

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-111483

(P2020-111483A)

(43) 公開日 令和2年7月27日(2020.7.27)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)
<b>C03B</b>	<b>20/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C03B 20/00 H 4G014
C3OB	29/06	(2006.01)	C3OB 29/06 5O2B 4G077
C3OB	15/10	(2006.01)	C3OB 15/10

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2019-3058 (P2019-3058)  
 (22) 出願日 平成31年1月11日 (2019.1.11)

(71) 出願人 302006854  
 株式会社SUMCO  
 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
 (74) 代理人 100180976  
 弁理士 野村 一郎  
 (72) 発明者 藤田 剛司  
 秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 株式会社SUMCO JSQ事業部内  
 (72) 発明者 福井 正徳  
 秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 株式会社SUMCO JSQ事業部内  
 Fターム(参考) 4G014 AH00  
 4G077 AA02 BA04 CF10 EG02 PD05

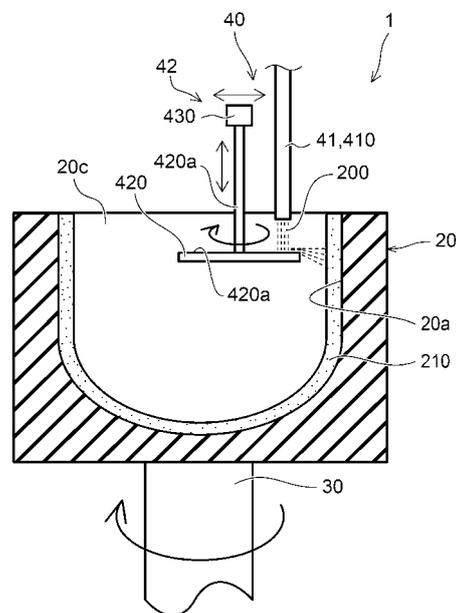
(54) 【発明の名称】 シリカガラススツボの製造装置および製造方法

(57) 【要約】

【課題】 モールド内に安定したシリカ粉層を短時間で形成することができるシリカガラススツボの製造装置および製造方法を提供すること。

【解決手段】 本発明の一態様は、回転するモールドの内側にシリカ粉層を形成するシリカガラススツボの製造装置であって、モールドを回転させる回転手段と、モールドの内側にシリカ粉を供給する供給手段と、を備える。この製造装置において、供給手段は、シリカ粉をモールドの内側におけるモールドの内壁面から離れた位置に落下させるように送り出す送出部と、送出部から送り出されたシリカ粉の方向を落下位置から内壁面側に変換するとともに、シリカ粉の落下位置から内壁面に向けた拡散角度を拡げる拡散部と、を有する。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

回転するモールドの内側にシリカ粉層を形成するシリカガラスツボの製造装置であって、

前記モールドを回転させる回転手段と、

前記モールドの内側にシリカ粉を供給する供給手段と、

を備え、

前記供給手段は、

前記シリカ粉を前記モールドの内側における前記モールドの内壁面から離れた位置に落下させるように送り出す送出部と、

前記送出部から送り出された前記シリカ粉の移動方向を落下位置から前記内壁面側に変換するとともに、前記シリカ粉の前記落下位置から前記内壁面に向けた拡散角度を拡げる拡散部と、を有する、シリカガラスツボの製造装置。

10

**【請求項 2】**

前記拡散部は回転盤を有し、

前記回転盤は、前記送出部から送り出された前記シリカ粉を前記回転盤の表面で受ける、請求項 1 記載のシリカガラスツボの製造装置。

**【請求項 3】**

前記拡散部は、前記回転盤と前記内壁面との相対的な位置を変化させる駆動機構を有する、請求項 2 記載のシリカガラスツボの製造装置。

20

**【請求項 4】**

前記回転盤の表面の硬さは、モース硬度 5 以上である、請求項 2 または 3 に記載のシリカガラスツボの製造装置。

**【請求項 5】**

前記回転盤の直径は、前記モールドの内径の 9 % 以上 76 % 以下である、請求項 2 から 4 のいずれか 1 項に記載のシリカガラスツボの製造装置。

**【請求項 6】**

前記回転盤の表面の材料における金属不純物の濃度は一つの元素あたり 20 ppm 以下である、請求項 2 から 5 のいずれか 1 項に記載のシリカガラスツボの製造装置。

**【請求項 7】**

回転するモールドの内側にシリカ粉層を形成するシリカガラスツボの製造方法であって、

前記モールドを回転させた状態でシリカ粉を前記モールドの内側における前記モールドの内壁面から離れた位置に落下させる工程と、

落下させた前記シリカ粉の移動方向を落下位置から前記内壁面側に変換するとともに、前記シリカ粉の前記落下位置から前記内壁面に向けた拡散角度を拡げて前記内壁面側に飛散させて前記シリカ粉層を形成する工程と、

前記シリカ粉層を溶融した後、冷却する工程と、

を備えたシリカガラスツボの製造方法。

30

**【請求項 8】**

前記シリカ粉層を形成する工程は、落下させた前記シリカ粉を回転盤の表面で受けることで前記シリカ粉の方向変換および拡散角度の広角化を行う、請求項 7 記載のシリカガラスツボの製造方法。

40

**【請求項 9】**

前記シリカ粉層を形成する工程は、前記回転盤と前記内壁面との相対的な位置を変化させながら前記シリカ粉層の厚さを制御する、請求項 8 記載のシリカガラスツボの製造方法。

**【請求項 10】**

前記シリカ粉層を形成する工程において、前記回転盤の回転数は 100 rpm 以上 5000 rpm 以下である、請求項 8 または 9 に記載のシリカガラスツボの製造方法。

50

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、シリカガラスルツボの製造装置および製造方法に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

シリコン単結晶は、シリカガラスルツボに充填したシリコン原料（多結晶シリコン）を熔融し、熔融した多結晶シリコンに種結晶を接触させて回転しながら引き上げることで製造される（CZ法：チョクラルスキー法）。このCZ法で使用されるシリカガラスルツボは、回転モールド法によって製造される。

10

## 【0003】

回転モールド法によるシリカガラスルツボの製造方法は、平均粒径100 $\mu$ m～400 $\mu$ m程度のシリカ粉を回転するモールドの内側に遠心力を利用して堆積させてシリカ粉層を形成するシリカ粉層形成工程と、モールド側からシリカ粉層を減圧しながら、シリカ粉層をアーク熔融させることによってシリカガラス層を形成するアーク熔融工程とを備える。

## 【0004】

シリカ粉層形成工程では、モールドの内側に天然石英粉層を形成した後、天然石英粉層の上に合成シリカ粉層を形成する。アーク熔融工程では、減圧しながらシリカ粉を熔融することによって気泡を除去して透明シリカガラス層（以下、「透明層」とも言う。）を形成する。次いで、減圧を弱くすることによって気泡が残留した気泡含有シリカガラス層（以下、「非透明層」とも言う。）を形成する。これにより、内表面側に透明層、外表面側に非透明層を有し、さらに、内表面側に合成層（合成シリカ粉を熔融して形成した層）、外表面側に天然層（天然石英粉を熔融して形成した層）を有する多層構造のシリカガラスルツボが形成される。

20

## 【0005】

このようなシリカガラスルツボの製造におけるシリカ粉層の形成において、特許文献1には、石英ガラスルツボの特定領域における選択的な多層化、薄層化を行うことができ、また層境界付近に残存する気泡を抑制した石英ガラスルツボの製造方法が開示される。この製造方法は、回転するルツボ成形用型（モールド）内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非熔融環境下で吹付けることにより石英ガラス成形体を形成する工程と、石英ガラス成形体を加熱熔融し、その後、冷却し、石英ガラスルツボを形成する工程と、を含む。

30

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0006】

【特許文献1】特開2017-149603号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

40

## 【0007】

回転モールド法でのシリカ粉層形成工程において、回転するモールドにシリカ粉を投入し、遠心力を利用してシリカ粉層をモールド内壁面に堆積させる際、所望の位置および厚さでシリカ粉層を形成することは非常に難しい。すなわち、モールドの大きさ（キャピティ内径）および回転数に基づく遠心力、シリカ粉の粒径、投入位置、投入量、投入環境など、様々な条件を考慮する必要があるため、安定して所望のシリカ粉層を形成するための制御は容易ではない。このため、シリカ粉を投入する作業者の経験に頼る部分が多い。

## 【0008】

また、モールド内壁面に向けてシリカ粉を吹き付けてシリカ粉層を形成する場合、吹き付けによる圧力（例えば、ガスの風圧）によって先に形成されたシリカ粉層の原料粉を崩

50

してしまうという問題が生じる。特に、短時間でシリカ粉層を形成しようとして吹き付けるシリカ粉の量を増加させた場合、このような原料粉の崩れが顕著に現れることになる。

【0009】

このような回転モールド法によって製造されるシリカガラスツボの品質は、シリカガラスツボを用いてシリコン単結晶の引き上げ（例えば、CZ法）を行った場合のシリコン単結晶（シリコンインゴット）の品質と密接に関連する。例えば、シリカガラスツボに金属不純物が混入していると、シリコン単結晶の引き上げ時に金属不純物がシリコン融液へ混入し、シリコンインゴットの有転位化に繋がる。したがって、回転モールド法でのシリカ粉層の形成は、シリコン単結晶の品質にも繋がる重要な工程である。

【0010】

本発明は、モールド内に安定したシリカ粉層を短時間で形成することができるシリカガラスツボの製造装置および製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明の一態様は、回転するモールドの内側にシリカ粉層を形成するシリカガラスツボの製造装置であって、モールドを回転させる回転手段と、モールドの内側にシリカ粉を供給する供給手段と、を備える。この製造装置において、供給手段は、シリカ粉をモールドの内側におけるモールドの内壁面から離れた位置に落下させるように送り出す送出部と、送出部から送り出されたシリカ粉の移動方向を落下位置から内壁面側に変換するとともに、シリカ粉の落下位置から内壁面に向けた拡散角度を拡げる拡散部と、を有する。

【0012】

このような構成によれば、モールドの内壁面にシリカ粉層を形成する際、モールドの内側に落下させたシリカ粉が拡散部を経由することでその移動方向が落下位置から内壁面側に変換されるとともに、落下位置から内壁面に向けた拡散角度が拡がる。このため、シリカ粉をモールドの内壁面の広範囲に短時間で飛着させることができる。

【0013】

上記シリカガラスツボの製造装置において、拡散部は回転盤を有し、回転盤は、送出部から送り出されたシリカ粉を回転盤の表面で受けるよう設けられていてもよい。これにより、回転盤の表面（上面）に落下したシリカ粉は回転板の表面を転がりながら遠心力によって加速して回転盤からモールドの内壁面へ飛ばされることになる。

【0014】

上記シリカガラスツボの製造装置において、拡散部は、回転盤と内壁面との相対的な位置を変化させる駆動機構を有することが好ましい。これにより、シリカ粉を飛ばす位置やモールドの内壁面の高さ方向の位置を調整することができる。

【0015】

上記シリカガラスツボの製造装置において、回転盤の表面の硬さは、モース硬度5以上であることが好ましい。ここで、モース硬度は、モース硬度計の標準鉱物で表面を引っかき、傷付くか否かによって決められる。これにより、回転盤の表面にシリカ粉が接触しても回転盤の表面の傷付きを抑制することができる。

【0016】

上記シリカガラスツボの製造装置において、回転盤の直径は、モールドの内径の9%以上76%以下であることが好ましい。回転盤の直径がモールドの内径の9%よりも小さいと、十分な量のシリカ粉を回転盤で受けることができない。一方、回転盤の直径がモールドの内径の76%を超えると回転盤をモールドの内側に出し入れする際の取り扱いが困難となる。さらに、回転盤上でシリカ粉の拡散角度が広がり過ぎて、モールドに付着するシリカ粉の量のばらつきが発生しやすくなる。

【0017】

上記シリカガラスツボの製造装置において、回転盤の表面の材料における金属不純物の濃度は一つの元素あたり20ppm以下であることが好ましい。これにより、シリカ粉が回転盤に接触した際に回転盤から発生してシリカ粉層に混入する金属不純物を抑制する

10

20

30

40

50

ことができる。

【0018】

本発明の一態様は、回転するモールドの内側にシリカ粉層を形成するシリカガラスツボの製造方法であって、モールドを回転させた状態でシリカ粉をモールドの内側に落下させる工程と、落下させたシリカ粉の移動方向を落下位置から内壁面側に変換するとともに、シリカ粉の落下位置から内壁面に向けた拡散角度を拡げて内壁面側に飛散させてシリカ粉層を形成する工程と、シリカ粉層を溶融した後、冷却する工程と、を備える。

【0019】

このような構成によれば、モールドの内壁面にシリカ粉層を形成する際、モールドの内側に落下させたシリカ粉の移動方向が落下位置から内壁面側に向かう方向に変換されるとともに、落下位置から内壁面に向けた拡散角度が拡がる。このため、シリカ粉をモールドの内壁面の広範囲に短時間で飛着させることができる。

10

【0020】

上記シリカガラスツボの製造方法において、シリカ粉層を形成する工程は、落下させたシリカ粉を回転盤の表面で受けることでシリカ粉の方向変換および拡散角度の広角化を行うようにしてもよい。これにより、回転盤の表面に落下したシリカ粉は回転盤の表面を転がりながら遠心力によって加速して回転盤からモールドの内壁面へ飛ばされることになる。

【0021】

上記シリカガラスツボの製造方法において、シリカ粉層を形成する工程は、回転盤と内壁面との相対的な位置を変化させながらシリカ粉層の厚さを制御することが好ましい。これにより、シリカ粉を飛ばす位置やモールドの内壁面の高さ方向の位置を調整することができる。

20

【0022】

上記シリカガラスツボの製造方法におけるシリカ粉層を形成する工程において、回転盤の回転数は100rpm以上5000rpm以下であることが好ましい。回転盤の回転数が5000rpmよりも速いとシリカ粉が散らばりすぎ、100rpmよりも遅いとシリカ粉が水平方向に十分な速度で飛び出ず、モールドの内壁面に付着しにくくなる。

【発明の効果】

【0023】

本発明によれば、モールド内に安定したシリカ粉層を短時間で形成することができるシリカガラスツボの製造装置および製造方法を提供することが可能になる。

30

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本実施形態に係るシリカガラスツボの製造装置を例示する模式断面図である。

【図2】(a)および(b)は、拡散部を例示する模式図である。

【図3】(a)および(b)は、シリカガラスツボを例示する模式図である。

【図4】シリカガラスツボの製造工程を概略的に示すフローチャートである。

【図5】(a)および(b)は、シリカガラスツボの製造方法を説明するための模式図である。

40

【図6】(a)および(b)は、シリカガラスツボの製造方法を説明するための模式図である。

【図7】他の供給手段について説明する模式図である。

【図8】(a)および(b)は、他の供給手段について説明する模式図である。

【図9】(a)および(b)は、他の供給手段について説明する模式図である。

【図10】(a)および(b)は、他の供給手段について説明する模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0025】

以下、本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。なお、以下の説明では、同一の部材には同一の符号を付し、一度説明した部材については適宜その説明を省略する。

50

## 【 0 0 2 6 】

図 1 は、本実施形態に係るシリカガラスルツボの製造装置を例示する模式断面図である。

図 2 ( a ) および ( b ) は、拡散部を例示する模式図である。

図 2 ( a ) には拡散部 4 2 の平面図が示され、図 2 ( b ) には拡散部 4 2 の側面図が示される。

図 3 ( a ) および ( b ) は、シリカガラスルツボを例示する模式図である。

図 3 ( a ) にはシリカガラスルツボ 1 1 の斜視図が示され、図 3 ( b ) にはシリカガラスルツボ 1 1 の断面図が示される。

## 【 0 0 2 7 】

10

< シリカガラスルツボ >

先ず、本実施形態に係る製造装置 1 で製造されるシリカガラスルツボ 1 1 について説明する。

図 3 に示すように、シリカガラスルツボ 1 1 は、相対的に曲率の大きいコーナ部 1 1 b と、上面に開口した縁部を有する円筒状の側壁部 1 1 a と、直線または相対的に曲率の小さい曲線からなるすり鉢状の底部 1 1 c と、を有する。

## 【 0 0 2 8 】

本実施形態において、コーナ部 1 1 b は、側壁部 1 1 a と底部 1 1 c を接続する部分であり、コーナ部 1 1 b の曲線の接線がシリカガラスルツボ 1 1 の側壁部 1 1 a と重なる点から、底部 1 1 c と共通接線を有する点までの部分のことを意味する。言い換えると、シリカガラスルツボ 1 1 の側壁部 1 1 a において曲がり始める点が、側壁部 1 1 a とコーナ部 1 1 b との境界である。さらに、シリカガラスルツボ 1 1 の底の曲率が実質的に一定の部分が底部 1 1 c であり、シリカガラスルツボ 1 1 の底の中心からの距離が増したときに曲率が変化し始める点が、底部 1 1 c とコーナ部 1 1 b との境界である。

20

## 【 0 0 2 9 】

シリカガラスルツボ 1 1 の肉厚方向（厚さ方向とも言う。）において、ルツボ内表面（以下、「内表面 I S」とも言う。）側には透明層 1 3 が設けられ、ルツボ外表面（以下、「外表面 O S」とも言う。）側には非透明層 1 5 が設けられる。

## 【 0 0 3 0 】

透明層 1 3 とは、実質的に気泡を含まない層である。ここで、「実質的に気泡を含まない」とは、気泡が原因でシリコン単結晶の単結晶化率が低下しない程度の気泡含有率および気泡サイズのことを意味する。例えば、透明層 1 3 の気泡含有率は 0 . 1 % 以下であり、気泡の平均直径は 1 0 0 μ m 以下である。

30

## 【 0 0 3 1 】

透明層 1 3 は合成シリカガラスを内表面 I S 側に含むことが好ましい。合成シリカガラスとは、例えばケイ素アルコキシドの加水分解により合成された原料を溶融して製造されたシリカガラスを意味する。一般に合成シリカは天然石英に比べて金属不純物の濃度が低く、OH 基の濃度が高いという特性を有している。例えば、合成シリカに含まれる各金属不純物の含有量は 0 . 0 5 p p m 未満であり、OH 基の含有量は 3 0 p p m 以上である。ただし、Al 等の金属不純物が添加された合成シリカも知られていることから、合成シリカが否かは一つの要素に基づいて判断されるべきものではなく、複数の要素に基づいて総合的に判断されるべきものである。このように、合成シリカガラスは天然石英ガラスと比べて不純物が少ないことから、ルツボからシリコン融液中へ溶出する不純物の増加を防止することができ、シリコン単結晶化率を高めることができる。

40

## 【 0 0 3 2 】

非透明層 1 5 には多数の気泡が内在する。非透明層 1 5 は、この気泡によって白濁した状態に見える層のことである。非透明層 1 5 は天然石英ガラスからなることが好ましい。天然石英ガラスとは、天然水晶、ケイ石等の天然原料を溶融して製造されたシリカガラスを意味する。一般に天然石英は合成シリカに比べて金属不純物の濃度が高く、OH 基の濃度が低いという特性を有している。例えば、天然石英に含まれる Al の含有量は 1 p p m

50

以上、アルカリ金属（Na，KおよびLi）の含有量はそれぞれ0.1ppm以上、OH基の含有量は60ppm未満である。

【0033】

なお、天然石英か否かは一つの要素に基づいて判断されるべきものではなく、複数の要素に基づいて総合的に判断されるべきものである。天然石英は、合成シリカに比べて高温における粘性が高いことから、ルツボ全体の耐熱強度を高めることができる。また、天然原料は合成シリカに比べて安価であり、コスト面でも有利である。

【0034】

<シリカガラスルツボの製造装置>

次に、本実施形態に係るシリカガラスルツボ11の製造装置1について説明する。

図1に示すように、製造装置1は、回転モールド法で上記のシリカガラスルツボ11を製造する際のモールド20の内壁面20aにシリカ粉層210を形成するための装置である。モールド20の材料としては、例えばカーボンなどが挙げられる。製造装置1は、モールド20を回転させる回転手段30と、モールド20の内側であるキャビティ20c内にシリカ粉200を供給する供給手段40と、を備える。

【0035】

モールド20のキャビティ20cは、製造するシリカガラスルツボ11の外形に合わせた凹型の形状を有する。回転手段30は、モールド20の下方に配置され、モールド20のキャビティ20cの底の中央を中心としてモールド20を回転させる。

【0036】

供給手段40は、送出部41と、拡散部42とを有する。送出部41は、シリカ粉200をモールド20の内側（キャビティ20c）における内壁面20aから離れた位置に落下させるように送り出す。本実施形態において、送出部41はシリカ粉200を落下させる例えば給鉱手段を有する。給鉱手段としては、シリカ粉200を落下させる管、桶、スコップなどが挙げられる。本実施形態では、給鉱手段として給鉱管410によってシリカ粉200を落下させる例を示す。

【0037】

拡散部42は、送出部41から送り出されたシリカ粉200の移動方向を落下位置から内壁面20a側に変換するとともに、シリカ粉200の落下位置から内壁面20aに向けた拡散角度を拡げる機能を有する。

【0038】

拡散部42は、回転盤420を有する。回転盤420は例えば円盤状の板材であって、中心に軸42aが設けられる。軸42aは駆動機構430によって回転可能に設けられる。すなわち、回転盤420は、駆動機構430の回転駆動によって水平に回転可能に設けられる。なお、回転盤420は必ずしも円盤状に限定されず、四角形状や多角形状であってもよい。

【0039】

また、駆動機構430は、回転盤420を上下方向（キャビティ20cの深さ方向）に移動させる機構を有する。駆動機構430は例えば軸42aを上下方向に進退させることで回転盤420の高さを変えることができる。なお、駆動機構430は、回転盤420を左右方向（キャビティ20cの開口径方向）に移動させる機構を有していてもよい。駆動機構430によって、回転盤420と内壁面20aとの相対的な位置を変化させることができる。

【0040】

給鉱管410の送出口は回転盤420の上方に配置される。これにより、給鉱管410の送出口から投入されたシリカ粉200が回転盤420の上面420aに落下する。そして、回転盤420の上面420aに落下したシリカ粉200は、回転盤420の回転による遠心力を受けて外方に拡がっていく。

【0041】

すなわち、シリカ粉200の移動方向は、落下方向（給鉱管410の送出口から落下位

10

20

30

40

50

置に向かう方向)から、回転盤420の上面420aに沿った外方(落下位置からモールド20の内壁面20aに向かう方向)へ変換される。さらに、シリカ粉200は、回転盤420の上面420aを外周側に加速しながら進み、放射状に拡がっていく。すなわち、シリカ粉200の拡散角度が拡げられ、内壁面20aに向けて飛び出していく。

#### 【0042】

回転盤420の材料としては、石英やセラミック(SiC、アルミナ、酸化ジルコニア等)が挙げられる。回転盤420の上面420aには給鉱管410から落下したシリカ粉200が当たり、接触しながら転がっていくため、摩耗の少ない材料が望まれる。例えば、回転盤420の表面(上面420a)のモース硬さは5以上であることが好ましい。これにより、回転盤420の上面420aにシリカ粉200が接触しても回転盤420の表面の摩耗や傷付きを抑制でき、耐久性を向上させることができる。また、摩耗の低減によって回転盤420の変形が抑制され、シリカ粉200の飛散方向やモールド20に付着するシリカ粉200の厚さを安定させることができる。また、シリカ粉200の接触による回転盤420の表面からのダストの発生を抑制することができる。

10

#### 【0043】

回転盤420の材料として石英を用いる場合、アルカリ金属、アルミニウム、鉄またはカルシウムのうち最も高い元素が1000ppm以下であることが好ましく、金属不純物の濃度が一つの元素あたり20ppm以下であることがより好ましい。これにより、シリカ粉200が回転盤420に接触した際に回転盤420から発生してシリカ粉層に混入する金属等の不純物を抑制することができる。

20

#### 【0044】

ここで、シリカ粉層210に金属不純物が混入すると、製造されるシリカガラスルツボ11にもこの金属不純物が残る状態となる。金属不純物が混入したシリカガラスルツボ11を用いてCZ法でシリコン単結晶を製造すると、結晶欠陥を発生させる原因となる。上記のように回転盤420の金属不純物の濃度が一つの元素あたり20ppm以下であれば、シリカガラスルツボ11へ金属不純物が混入したとしても、CZ法で製造されるシリコン単結晶に重大な結晶欠陥を発生させる量にはならない。これにより、このシリカガラスルツボ11を用いて製造するシリコン単結晶の結晶欠陥の発生を抑制して、品質の高いシリコン単結晶を製造することが可能となる。

30

#### 【0045】

本実施形態に係る製造装置1においてシリカ粉200をモールド20に投入する際、回転盤420をモールド20のキャビティ20c内に配置する関係から、回転盤420の直径は、モールド20の内径の9%以上76%以下が好ましい。

#### 【0046】

回転盤420の直径がモールド20の内径の9%よりも小さいと、十分な量のシリカ粉200を回転盤420で受けることができず、モールド20の内壁面20aに向けて飛ばすシリカ粉200の量が少なくなってしまう。このため、所望の量のシリカ粉200の投入に多くの時間を要することになる。一方、回転盤420の直径がモールド20の内径の76%を超えると回転盤420をモールド20の内側へ出し入れする際の取り扱いが困難となる。さらに、回転盤420上でシリカ粉200の拡散角度が広がり過ぎて、モールド20に付着するシリカ粉200の量のばらつきが発生しやすくなる。

40

#### 【0047】

<シリカ粉の拡散動作>

図2(a)に示すように、回転盤420の上面420aの所定位置にシリカ粉200が落下すると、シリカ粉200は上面420aとの摩擦による慣性で回転盤420の外周に向けて拡がっていく。そして、シリカ粉200は回転盤420の外周から飛び出してモールド20の内壁面20aに飛着する。すなわち、シリカ粉200は回転盤420の上面420aへ落下し、上面420aに接触することで回転盤420の回転による遠心力を受けて上面420aの落下位置からモールド20の内壁面20a側に移動方向を変える。

#### 【0048】

50

さらに、シリカ粉 200 の上面 420 a に落下した位置と回転盤 420 の回転中心との距離によって回転盤 420 の外周まで転がる（進む）際の軌跡が変わる。これにより、連続して供給されたシリカ粉 200 の拡散範囲は回転盤 420 の外周に向かうほど拡がり、モールド 20 の内壁面 20 a に向けて所定の拡散角度を持って飛び出していくことになる。

#### 【0049】

つまり、図 2 (b) に示すように、落下（例えば、自然落下）によって供給されたシリカ粉 200 には、回転盤 420 に当たることで水平方向成分の力が加えられる。連続供給されるシリカ粉 200 は加速しながら拡がり、モールド 20 の内壁面 20 a に向けて飛び出し、内壁面 20 a に飛着することになる。本実施形態では、シリカ粉 200 を内壁面 20 a に向けて吹き付けるためのガスは不要であり、落下と回転盤 420 による方向変換および拡散角度の広角化によって、単位時間に多くのシリカ粉 200 を幅広く、かつ高い均一性で飛着させることが可能となる。

10

#### 【0050】

シリカ粉 200 を付着させる際、モールド 20 は回転しているため、回転盤 420 から内壁面 20 a に向けて飛び出したシリカ粉 200 はモールド 20 の回転による遠心力で内壁面 20 a 側に押し付けられる状態になる。シリカ粉 200 の供給を続けることで内壁面 20 a にシリカ粉 200 が徐々に堆積していき、シリカ粉層 210 となる。

#### 【0051】

回転盤 420 の回転方向とモールド 20 の回転方向とは同じであっても、逆であってもよいが、同じほうが好ましい。回転盤 420 の回転方向とモールド 20 の回転方向とが同じであれば、回転盤 420 とモールド 20 との相対的な速度の差が小さくなり、回転盤 420 から飛び出して内壁面 20 a に飛着する際のシリカ粉 200 の回転方向へのずれを抑制しやすくなる。シリカ粉 200 の回転方向へのずれが抑制されると、内壁面 20 a と直交する方向への堆積を効率良く行うことができる。

20

#### 【0052】

ここで、回転盤 420 を利用してシリカ粉 200 をモールド 20 の内壁面 20 a に飛着させる際、回転盤 420 の回転数は 100 rpm 以上 5000 rpm 以下が好ましい。回転盤 420 の回転数が 5000 rpm よりも速いとシリカ粉 200 が散らばりすぎ、内壁面 20 a に向けて飛ぶシリカ粉 200 の量が減ってしまう。一方、回転盤 420 の回転数が 100 rpm よりも遅いとシリカ粉 200 が水平方向に十分な速度で飛び出ず、内壁面 20 a に付着しにくくなる。回転盤 420 のより好ましい回転数は 100 rpm 以上 4500 rpm 以下である。

30

#### 【0053】

<シリカガラスルツボの製造方法>

次に、本実施形態に係るシリカガラスルツボ 11 の製造方法を説明する。

図 4 は、シリカガラスルツボの製造工程を概略的に示すフローチャートである。

また、図 5 (a) ~ 図 6 (b) は、シリカガラスルツボの製造方法を説明するための模式図である。

シリカガラスルツボ 11 は回転モールド法によって製造される。回転モールド法は、回転するモールド 20 の内側（内壁面 20 a）にシリカ粉層 210 を形成し、シリカ粉層 210 をアーク熔融および冷却することでシリカガラスルツボ 11 を製造する方法である。

40

#### 【0054】

まず、ステップ S101 に示すように、モールド 20 の回転を行う。モールド 20 は、キャビティ 20 c 内に投入されるシリカ粉 200 が遠心力によって内壁面 20 a に保持されるスピードで回転される。

#### 【0055】

次に、ステップ S102 に示すように、回転盤 420 の挿入および回転を行う。回転盤 420 は駆動機構 430 によってキャビティ 20 c 内に挿入され、所定の高さおよび内壁面 20 a から所定の間隔で配置される。また、駆動機構 430 は、キャビティ 20 c 内に

50

配置した回転盤 420 を所定の回転数で回転させる。

【0056】

次に、ステップ S103 に示すように、シリカ粉 200 の落下投入を行う。シリカ粉 200 の落下投入は、図 5 (a) に示すように、回転盤 420 を回転させた状態で給鉱管 410 から回転盤 420 の上面 420a にシリカ粉 200 を落下する。これにより、回転盤 420 の上面 420a に落下したシリカ粉 200 が回転盤 420 上の摩擦と慣性力とで外周側へ拡がりながらモールド 20 の内壁面 20a に向けて飛び出していくことになる。

【0057】

次に、ステップ S104 に示すように、回転盤 420 の位置を制御する。すなわち、駆動機構 430 により回転盤 420 の高さや内壁面 20a との距離を制御しながらシリカ粉 200 の落下投入を続ける。これにより、ステップ S105 に示すように、モールド 20 へのシリカ粉層 210 の形成が行われる。この際、回転盤 420 と内壁面 20a との相対的な位置を調整しながらシリカ粉 200 の投入を行う。これにより、シリカ粉 200 を飛ばす距離やモールド 20 の内壁面 20a の高さ方向の位置を調整しながら、シリカ粉層 210 の所定位置での厚さを制御することができる。

10

【0058】

シリカ粉層 210 の形成では、余分に付着したシリカ粉 200 をすりきり棒等によって掻き取り、所定の厚さに成形する。また、シリカ粉 200 の堆積方向において異なる材料のシリカ粉 200 を用いてもよい。例えば、シリカガラスルツボ 11 の外側の天然層および内側の合成層に対応するため、先ず、図 5 (a) に示すように、シリカ粉 200 として第 1 シリカ粉 201 を投入して第 1 シリカ粉層 2101 を形成する。第 1 シリカ粉層 2101 は、シリカガラスルツボ 11 の天然層となることから、第 1 シリカ粉 201 として例えば天然石英粉が用いられる。

20

【0059】

次に、図 5 (b) に示すように、シリカ粉 200 として第 2 シリカ粉 202 を投入して第 2 シリカ粉層 2102 を形成する。第 2 シリカ粉層 2102 は、シリカガラスルツボ 11 の合成層となることから、第 2 シリカ粉 202 として例えば合成シリカ粉が用いられる。これにより、第 1 シリカ粉層 2101 の上に第 2 シリカ粉層 2102 が積層された多層構造のシリカ粉層 210 が形成される。

30

【0060】

次に、ステップ S106 に示すアーク熔融および減圧を行う。図 6 (a) に示すように、モールド 20 のキャビティ 20c 内にアーク電極 50 を設置し、モールド 20 を回転させながらモールド 20 の内側からアーク放電を行い、シリカ粉層 210 の全体を 1720 以上に加熱して熔融する。この際、加熱と同時にモールド 20 側から減圧し、モールド 20 に設けた通気孔 21 を通じてシリカ内部の気体を外層側に吸引し、加熱中のシリカ粉層内の空隙を脱気することにより、ルツボ内表面の気泡を除去する。これにより、実質的に気泡を含まない透明層 13 を形成する。透明層 13 の厚さは、減圧時間や圧力によって調整可能である。

【0061】

モールド 20 には図示しない冷却手段が設けられている。これにより、シリカガラスルツボ 11 の外表面となる部分のシリカをガラス化させないようにする。冷却手段による冷却温度は、シリカがガラス化せずに焼結体および粉体として残る温度である。

40

【0062】

その後、加熱を続けながら脱気のための減圧を弱め又は停止し、気泡を残留させることにより、多数の微小な気泡を内包する非透明層 15 を形成する。

【0063】

次いで、ステップ S107 に示す冷却では、アーク電極 50 への電力供給を停止して、熔融したシリカガラスを冷却してシリカガラスルツボ 11 の形状を構成する。

【0064】

次に、ステップ S108 に示す研磨処理として、シリカガラスルツボ 11 の外表面 OS

50

にサンドブラスト処理を施し、所定の表面粗さに仕上げる。そして、ステップS109に示すリムカットでは、図6(b)に示すように、モールド20から取り出したシリカガラスルツボ11の側壁部11aの上端側の一部を切断してシリカガラスルツボ11の高さを調整する。

#### 【0065】

このようなシリカガラスルツボ11の製造方法では、モールド20の内壁面20aにシリカ粉層210を形成する工程(ステップS102~ステップS105、図5(a)~(b))において、モールド20の内側(キャビティ20c内)に落下させたシリカ粉200の方向が落下位置から内壁面20a側に向かう方向に変換されるとともに、落下位置から内壁面20aに向けた拡散角度を拡げることができる。このため、シリカ粉200をモールド20の内壁面20aの広範囲に短時間で効率良く飛着させることができる。

10

#### 【0066】

<実施例および比較例>

次に、本実施形態に係る製造装置1および製造方法を適用した実施例と、比較例とを説明する。

#### 【0067】

(実施例1)

モールド(モールド20)を60rpmで回転させている内側(キャビティ20c内)に石英円盤(回転盤420)を挿入し、回転させた石英円盤上に天然石英粉を30kg/分の速度で落下させ、石英粉を水平方向へ飛ばしてモールドの壁部内面に貼り付けた。その際、円盤を上下させて壁部に均一に貼り付けた。その後、すりきり棒などで形状を整えることでモールド内面に均一な天然石英粉層を形成した。続いて、合成石英粉を回転、上下させている円盤上に落下させ、石英粉を水平方向へ飛ばしてモールドの壁部内面に貼り付けた後、すりきり棒などで形状を整えることで均一な合成石英粉層を形成した。この結果、モールド内部にルツボ形状の均一な2層の石英粉成型体が形成された。

20

#### 【0068】

(比較例1)

モールドを60rpmで回転させている内側の壁部に、回転盤420を用いることなく天然石英粉を30kg/分の速度で流し入れた。天然石英粉の一部はモールドの壁部に付着したが、殆どはモールドの底部に落下してしまい、石英粉成型体を形成できなかった。

30

#### 【0069】

(比較例2)

モールドを60rpmで回転させている内側の壁部に、回転盤420を用いることなく天然石英粉を1kg/分の速度で流し入れた。石英粉が壁部に付着した後、すりきり棒などで形状を整えることでモールド内面に天然石英粉層を形成した。このとき、モールドの壁部から底部に流れ落ちる石英粉が多く、壁部よりも底部の層厚が厚くなった。続いて、合成石英粉を壁部に同様の速度で流し入れた。石英粉が壁部に付着した後、その後すりきり棒などで形状を整えることでモールド内面に合成石英粉層を形成した。この結果、モールド内部にルツボ形状の2層の石英粉成型体を形成したが、底部のほうが壁部よりも厚い分布となった。

40

#### 【0070】

(実施例2)

回転盤420に石英を使用し、板の材質を高純度のもの(Al、Feなどの金属不純物が18ppm以下)を使用し、実施例1と同じ条件で石英粉層を成型し、アーク溶融によって石英ルツボを作成した。作成した石英ルツボの内表面の合成層を分析した結果、いずれの金属元素も定量下限以下であった。

#### 【0071】

(比較例3)

回転盤420に石英を使用し、板の材質を低純度のもの(Al、Feなどが50ppm以上)を使用し、実施例1と同じ条件で石英粉層を成型し、アーク溶融によって石英ルツ

50

ボを作成した。作成した石英ルツボの内表面の合成層を分析した結果、不純物が検出された。

【 0 0 7 2 】

( 実施例 3 )

回転盤 4 2 0 にアルミナセラミックスを用いて実施例 1 と同じ条件で石英粉層を成型し、アーク溶融によって石英ルツボを作成した。これを 3 0 0 回繰り返した後、回転盤 4 2 0 の表面 ( 上面 4 2 0 a ) の凹凸を測定した。最も窪んでいる箇所でもくぼみの深さは 0 . 1 mm 以下で、円盤上に石英粉を落下させた際の石英粉の飛散方向は安定していた。

【 0 0 7 3 】

( 比較例 4 )

回転盤 4 2 0 に塩化ビニル板を用いて実施例 1 と同じ条件で石英粉層を成型し、アーク溶融によって石英ルツボを作成した。これを 3 0 0 回繰り返した後、回転盤 4 2 0 の表面 ( 上面 4 2 0 a ) の凹凸を測定した。最も窪んでいる箇所ではくぼみの深さは 1 mm に達し、円盤上に石英粉を落下させた際の石英粉の飛散方向は新品時と比べて変化しており、モールド内の壁部に貼り付けた原料粉の厚さのばらつきが大きくなった。

【 0 0 7 4 】

( 比較例 5、実施例 4、実施例 5 および比較例 6 )

比較例 5、実施例 4、実施例 5 および比較例 6 では、以下の表 1 に示すように回転盤 4 2 0 の径を変更して原料粉 ( 石英粉 ) の成型を行った。

【 0 0 7 5 】

【表 1】

	円盤径のモールド 内径に対する割合	壁部に付着する原料 粉の割合	コーナー部から底部に落 下する原料粉の割合	原料粉の成型
比較例5	5%	10%	90%	×
実施例4	30%	90%	10%	○
実施例5	70%	70%	30%	○
比較例6	80%	50%	50%	×

【 0 0 7 6 】

比較例 5 では石英粉が回転盤 4 2 0 の上面 4 2 0 a で十分に加速できず、モールドの底部へ殆ど落下してしまった。比較例 6 では石英粉が回転盤 4 2 0 の上面 4 2 0 a で回転方向へ移動してしまう割合が多く、壁部ではなく底部へ落下する割合が多かった。すりきり棒などで表面を均一に成型すると壁部の石英粉が落下し、均一な原料粉厚さで成型することができなかった。

【 0 0 7 7 】

( 比較例 7、実施例 6、実施例 7、実施例 8 および比較例 8 )

比較例 7、実施例 6、実施例 7、実施例 8 および比較例 8 では、以下の表 2 に示すように回転盤 4 2 0 の回転数を変えて原料の成型を行った。

【 0 0 7 8 】

10

20

30

40

【表 2】

	円盤の回転数	壁部に付着する原料粉の割合	コーナー部から底部に落下する原料粉の割合	原料粉の成型
比較例7	70rpm	10%	90%	×
実施例6	150rpm	60%	40%	○
実施例7	2000rpm	90%	10%	○
実施例8	4000rpm	70%	30%	○
比較例8	5500rpm	40%	60%	×

10

## 【0079】

比較例7では石英粉が回転盤420の上面420aで十分に加速できず、モールドの底部へ殆ど落下してしまった。比較例8では石英粉が回転盤420の上面420aで回転方向へ移動してしまう割合が多く、壁部ではなく底部へ落下する割合が多かった。すりきり棒などで表面を均一に成型すると壁部の石英粉が落下し、均一な原料粉厚さで成型することができなかった。

## 【0080】

(比較例9)

モールドを60rpmで回転させている内側にノズルから天然石英粉を吹きつけた。キャリアガスの流速を2.0m/sとして天然石英粉層を形成した。続いて合成石英粉をノズルから吹き付けて合成石英粉層を形成した。キャリアガスの流速を2.0m/sで行ったが、吹き付けた部分の天然石英粉が風圧で崩れてしまい、天然石英粉層の厚みが均一ではなくなった。

20

## 【0081】

&lt;他の供給手段&gt;

次に、他の供給手段40について説明する。

図7～図10(b)は、他の供給手段について説明する模式図である。

図7には、回転盤420の他の例が示される。図7に示す回転盤420は、円盤状の板材である支持部材421と、支持部材421の表面を覆う被覆部材422と、を有する。

30

## 【0082】

支持部材421の材料には、金属、樹脂およびセラミックなどが用いられる。被覆部材422の材料には、フッ素樹脂およびゴムなど、弾性を有する樹脂材料が用いられる。これにより、回転盤420の上面420aにシリカ粉200が接触しても、被覆部材422の弾性によって支持部材421の傷付きや摩耗が抑制される。なお、消耗によって被覆部材422の一部が剥がれたとしても、シリカガラスルツボ11を製造工程におけるアーク熔融の際に消失するため、不純物として残ることはない。ただし、消失しない金属元素などの不純物濃度は一つの元素あたり20ppm以下であることが好ましい。

## 【0083】

図8(a)および(b)には、段差を有する回転盤420の例が示される。図8(a)には回転盤420の側面図が示され、図8(b)には回転盤420の平面図が示される。この回転盤420においては、上面420aの中央部分に段差部420bが設けられる。シリカ粉200を投入する際には、段差部420bよりも外側の上面420aに落下させる。これにより、シリカ粉200は段差部420bよりも外側で拡散することから、回転盤420からシリカ粉200を飛ばす範囲を絞ることができる。

40

## 【0084】

図9(a)および(b)には、複数の給鉱管410が設けられた例が示される。

図9に示す例では、回転盤420の軸42aを中心として互いに反対側に配置される。これにより、一方の給鉱管410から投入されたシリカ粉200は回転盤420の上面420aの一方側に拡散して放出され、他方の給鉱管410から投入されたシリカ粉200

50

は回転盤 4 2 0 の上面 4 2 0 a の他方側に拡散して放出される。

【 0 0 8 5 】

このような供給手段 4 0 を用いることで、短時間により多くのシリカ粉 2 0 0 を投入することができる。また、この供給手段 4 0 では、モールド 2 0 の回転軸上に回転盤 4 2 0 の軸 4 2 a を配置してもよい。これにより、モールド 2 0 の内壁面 2 0 a の周方向に沿った広い範囲へ均一かつ短時間で所望の量のシリカ粉 2 0 0 を飛着させることが可能となる。

【 0 0 8 6 】

なお、図 9 では 2 つの給鉱管 4 1 0 が設けられた例を示したが、3 つ以上の給鉱管 4 1 0 を設けるようにしてもよい。

【 0 0 8 7 】

図 1 0 ( a ) および ( b ) には、他の拡散部 4 2 の例が示される。

図 1 0 ( a ) に示す拡散部 4 2 は、円錐盤 4 2 5 を有する。円錐盤 4 2 5 を用いる場合、シリカ粉 2 0 0 を円錐盤 4 2 5 の上面 4 2 5 a の所定位置に落下させる。これにより、落下したシリカ粉 2 0 0 は円錐盤 4 2 5 の上面 4 2 5 a で方向転換しつつ上面 4 2 5 a に沿って放射状に拡散して放出される。このような円錐盤 4 2 5 を用いる場合、円錐盤 4 2 5 を必ずしも回転させる必要はない。

【 0 0 8 8 】

図 1 0 ( b ) に示す拡散部 4 2 は、曲面盤 4 2 6 を有する。曲面盤 4 2 6 の上面 4 2 6 a の形状は、中心から外縁に向けた所定の曲線を回転させた形状になっている。例えば、中心から外縁に向けた途中まで下がり、途中から上がるような曲線を回転させた形状など、様々な曲線によって曲面盤 4 2 6 の上面 4 2 6 a の形状が構成される。

【 0 0 8 9 】

曲面盤 4 2 6 を用いる場合、シリカ粉 2 0 0 を曲面盤 4 2 6 の上面 4 2 6 a の所定位置に落下させる。これにより、落下したシリカ粉 2 0 0 は曲面盤 4 2 6 の上面 4 2 6 a で方向転換しつつ上面 4 2 6 a に沿って放射状に拡散して放出される。放出の際の軌跡は上面 4 2 6 a の形状によって制御される。このような曲面盤 4 2 6 を用いる場合、曲面盤 4 2 6 を必ずしも回転させる必要はない。

【 0 0 9 0 】

なお、上記説明した回転盤 4 2 0、円錐盤 4 2 5 および曲面盤 4 2 6 において、水平方向に対する傾斜角度を変更できるようにしてもよい。これにより、傾斜角度に応じてシリカ粉 2 0 0 の放出角度や上下方向の拡散角度を調整できるようになる。

【 0 0 9 1 】

以上説明したように、本実施形態によれば、モールド 2 0 内に安定したシリカ粉層 2 1 0 を短時間で形成することが可能となる。これにより、特に、C Z 法により半導体用シリコン単結晶を製造する際に好適なシリカガラスルツボ 1 1 を提供することが可能となる。また、このシリカガラスルツボ 1 1 を用いた C Z 法によって結晶欠陥の抑制されたシリコン単結晶 (インゴット) を製造することが可能となる。

【 0 0 9 2 】

なお、上記に本実施形態を説明したが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。例えば、前述の各実施形態に対して、当業者が適宜、構成要素の追加、削除、設計変更を行ったものや、各実施形態の特徴を適宜組み合わせたものも、本発明の要旨を備えている限り、本発明の範囲に包含される。

【 符号の説明 】

【 0 0 9 3 】

- 1 ... 製造装置
- 1 1 ... シリカガラスルツボ
- 1 1 a ... 側壁部
- 1 1 b ... コーナ部
- 1 1 c ... 底部

10

20

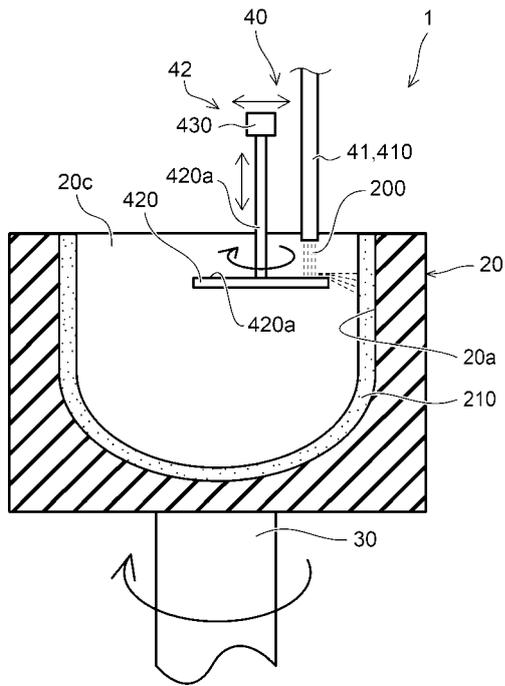
30

40

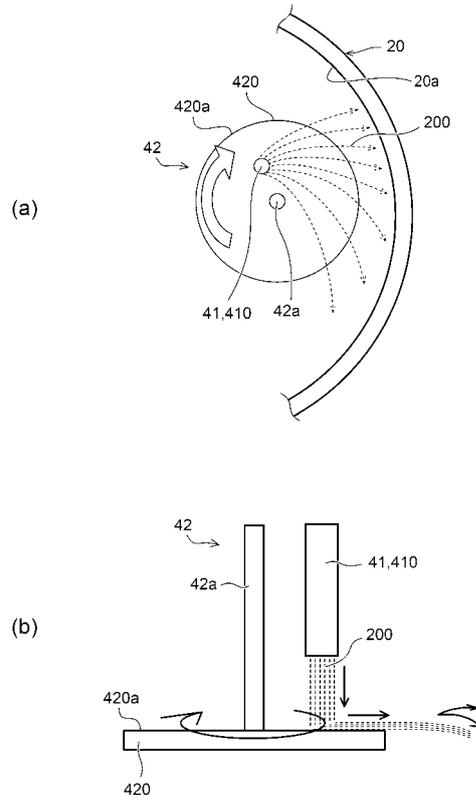
50

1 3 ... 透明層	
1 5 ... 非透明層	
2 0 ... モールド	
2 0 a ... 内壁面	
2 0 c ... キャビティ	
2 1 ... 通気孔	
3 0 ... 回転手段	
4 0 ... 供給手段	
4 1 ... 送出部	
4 2 ... 拡散部	10
4 2 a ... 軸	
5 0 ... アーク電極	
2 0 0 ... シリカ粉	
2 0 1 ... 第 1 シリカ粉	
2 0 2 ... 第 2 シリカ粉	
2 1 0 ... シリカ粉層	
4 1 0 ... 給鉱管	
4 2 0 ... 回転盤	
4 2 0 a ... 上面	
4 2 0 b ... 段差部	20
4 2 1 ... 支持部材	
4 2 2 ... 被覆部材	
4 2 5 ... 円錐盤	
4 2 5 a ... 上面	
4 2 6 ... 曲面盤	
4 2 6 a ... 上面	
4 3 0 ... 駆動機構	
2 1 0 1 ... 第 1 シリカ粉層	
2 1 0 2 ... 第 2 シリカ粉層	
I S ... 内表面	30
O S ... 外表面	

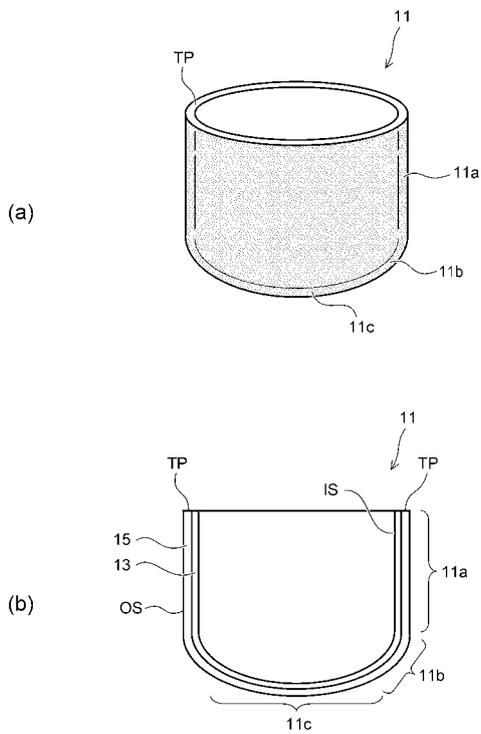
【 図 1 】



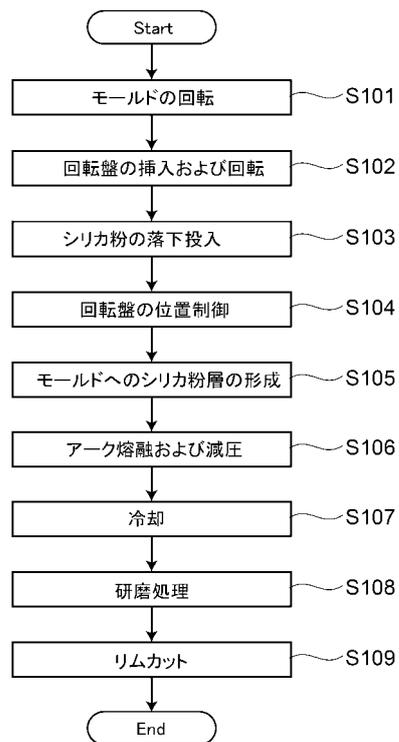
【 図 2 】



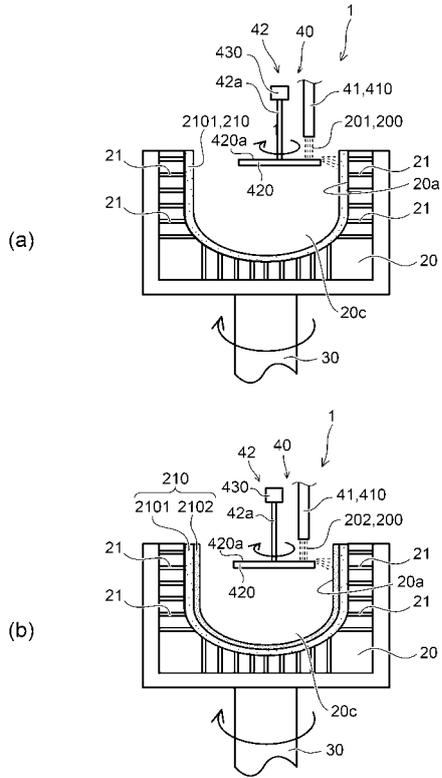
【 図 3 】



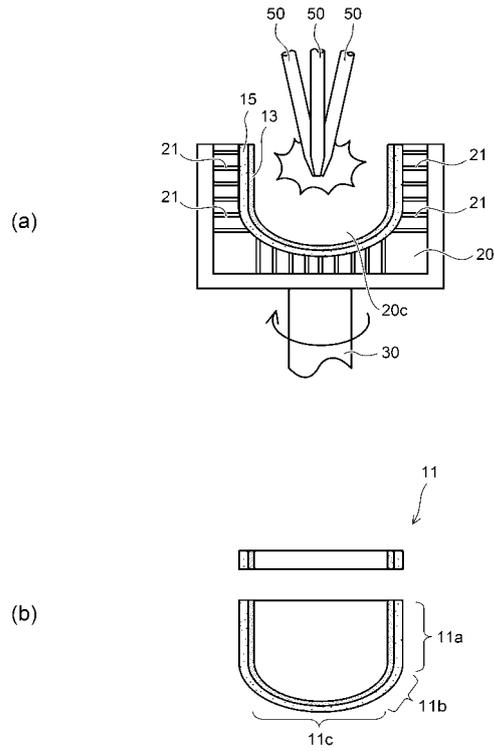
【 図 4 】



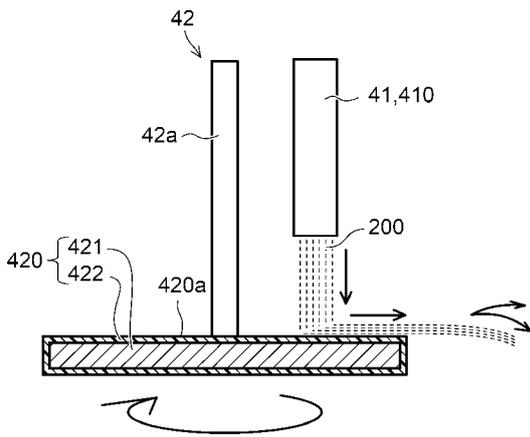
【 図 5 】



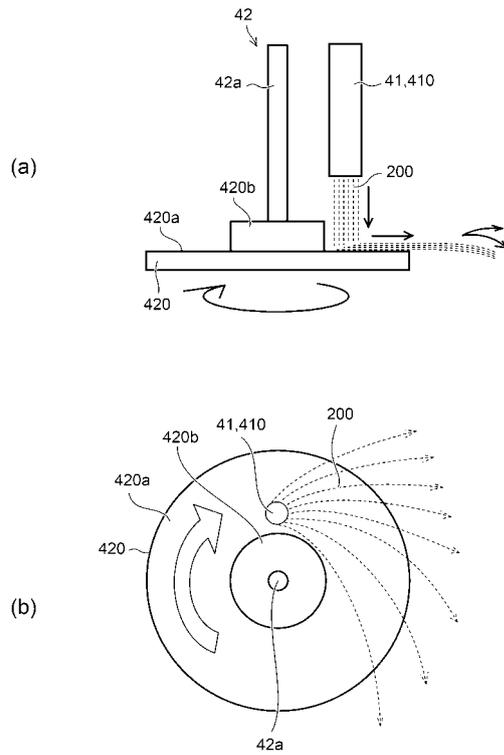
【 図 6 】



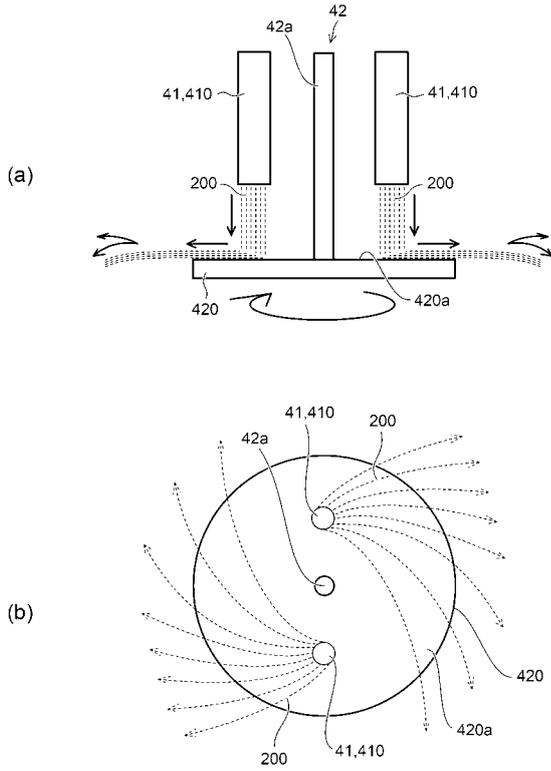
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



【 図 10 】

