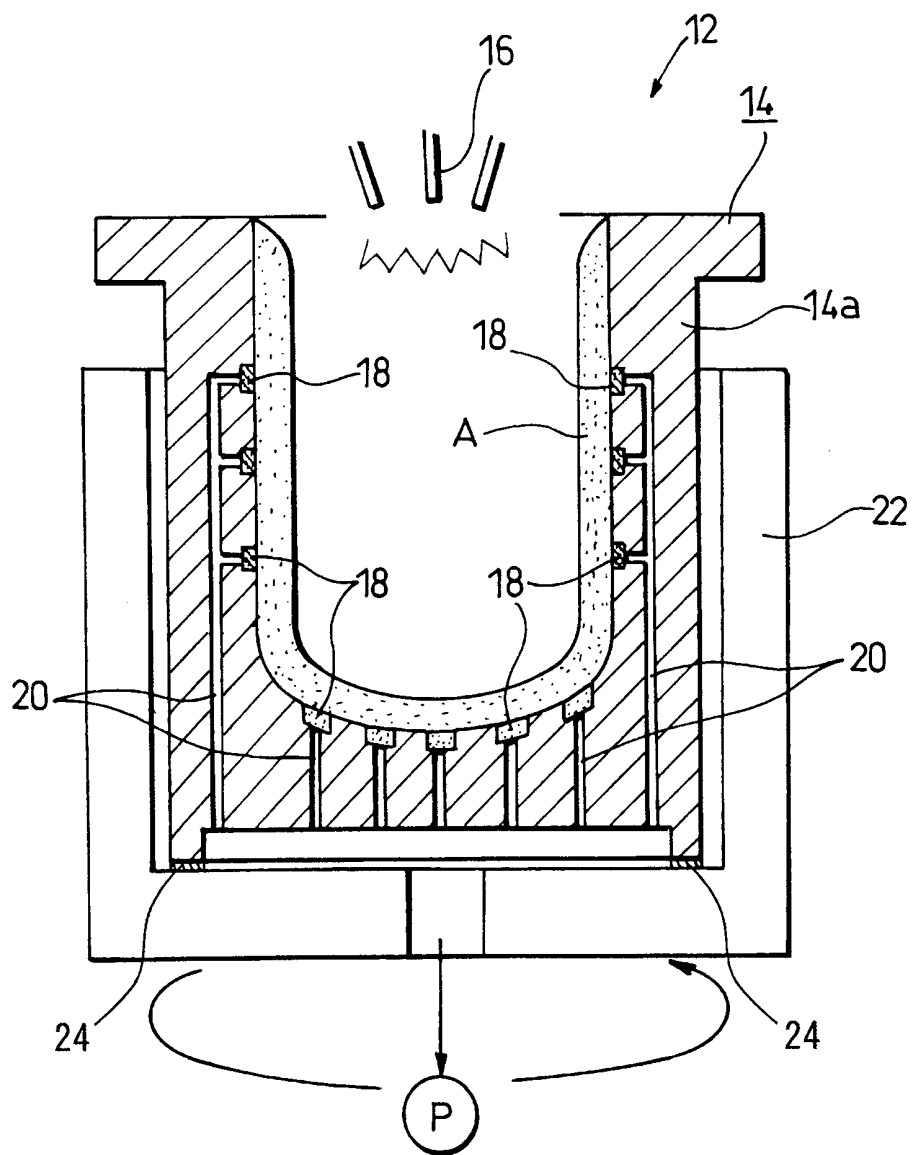


図 7

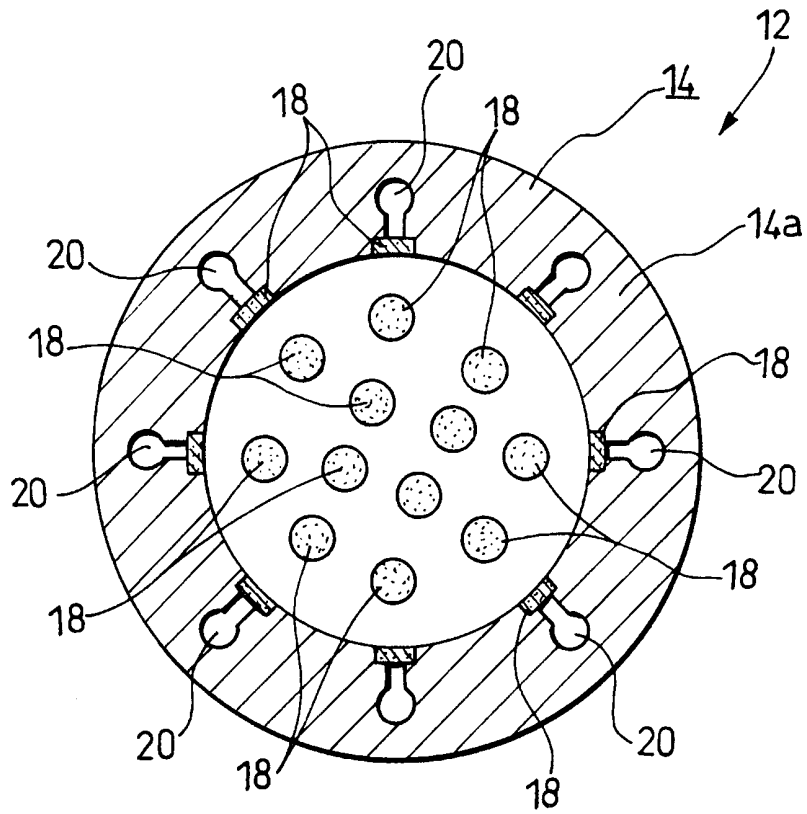
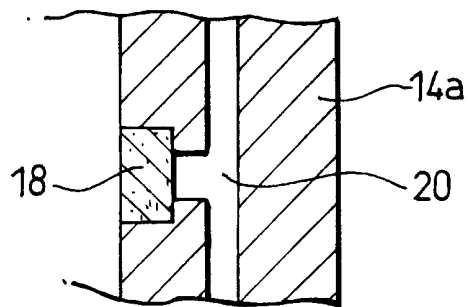


図 8



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/02703

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁶ C30B15/10, C03B20/00

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.⁶ C30B1/00-35/00, C03B20/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

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.
A	JP, 5-124889, A (Shinetsu Quartz Products Co., Ltd.), 21 May, 1993 (21. 05. 93) (Family: none)	1-3
A	JP, 7-330358, A (Shinetsu Quartz Products Co., Ltd.), 19 December, 1995 (19. 12. 95) (Family: none)	1-3
A	JP, 1-148718, A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 12 June, 1989 (12. 06. 89) & EP, 319031, A & US, 4935046, A & US, 4956208, A	1-14
A	JP, 5-105577, A (Shinetsu Quartz Products Co., Ltd.), 27 April, 1993 (27. 04. 93) & EP, 463543, A & US, 5174801, A	1-14

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search
17 August, 1999 (17. 08. 99)

Date of mailing of the international search report
31 August, 1999 (31. 08. 99)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int. Cl. ⁹ C30B15/10, C03B20/00

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. ⁹ C30B1/00-35/00, C03B20/00

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 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-1999年
 日本国登録実用新案公報 1994-1999年
 日本国実用新案登録公報 1996-1999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 請求の範囲の番号
A	JP, 5-124889, A (信越石英株式会社), 21. 5月. 1993 (21. 05. 93) (ファミリーなし)	1-3
A	JP, 7-330358, A (信越石英株式会社), 19. 12月. 1995 (19. 12. 95) (ファミリーなし)	1-3
A	JP, 1-148718, A (信越半導体株式会社), 12. 6月. 1989 (12. 06. 89) & EP, 319031, A & US, 4935046, A & US, 4956208, A	1-14
A	JP, 5-105577, A (信越石英株式会社), 27. 4月. 1993 (27. 04. 93) & EP, 463543, A & US, 5174801, A	1-14

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 17. 08. 99 国際調査報告の発送日 31.08.99

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) 五十棲 毅	4G	9440
電話番号 03-3581-1101 内線 3416			