



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113423669 B

(45) 授权公告日 2023.05.23

(21) 申请号 202080006277.9

(22) 申请日 2020.01.10

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113423669 A

(43) 申请公布日 2021.09.21

(30) 优先权数据
2019-003058 2019.01.11 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2021.05.18

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2020/000609 2020.01.10

(87) PCT国际申请的公布数据
W02020/145378 JA 2020.07.16

(73) 专利权人 胜高股份有限公司
地址 日本东京都

(72) 发明人 藤田刚司 福井正德

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

专利代理师 李婷 司昆明

(51) Int.Cl.
C03B 20/00 (2006.01)
C30B 15/10 (2006.01)
C30B 29/06 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 108823635 A, 2018.11.16
CN 102753493 A, 2012.10.24
CN 106591942 A, 2017.04.26
US 20120/0141622 A1, 2012.06.07
WO 2017/110763 A1, 2017.06.29
JP 特开2003-95678 A, 2003.04.03
JP 特开2005-60153 A, 2005.03.10
JP 特开2017-149603 A, 2017.08.31
JP 特开2000-219524 A, 2000.08.08

审查员 胡金鹏

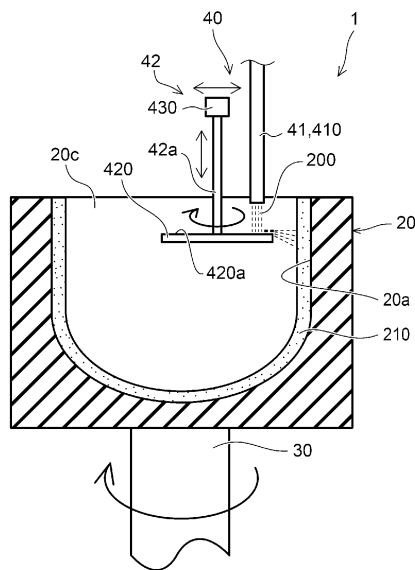
权利要求书1页 说明书11页 附图10页

(54) 发明名称

二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法

(57) 摘要

本发明提供一种能够在短时间内在模具内形成稳定的二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法。本发明的一方式为在旋转的模具内侧形成二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其具备:旋转单元,使模具旋转;及供给单元,向模具的内侧供给二氧化硅粉。在该制造装置中,供给单元具有:送出部,以使二氧化硅粉掉落于模具内侧的远离模具的内壁面的位置的方式送出二氧化硅粉;及扩散部,将从送出部送出的二氧化硅粉的方向转换为从掉落位置向内壁面侧,并且扩展从二氧化硅粉的掉落位置朝向内壁面的扩散角度。



1. 一种二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其在旋转的模具内侧形成二氧化硅粉层,所述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置具备:

旋转单元,使所述模具旋转;及

供给单元,向所述模具的内侧供给二氧化硅粉,

所述供给单元具有:

送出部,以使所述二氧化硅粉掉落于所述模具内侧的远离所述模具的内壁面的位置的方式送出所述二氧化硅粉;及

扩散部,将从所述送出部送出的所述二氧化硅粉的移动方向转换为从掉落位置向所述内壁面侧,并且扩展从所述二氧化硅粉的所述掉落位置朝向所述内壁面的扩散角度。

2. 根据权利要求1所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其中,

所述扩散部具有旋转盘,

所述旋转盘由所述旋转盘的表面接收从所述送出部送出的所述二氧化硅粉。

3. 根据权利要求2所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其中,

所述扩散部具有改变所述旋转盘与所述内壁面的相对位置的驱动机构。

4. 根据权利要求2或3所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其中,

所述旋转盘的表面的硬度为莫氏硬度5以上。

5. 根据权利要求2或3所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其中,

所述旋转盘的直径为所述模具的内径的9%以上且76%以下。

6. 根据权利要求2或3所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其中,

所述旋转盘的表面的材料中的金属杂质的浓度为每一种元素20ppm以下。

7. 一种二氧化硅玻璃坩埚的制造方法,其在旋转的模具内侧形成二氧化硅粉层,所述二氧化硅玻璃坩埚的制造方法具备如下工序:

在使所述模具旋转的状态下,使二氧化硅粉掉落于所述模具内侧的远离所述模具的内壁面的位置;

将掉落的所述二氧化硅粉的移动方向转换为从掉落位置向所述内壁面侧,并且扩展从所述二氧化硅粉的所述掉落位置朝向所述内壁面的扩散角度而使其向所述内壁面侧飞散来形成所述二氧化硅粉层;及

使所述二氧化硅粉层熔融之后进行冷却。

8. 根据权利要求7所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造方法,其中,

在形成所述二氧化硅粉层的工序中,通过由旋转盘的表面接收掉落的所述二氧化硅粉来进行所述二氧化硅粉的方向转换及扩散角度的扩展化。

9. 根据权利要求8所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造方法,其中,

在形成所述二氧化硅粉层的工序中,一边改变所述旋转盘与所述内壁面的相对位置,一边控制所述二氧化硅粉层的厚度。

10. 根据权利要求8或9所述的二氧化硅玻璃坩埚的制造方法,其中,

在形成所述二氧化硅粉层的工序中,所述旋转盘的转速为100rpm以上且5000rpm以下。

二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法。

背景技术

[0002] 单晶硅通过熔融填充于二氧化硅玻璃坩埚中的硅原料(多晶硅),一边使籽晶与熔融的多晶硅接触并使其旋转一边进行提拉来制造(CZ法:切克劳斯基法)。在该CZ法中使用的二氧化硅玻璃坩埚通过旋转模具法来制造。

[0003] 基于旋转模具法的二氧化硅玻璃坩埚的制造方法具备:二氧化硅粉层形成工序,利用离心力使平均粒径 $100\mu\text{m}\sim 400\mu\text{m}$ 左右的二氧化硅粉堆积在旋转的模具内侧而形成二氧化硅粉层;及电弧熔融工序,一边从模具侧对二氧化硅粉层进行减压,一边使二氧化硅粉层电弧熔融,由此形成二氧化硅玻璃层。

[0004] 在二氧化硅粉层形成工序中,在模具的内侧形成天然石英粉层之后,在天然石英粉层上形成合成二氧化硅粉层。在电弧熔融工序中,通过一边进行减压一边使二氧化硅粉熔融来去除气泡,从而形成透明二氧化硅玻璃层(以下,也称为“透明层”)。接着,通过减弱减压来形成残留有气泡的含有气泡的二氧化硅玻璃层(以下,也称为“非透明层”)。由此,形成在内表面侧具有透明层、在外表面侧具有非透明层、进而在内表面侧具有合成层(使合成二氧化硅粉熔融而形成的层)、在外表面侧具有天然层(使天然石英粉熔融而形成的层)的多层结构的二氧化硅玻璃坩埚。

[0005] 在专利文献1中公开有一种在制造这种二氧化硅玻璃坩埚时的二氧化硅粉层的形成中,能够进行石英玻璃坩埚的特定区域中的选择性的多层化、薄层化,并且抑制了残存于层边界附近的气泡的石英玻璃坩埚的制造方法。该制造方法包括:通过非加热且非熔融环境下向旋转的坩埚成型用模具(mold)内喷吹石英玻璃原料粉而形成石英玻璃成型体的工序;及加热熔融石英玻璃成型体,然后进行冷却而形成石英玻璃坩埚的工序。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开2017-149603号公报。

发明内容

[0009] 发明所要解决的技术问题

[0010] 在基于旋转模具法的二氧化硅粉层形成工序中,向旋转的模具中投入二氧化硅粉,利用离心力将二氧化硅粉层堆积在模具内壁面时,很难以所期望的位置及厚度形成二氧化硅粉层。即,需要考虑基于模具的大小(型腔内径)及转速的离心力、二氧化硅粉的粒径、投入位置、投入量、投入环境等各种条件,因此控制以稳定地形成所期望的二氧化硅粉层并不容易。因此,在二氧化硅粉层的形成中,有许多部分依赖于投入二氧化硅粉的工作人员的经验。

[0011] 并且,当朝向模具内壁面喷吹二氧化硅粉而形成二氧化硅粉层时,因由喷吹产生

的压力(例如,气体的风压)而产生使先前形成的二氧化硅粉层的原料粉坍塌的问题。尤其,欲在短时间内形成二氧化硅粉层而增加了喷吹的二氧化硅粉的量的情况下,这种原料粉的坍塌变得明显。

[0012] 通过这种旋转模具法制造的二氧化硅玻璃坩埚的品质与使用二氧化硅玻璃坩埚进行了单晶硅的提拉(例如,CZ法)时的单晶硅(硅锭)的品质紧密相关。例如,若在二氧化硅玻璃坩埚中混入有金属杂质,则在单晶硅的提拉时金属杂质混入到硅熔液而牵涉到硅锭的有位错化。因此,基于旋转模具法的二氧化硅粉层的形成是还牵涉到单晶硅的品质的工序。

[0013] 本发明的目的在于提供一种能够在短时间内在模具内形成稳定的二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法。

[0014] 用于解决技术问题的方案

[0015] 本发明的一方式为在旋转的模具的内侧形成二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置,其具备:旋转单元,使模具旋转;及供给单元,向模具的内侧供给二氧化硅粉。在该制造装置中,供给单元具有:送出部,以使二氧化硅粉掉落于模具内侧的远离模具的内壁面的位置的方式送出二氧化硅粉;及扩散部,将从送出部送出的二氧化硅粉的移动方向转换为从掉落位置向内壁面侧,并且扩展从二氧化硅粉的掉落位置朝向内壁面的扩散角度。

[0016] 根据这种结构,在模具的内壁面形成二氧化硅粉层时,掉落于模具内侧的二氧化硅粉经由扩散部,从而其移动方向转换为从掉落位置向内壁面侧,并且从掉落位置朝向内壁面的扩散角度扩展。因此,能够在短时间内使二氧化硅粉飞落于模具的内壁面的宽范围内。

[0017] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置中,扩散部可以具有旋转盘,旋转盘可以设置成由旋转盘的表面接收从送出部送出的二氧化硅粉。由此,掉落于旋转盘的表面(上表面)的二氧化硅粉一边在旋转板的表面上滚动一边利用离心力加速而从旋转盘吹飞到模具的内壁面。

[0018] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置中,扩散部优选具有改变旋转盘与内壁面的相对位置的驱动机构。由此,能够调整二氧化硅粉的吹飞位置或模具的内壁面的高度方向上的位置。

[0019] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置中,旋转盘的表面的硬度优选为莫氏硬度5以上。在此,莫氏硬度根据用莫氏硬度计的标准矿物是否能刮伤或划伤表面来确定。由此,即使二氧化硅粉与旋转盘的表面接触,也能够抑制旋转盘的表面的划伤。

[0020] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置中,旋转盘的直径优选为模具的内径的9%以上且76%以下。若旋转盘的直径小于模具的内径的9%,则无法由旋转盘接收足够量的二氧化硅粉。另一方面,若旋转盘的直径超过模具的内径的76%,则难以进行从模具的内侧取出旋转盘或将旋转盘放入模具的内侧时的操作。另外,在旋转盘上二氧化硅粉的扩散角度变得过宽而产生附着于模具的二氧化硅粉的量的偏差。

[0021] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造装置中,优选旋转盘的表面的材料中的金属杂质的浓度为每一种元素20ppm以下。由此,能够抑制二氧化硅粉与旋转盘接触时从旋转盘产生并混入到二氧化硅粉层的金属杂质。

[0022] 本发明的一方式为在旋转的模具内侧形成二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造方法,其具备如下工序:在使模具旋转的状态下,使二氧化硅粉掉落于模具内侧;将掉落的二氧化硅粉的移动方向转换为从掉落位置向内壁面侧,并且扩展从二氧化硅粉的掉落位置朝向内壁面的扩散角度而使其向内壁面侧飞散来形成二氧化硅粉层;及使二氧化硅粉层熔融之后进行冷却。

[0023] 根据这种结构,在模具的内壁面形成二氧化硅粉层时,掉落于模具内侧的二氧化硅粉的移动方向转换为从掉落位置朝向内壁面侧的方向,并且从掉落位置朝向内壁面的扩散角度扩展。因此,能够在短时间内使二氧化硅粉飞落于模具的内壁面的宽范围内。

[0024] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造方法中,在形成二氧化硅粉层的工序中,可以通过由旋转盘的表面接收掉落的二氧化硅粉来进行二氧化硅粉的方向转换及扩散角度的扩展化。由此,掉落于旋转盘的表面的二氧化硅粉一边在旋转板的表面上滚动一边利用离心力加速而从旋转盘吹飞到模具的内壁面。

[0025] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造方法中,在形成二氧化硅粉层的工序中,优选一边改变旋转盘与内壁面的相对位置,一边控制二氧化硅粉层的厚度。由此,能够调整二氧化硅粉的吹飞位置或模具的内壁面的高度方向上的位置。

[0026] 在上述二氧化硅玻璃坩埚的制造方法中的形成二氧化硅粉层的工序中,旋转盘的转速优选为100rpm以上且5000rpm以下。若旋转盘的转速快于5000rpm,则二氧化硅粉过度分散,若慢于100rpm,则二氧化硅粉不能以足够的速度沿水平方向飞出,从而难以附着于模具的内壁面。

[0027] 发明效果

[0028] 根据本发明,能够提供一种能够在短时间内在模具内形成稳定的二氧化硅粉层的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置及制造方法。

附图说明

[0029] 图1是例示出本实施方式所涉及的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置的示意剖视图。

[0030] 图2的(a)及(b)是例示出扩散部的示意图。

[0031] 图3的(a)及(b)是例示出二氧化硅玻璃坩埚的示意图。

[0032] 图4是概略地表示二氧化硅玻璃坩埚的制造工序的流程图。

[0033] 图5的(a)及(b)是用于说明二氧化硅玻璃坩埚的制造方法的示意图。

[0034] 图6的(a)及(b)是用于说明二氧化硅玻璃坩埚的制造方法的示意图。

[0035] 图7是对其他供给单元进行说明的示意图。

[0036] 图8的(a)及(b)是对其他供给单元进行说明的示意图。

[0037] 图9的(a)及(b)是对其他供给单元进行说明的示意图。

[0038] 图10的(a)及(b)是对其他供给单元进行说明的示意图。

具体实施方式

[0039] 以下,根据附图对本发明的实施方式进行说明。另外,在以下的说明中,对于相同的部件标注相同的附图标记,对于说明过一次的部件则适当省略其说明。

[0040] 图1是例示出本实施方式所涉及的二氧化硅玻璃坩埚的制造装置的示意剖视图。

[0041] 图2的(a)及(b)是例示出扩散部的示意图。

[0042] 在图2的(a)中示出扩散部42的俯视图,在图2的(b)中示出扩散部42的侧视图。

[0043] 图3的(a)及(b)是例示出二氧化硅玻璃坩埚的示意图。

[0044] 在图3的(a)中示出二氧化硅玻璃坩埚11的立体图,在图3的(b)中示出二氧化硅玻璃坩埚11的剖视图。

[0045] <二氧化硅玻璃坩埚>

[0046] 首先,对利用本实施方式所涉及的制造装置1制造的二氧化硅玻璃坩埚11进行说明。

[0047] 如图3所示,二氧化硅玻璃坩埚11具有:曲率相对大的拐角部11b、具有在上表面开口的边缘部的圆筒状的侧壁部11a及由直线或曲率相对小的曲线构成的钵状的底部11c。

[0048] 在本实施方式中,拐角部11b为连接侧壁部11a与底部11c的部分,是指从拐角部11b的曲线的切线与二氧化硅玻璃坩埚11的侧壁部11a重叠的点到与底部11c具有共同切线的点为止的部分。换言之,在二氧化硅玻璃坩埚11的侧壁部11a开始弯曲的点为侧壁部11a与拐角部11b的边界。另外,二氧化硅玻璃坩埚11的底部的曲率实质上恒定的部分为底部11c,距二氧化硅玻璃坩埚11的底部的中心的距离增加时曲率开始变化的点为底部11c与拐角部11b的边界。

[0049] 在二氧化硅玻璃坩埚11的壁厚方向(也称为厚度方向。)上,在坩埚内表面(以下,也称为“内表面IS”。)侧设置透明层13,在坩埚外表面(以下,也称为“外表面OS”。)侧设置非透明层15。

[0050] 透明层13是指实质上不包含气泡的层。在此,“实质上不包含气泡”是指单晶硅的单晶化率不会因气泡而下降的程度的气泡含有率及气泡尺寸。例如,透明层13的气泡含有率为0.1%以下,气泡的平均直径为100 μ m以下。

[0051] 透明层13优选在内表面IS侧包括合成二氧化硅玻璃。合成二氧化硅玻璃是指例如使通过硅醇盐的水解而合成的原料熔融来制造的二氧化硅玻璃。与天然石英相比,合成二氧化硅通常具有金属杂质的浓度低,OH基的浓度高的特性。例如,合成二氧化硅中所包含的各金属杂质的含量小于0.05ppm,OH基的含量为30ppm以上。但是,还已知添加有Al等金属杂质的合成二氧化硅,因此关于是否为合成二氧化硅,不应该根据一个要件来进行判断,而应根据多个要件综合性地进行判断。如此,与天然石英玻璃相比,合成二氧化硅玻璃的杂质少,因此能够防止从坩埚溶出于硅熔液中的杂质增加,从而能够提高单晶硅化率。

[0052] 在非透明层15的内部包含多个气泡。非透明层15是因该气泡而看似白浊的状态的层。非透明层15优选由天然石英玻璃构成。天然石英玻璃是指使天然水晶、硅石等天然原料熔融而制造的二氧化硅玻璃。与合成二氧化硅相比,天然石英通常具有金属杂质的浓度更高,OH基的浓度低的特性。例如,天然石英中所包含的Al的含量为1ppm以上,碱金属(Na、K及Li)的含量分别为0.1ppm以上,OH基的含量小于60ppm。

[0053] 另外,关于是否为天然石英,不应根据一个要件来进行判断,而应根据多个要件综合性地进行判断。与合成二氧化硅相比,天然石英在高温下的粘性更高,因此能够提高整个坩埚的耐热强度。并且,与合成二氧化硅相比,天然原料的价格更低,因此在成本方面也有利。

[0054] <二氧化硅玻璃坩埚的制造装置>

[0055] 接着,对本实施方式所涉及的二氧化硅玻璃坩埚11的制造装置1进行说明。

[0056] 如图1所示,制造装置1为在利用旋转模具法制造上述二氧化硅玻璃坩埚11时用于在模具20的内壁面20a形成二氧化硅粉层210的装置。作为模具20的材料,例如可以举出碳等。制造装置1具备使模具20旋转的旋转单元30及向模具20的内侧即型腔20c内供给二氧化硅粉200的供给单元40。

[0057] 模具20的型腔20c具有与要制造的二氧化硅玻璃坩埚11的外形相匹配的凹型的形状。旋转单元30配置于模具20的下方,使模具20以模具20的型腔20c的底部的中央为中心进行旋转。

[0058] 供给单元40具有送出部41和扩散部42。送出部41以使二氧化硅粉200掉落于模具20的内侧(型腔20c)的从内壁面20a分离的位置的方式送出。在本实施方式中,送出部41具有使二氧化硅粉200掉落的例如给矿单元。作为给矿单元,可以举出使二氧化硅粉200掉落的管、桶、铲子等。在本实施方式中,示出通过作为给矿单元的给矿管410使二氧化硅粉200掉落的例子。

[0059] 扩散部42具有如下功能:将从送出部41送出的二氧化硅粉200的移动方向转换为从掉落位置向内壁面20a侧,并且扩展从二氧化硅粉200的掉落位置朝向内壁面20a的扩散角度。

[0060] 扩散部42具有旋转盘420。旋转盘420例如为圆盘状的板材料,在中心设置有轴42a。轴42a设置成能够通过驱动机构430进行旋转。即,旋转盘420设置成能够通过驱动机构430的旋转驱动而水平旋转。另外,旋转盘420未必一定限定于圆盘状,也可以为四边形或多边形。

[0061] 并且,驱动机构430具有使旋转盘420沿上下方向(型腔20c的深度方向)移动的机构。驱动机构430例如能够通过使轴42a沿上下方向进退来改变旋转盘420的高度。另外,驱动机构430也可以具有使旋转盘420沿左右方向(型腔20c的开口径向)移动的机构。通过驱动机构430,能够改变旋转盘420与内壁面20a的相对位置。

[0062] 给矿管410的送出口配置于旋转盘420的上方。由此,从给矿管410的送出口投入的二氧化硅粉200掉落于旋转盘420的上表面420a。然后,掉落于旋转盘420的上表面420a的二氧化硅粉200受到由旋转盘420的旋转产生的离心力而向外扩散。

[0063] 即,二氧化硅粉200的移动方向从掉落方向(从给矿管410的送出口朝向掉落位置的方向)转换为朝向沿旋转盘420的上表面420a的外侧(从掉落位置朝向模具20的内壁面20a的方向)。另外,二氧化硅粉200在旋转盘420的上表面420a向外周侧一边加速一边前进,并呈放射状扩散。即,二氧化硅粉200的扩散角度被扩展,并朝向内壁面20a飞出。

[0064] 作为旋转盘420的材料,可以举出石英或陶瓷(SiC、氧化铝、氧化锆等)。从给矿管410掉落的二氧化硅粉200碰撞旋转盘420的上表面420a,并一边接触一边滚动,因此期望是磨损小的材料。例如,旋转盘420的表面(上表面420a)的莫氏硬度优选为5以上。由此,即使二氧化硅粉200与旋转盘420的上表面420a接触,也能够抑制旋转盘420的表面的磨损或划伤,从而能够提高耐久性。并且,通过磨损的减少而旋转盘420的变形得到抑制,能够使二氧化硅粉200的飞散方向或附着于模具20的二氧化硅粉200的厚度变稳定。并且,能够抑制因二氧化硅粉200的接触而从旋转盘420的表面产生粉尘。

[0065] 当使用石英作为旋转盘420的材料时,优选碱金属、铝、铁或钙中最高的元素为

1000ppm以下,更优选金属杂质的浓度为每一种元素20ppm以下。由此,能够抑制二氧化硅粉200与旋转盘420接触时从旋转盘420产生并混入到二氧化硅粉层的金属等杂质。

[0066] 在此,若金属杂质混入到二氧化硅粉层210中,则成为所制造的二氧化硅玻璃坩埚11中也残留有该金属杂质的状态。若使用混入有金属杂质的二氧化硅玻璃坩埚11,利用CZ法制造单晶硅,则成为产生晶体缺陷的原因。如上所述,若旋转盘420的金属杂质的浓度为每一种元素20ppm以下,则即使金属杂质混入到二氧化硅玻璃坩埚11中,也不会成为在利用CZ法制造的单晶硅中产生重大的晶体缺陷的量。由此,能够抑制使用该二氧化硅玻璃坩埚11制造的单晶硅的晶体缺陷的产生而制造高品质的单晶硅。

[0067] 在本实施方式所涉及的制造装置1中,在将二氧化硅粉200投入到模具20时,根据将旋转盘420配置于模具20的型腔20c内的关系,旋转盘420的直径优选为模具20的内径的9%以上且76%以下。

[0068] 若旋转盘420的直径小于模具20的内径的9%,则无法由旋转盘420接收足够量的二氧化硅粉200,从而朝向模具20的内壁面20a吹飞的二氧化硅粉200的量变少。因此,投入所期望的量的二氧化硅粉200需要较多的时间。另一方面,若旋转盘420的直径超过模具20的内径的76%,则难以进行从模具20的内侧取出旋转盘420或将旋转盘420放入模具20的内侧时的操作。另外,在旋转盘420上二氧化硅粉200的扩散角度变得过宽而容易产生附着于模具20的二氧化硅粉200的量的偏差。

[0069] <二氧化硅粉的扩散动作>

[0070] 如图2的(a)所示,若二氧化硅粉200掉落于旋转盘420的上表面420a的规定位置,则二氧化硅粉200因与上表面420a的摩擦而产生的惯性朝向旋转盘420的外周扩散。然后,二氧化硅粉200从旋转盘420的外周飞出而飞落于模具20的内壁面20a。即,二氧化硅粉200掉落于旋转盘420的上表面420a,通过与上表面420a接触而受到由旋转盘420的旋转产生的离心力,从而将移动方向改变为从上表面420a的掉落位置朝向模具20的内壁面20a侧。

[0071] 另外,根据二氧化硅粉200掉落于上表面420a的位置与旋转盘420的旋转中心之间的距离,滚动(前进)至旋转盘420的外周时的轨迹发生变化。由此,连续供给的二氧化硅粉200的扩散范围越朝向旋转盘420的外周越扩展,以规定的扩散角度朝向模具20的内壁面20a飞出。

[0072] 即,如图2的(b)所示,通过掉落(例如,自然掉落)而供给的二氧化硅粉200碰撞旋转盘420而被施加水平方向分量的力。连续供给的二氧化硅粉200一边加速一边扩散,并朝向模具20的内壁面20a飞出而飞落于内壁面20a。在本实施方式中,不需要用于朝向内壁面20a喷吹二氧化硅粉200的气体,能够通过掉落和基于旋转盘420的方向转换及扩散角度的扩展化来在单位时间内使大量的二氧化硅粉200广泛地且以高均匀性飞落。

[0073] 在使二氧化硅粉200附着时,模具20进行旋转,因此从旋转盘420朝向内壁面20a飞出的二氧化硅粉200因由模具20的旋转产生的离心力而成为被压向内壁面20a侧的状态。通过继续供给二氧化硅粉200,二氧化硅粉200逐渐堆积于内壁面20a而成为二氧化硅粉层210。

[0074] 旋转盘420的旋转方向与模具20的旋转方向可以相同,也可以相反,但优选相同。若旋转盘420的旋转方向与模具20的旋转方向相同,则旋转盘420与模具20的相对速度差变小,容易抑制从旋转盘420飞出而飞落于内壁面20a时的二氧化硅粉200在旋转方向上的偏

离。若二氧化硅粉200在旋转方向上的偏离得到抑制,则能够效率良好地进行在与内壁面20a正交的方向上的堆积。

[0075] 在此,在利用旋转盘420使二氧化硅粉200飞落于模具20的内壁面20a时,旋转盘420的转速优选为100rpm以上且5000rpm以下。若旋转盘420的转速快于5000rpm,则二氧化硅粉200过度分散,飞向内壁面20a的二氧化硅粉200的量减少。另一方面,若旋转盘420的转速慢于100rpm,则二氧化硅粉200不能以足够的速度沿水平方向飞出而难以附着于内壁面20a。旋转盘420的更优选的转速为100rpm以上且4500rpm以下。

[0076] <二氧化硅玻璃坩埚的制造方法>

[0077] 接着,对本实施方式所涉及的二氧化硅玻璃坩埚11的制造方法进行说明。

[0078] 图4是概略地表示二氧化硅玻璃坩埚的制造工序的流程图。

[0079] 并且,图5的(a)~图6的(b)是用于说明二氧化硅玻璃坩埚的制造方法的示意图。

[0080] 二氧化硅玻璃坩埚11通过旋转模具法来制造。旋转模具法为如下方法:在旋转的模具20的内侧(内壁面20a)形成二氧化硅粉层210,通过对二氧化硅粉层210进行电弧熔融及冷却来制造二氧化硅玻璃坩埚11。

[0081] 首先,如步骤S101所示,进行模具20的旋转。模具20以投入到型腔20c内的二氧化硅粉200通过离心力而保持于内壁面20a的速度进行旋转。

[0082] 接着,如步骤S102所示,进行旋转盘420的插入及旋转。旋转盘420通过驱动机构430被插入到型腔20c内,并以规定的高度及距内壁面20a规定的间隔配置。并且,驱动机构430使配置于型腔20c内的旋转盘420以规定的转速进行旋转。

[0083] 接着,如步骤S103所示,进行二氧化硅粉200的掉落投入。如图5的(a)所示,在二氧化硅粉200的掉落投入中,在使旋转盘420旋转的状态下,使二氧化硅粉200从给矿管410掉落于旋转盘420的上表面420a。由此,掉落于旋转盘420的上表面420a的二氧化硅粉200因旋转盘420上的摩擦和惯性力而一边向外周侧扩散,一边朝向模具20的内壁面20a飞出。

[0084] 接着,如步骤S104所示,控制旋转盘420的位置。即,一边通过驱动机构430控制旋转盘420的高度或与内壁面20a之间的距离,一边继续进行二氧化硅粉200的掉落投入。由此,如步骤S105所示,进行对模具20的二氧化硅粉层210的形成。此时,一边调整旋转盘420与内壁面20a的相对位置,一边进行二氧化硅粉200的投入。由此,能够一边调整二氧化硅粉200的吹飞距离或模具20的内壁面20a的高度方向上的位置,一边控制二氧化硅粉层210的规定位置处的厚度。

[0085] 在二氧化硅粉层210的形成中,利用刮棒刮取过量附着的二氧化硅粉200而成型为规定的厚度。并且,可以在二氧化硅粉200的堆积方向上使用不同材料的二氧化硅粉200。例如,为了对应二氧化硅玻璃坩埚11的外侧的天然层及内侧的合成层,首先,如图5的(a)所示,投入第1二氧化硅粉201作为二氧化硅粉200来形成第1二氧化硅粉层2101。第1二氧化硅粉层2101成为二氧化硅玻璃坩埚11的天然层,因此例如使用天然石英粉作为第1二氧化硅粉201。

[0086] 接着,如图5的(b)所示,投入第2二氧化硅粉202作为二氧化硅粉200来形成第2二氧化硅粉层2102。第2二氧化硅粉层2102成为二氧化硅玻璃坩埚11的合成层,因此例如使用合成二氧化硅粉作为第2二氧化硅粉202。由此,形成在第1二氧化硅粉层2101上层叠有第2二氧化硅粉层2102的多层结构的二氧化硅粉层210。

[0087] 接着,进行步骤S106所示的电弧熔融及减压。如图6的(a)所示,在模具20的型腔20c内设置电弧电极50,一边使模具20旋转一边从模具20的内侧进行电弧放电而将整个二氧化硅粉层210加热至1720℃以上而使其熔融。此时,加热的同时从模具20侧进行减压,通过设置于模具20的通气孔21向外层侧抽吸二氧化硅内部的气体来对加热中的二氧化硅粉层内的空隙进行脱气,从而去除坩埚内表面的气泡。由此,形成实质上不包含气泡的透明层13。透明层13的厚度能够根据减压时间或压力来调整。

[0088] 在模具20中设置有未图示的冷却单元。由此,避免成为二氧化硅玻璃坩埚11的外表面的部分的二氧化硅被玻璃化。冷却单元的冷却温度为不会使二氧化硅玻璃化而作为烧结体及粉体残留的温度。

[0089] 然后,一边继续进行加热,一边减弱或停止用于脱气的减压而使气泡残留,从而形成内部包含多个微小气泡的非透明层15。

[0090] 接着,在步骤S107所示的冷却中,停止向电弧电极50供给电力而冷却熔融的二氧化硅玻璃,从而构成二氧化硅玻璃坩埚11的形状。

[0091] 接着,作为步骤S108所示的抛光处理,对二氧化硅玻璃坩埚11的外表面0S实施喷砂处理而加工成规定的表面粗糙度。然后,在步骤S109所示的边沿切割(rim cut)中,如图6的(b)所示,切断从模具20中取出的二氧化硅玻璃坩埚11的侧壁部11a的上端侧的一部分而调整二氧化硅玻璃坩埚11的高度。

[0092] 在这种二氧化硅玻璃坩埚11的制造方法中,在模具20的内壁面20a形成二氧化硅粉层210的工序(步骤S102~步骤S105、图5的(a)~(b))中,掉落于模具20的内侧(型腔20c内)的二氧化硅粉200的方向转换为从掉落位置朝向内壁面20a侧的方向,并且能够扩展从掉落位置朝向内壁面20a的扩散角度。因此,能够在短时间内使二氧化硅粉200效率良好地飞落于模具20的内壁面20a的宽范围内。

[0093] <实施例及比较例>

[0094] 接着,对适用了本实施方式所涉及的制造装置1及制造方法的实施例和比较例进行说明。

[0095] (实施例1)

[0096] 将石英圆盘(旋转盘420)插入到模具(模具20)以60rpm旋转的内侧(型腔20c内),使天然石英粉以30kg/分钟的速度掉落于旋转的石英圆盘上,使石英粉飞向水平方向而贴附于模具的壁部内表面。此时,使圆盘上下移动而使天然石英粉均匀地贴附于壁部。然后,通过用刮棒等修整形状而在模具内表面形成了均匀的天然石英粉层。随后,使合成石英粉掉落于旋转且上下移动的圆盘上,使石英粉吹向水平方向而贴附于模具的壁部内表面之后,用刮棒等修整形状,从而形成了均匀的合成石英粉层。其结果,在模具内部形成了坩埚形状的均匀的两层的石英粉成型体。

[0097] (比较例1)

[0098] 在不使用旋转盘420的情况下,使天然石英粉以30kg/分钟的速度流入到模具以60rpm旋转的内侧的壁部。一部分天然石英粉附着于模具的壁部,但大部分掉落于模具的底部,无法形成石英粉成型体。

[0099] (比较例2)

[0100] 在不使用旋转盘420的情况下,使天然石英粉以1kg/分钟的速度流入到模具以

60rpm旋转的内侧的壁部。石英粉附着于壁部之后,用刮棒等修整形状,从而在模具内表面形成了天然石英粉层。此时,从模具的壁部向底部流落的石英粉较多,底部的层厚变得厚于壁部的层厚。随后,使合成石英粉以相同的速度流入到壁部。石英粉附着于壁部之后,然后用刮棒等修整形状,从而在模具内表面形成了合成石英粉层。其结果,在模具内部形成了坍塌形状的两层的石英粉成型体,但分布为底部厚于壁部。

[0101] (实施例2)

[0102] 旋转盘420使用石英,板的材质使用高纯度的材质(Al、Fe等金属杂质为18ppm以下),在与实施例1相同的条件下成型出石英粉层,并通过电弧熔融制作出石英坍塌。对所制作的石英坍塌的内表面的合成层进行了分析,其结果,任何一种金属元素均为定量下限以下。

[0103] (比较例3)

[0104] 旋转盘420使用石英,板的材质使用低纯度的材质(Al、Fe等为50ppm以上),在与实施例1相同的条件下成型出石英粉层,并通过电弧熔融制作出石英坍塌。对所制作的石英坍塌的内表面的合成层进行了分析,其结果,检测到杂质。

[0105] (实施例3)

[0106] 旋转盘420使用氧化铝陶瓷,在与实施例1相同的条件下成型出石英粉层,并通过电弧熔融制作出石英坍塌。将该操作反复进行300次之后,测定了旋转盘420的表面(上表面420a)的凹凸。即使在最凹陷的部位,凹陷的深度也在0.1mm以下,使石英粉掉落于圆盘上时的石英粉的飞散方向稳定。

[0107] (比较例4)

[0108] 旋转盘420使用氯乙烯板,在与实施例1相同的条件下成型出石英粉层,并通过电弧熔融制作出石英坍塌。将该操作反复进行300次之后,测定了旋转盘420的表面(上表面420a)的凹凸。在最凹陷的部位,凹陷的深度达到1mm,使石英粉掉落于圆盘上时的石英粉的飞散方向与新品时相比发生了变化,贴附于模具内的壁部的原料粉的厚度的偏差变大。

[0109] (比较例5、实施例4、实施例5及比较例6)

[0110] 在比较例5、实施例4、实施例5及比较例6中,如以下表1所示那样改变旋转盘420的直径而进行了原料粉(石英粉)的成型。

[0111] [表1]

[0112]	圆盘直径相对于模具内径的比例	附着于壁部的原料粉的比例	从拐角部向底部掉落的原料粉的比例	原料粉的成型
比较例5	5%	10%	90%	×
实施例4	30%	90%	10%	○
实施例5	70%	70%	30%	○
比较例6	80%	50%	50%	×

[0113] 在比较例5中,石英粉在旋转盘420的上表面420a上无法充分加速,从而大部分掉落于模具的底部。在比较例6中,石英粉在旋转盘420的上表面420a上沿旋转方向移动的比例高,从而掉落于底部而不附着于壁部的比例高。若用刮棒等将表面均匀地成型,则壁部的石英粉掉落,无法以均匀的原料粉厚度成型。

[0114] (比较例7、实施例6、实施例7、实施例8及比较例8)

[0115] 在比较例7、实施例6、实施例7、实施例8及比较例8中,如以下表2所示那样改变旋转盘420的转速而进行了原料的成型。

[0116] [表2]

[0117]	圆盘的转速	附着于壁部的原料粉的比例	从拐角部向底部掉落的原料粉的比例	原料粉的成型
比较例7	70rpm	10%	90%	×
实施例6	150rpm	60%	40%	○
实施例7	2000rpm	90%	10%	○
实施例8	4000rpm	70%	30%	○
比较例8	5500rpm	40%	60%	×

[0118] 在比较例7中,石英粉在旋转盘420的上表面420a上无法充分加速,从而大部分掉落于模具的底部。在比较例8中,石英粉在旋转盘420的上表面420a上沿旋转方向移动的比例高,从而掉落于底部而不附着于壁部的比例高。若用刮棒等将表面均匀地成型,则壁部的石英粉掉落,无法以均匀的原料粉厚度成型。

[0119] (比较例9)

[0120] 将天然石英粉从喷嘴喷吹到模具以60rpm旋转的内侧。将载气的流速设为2.0m/s而形成了天然石英粉层。随后,从喷嘴喷吹合成石英粉而形成了合成石英粉层。将载气的流速设为2.0m/s而进行了喷吹,但喷吹部分的天然石英粉因风压而坍塌,天然石英粉层的厚度变得不均匀。

[0121] <其他供给单元>

[0122] 接着,对其他供给单元40进行说明。

[0123] 图7~图10的(b)是对其他供给单元进行说明的示意图。

[0124] 在图7中示出旋转盘420的其他例子。图7所示的旋转盘420具有作为圆盘状的板材料的支撑部件421和覆盖支撑部件421的表面的包覆部件422。

[0125] 支撑部件421的材料使用金属、树脂及陶瓷等。包覆部件422的材料使用氟树脂及橡胶等具有弹性的树脂材料。由此,即使二氧化硅粉200与旋转盘420的上表面420a接触,也可通过包覆部件422的弹性来抑制支撑部件421的划伤或磨损。另外,即使包覆部件422的一部分因消耗而被剥离,也会在二氧化硅玻璃坩埚11的制造工序中的电弧熔融时消失,因此不会作为杂质残留。但是,优选未消失的金属元素等的杂质浓度为每一种元素20ppm以下。

[0126] 在图8的(a)及(b)中示出具有台阶差的旋转盘420的例子。在图8的(a)中示出旋转盘420的侧视图,在图8的(b)中示出旋转盘420的俯视图。在该旋转盘420中,在上表面420a的中央部分设置有台阶差部420b。在投入二氧化硅粉200时,使其掉落于比台阶差部420b更靠外侧的上表面420a。由此,二氧化硅粉200在比台阶差部420b更靠外侧的位置扩散,因此能够缩小从旋转盘420吹飞二氧化硅粉200的范围。

[0127] 在图9的(a)及(b)中示出设置有多给矿管410的例子。

[0128] 在图9所示的例子中,以旋转盘420的轴42a为中心配置于彼此相反的一侧。由此,从其中一个给矿管410投入的二氧化硅粉200扩散并释放到旋转盘420的上表面420a的一侧,从另一个给矿管410投入的二氧化硅粉200扩散并释放到旋转盘420的上表面420a的另一侧。

[0129] 通过使用这种供给单元40,能够在短时间内投入更多的二氧化硅粉200。并且,在该供给单元40中,可以在模具20的旋转轴上配置旋转盘420的轴42a。由此,能够使所期望的量的二氧化硅粉200均匀地且在短时间内飞落于模具20的内壁面20a的沿周向的宽范围。

[0130] 另外,在图9中示出了设置有两个给矿管410的例子,但也可以设置3个以上的给矿

管410。

[0131] 在图10的(a)及(b)中示出其他扩散部42的例子。

[0132] 图10的(a)所示的扩散部42具有圆锥盘425。当使用圆锥盘425时,使二氧化硅粉200掉落于圆锥盘425的上表面425a的规定位置。由此,掉落的二氧化硅粉200一边在圆锥盘425的上表面425a转换方向,一边沿着上表面425a以放射状扩散并释放。当使用这种圆锥盘425时,无需一定要旋转圆锥盘425。

[0133] 图10的(b)所示的扩散部42具有曲面盘426。曲面盘426的上表面426a的形状呈使从中心朝向外缘的规定的曲线旋转的形状。例如,使从中心朝向外缘的中途为止下降且从中途上升的曲线旋转的形状等,由各种曲线构成曲面盘426的上表面426a的形状。

[0134] 当使用曲面盘426时,使二氧化硅粉200掉落于曲面盘426的上表面426a的规定位置。由此,掉落的二氧化硅粉200一边在曲面盘426的上表面426a转换方向,一边沿着上表面426a以放射状扩散并释放。释放时的轨迹根据上表面426a的形状来控制。当使用这种曲面盘426时,无需一定要旋转曲面盘426。

[0135] 另外,在上述说明的旋转盘420、圆锥盘425及曲面盘426中,也可以使其能够变更相对于水平方向的倾斜角度。由此,能够根据倾斜角度来调整二氧化硅粉200的释放角度或上下方向的扩散角度。

[0136] 如以上说明,根据本实施方式,能够在短时间内在模具20内形成稳定的二氧化硅粉层210。由此,能够提供尤其在通过CZ法制造半导体用单晶硅时适合的二氧化硅玻璃坩埚11。并且,通过使用了该二氧化硅玻璃坩埚11的CZ法,能够制造晶体缺陷得到抑制的单晶硅(锭)。

[0137] 另外,上述中对本实施方式进行了说明,但本发明并不限于这些例子。例如,对于前述的各实施方式,本领域技术人员适当进行了构成要件的追加、删除、设计变更的实施方式、适当组合了各实施方式的特征的实施方式,只要不脱离本发明的主旨,则也包含于本发明的范围内。

[0138] 附图标记说明

[0139] 1-制造装置,11-二氧化硅玻璃坩埚,11a-侧壁部,11b-拐角部,11c-底部,13-透明层,15-非透明层,20-模具,20a-内壁面,20c-型腔,21-通气孔,30-旋转单元,40-供给单元,41-送出部,42-扩散部,42a-轴,50-电弧电极,200-二氧化硅粉,201-第1二氧化硅粉,202-第2二氧化硅粉,210-二氧化硅粉层,410-给矿管,420-旋转盘,420a-上表面,420b-台阶差部,421-支撑部件,422-包覆部件,425-圆锥盘,425a-上表面,426-曲面盘,426a-上表面,430-驱动机构,2101-第1二氧化硅粉层,2102-第2二氧化硅粉层,IS-内表面,OS-外表面。

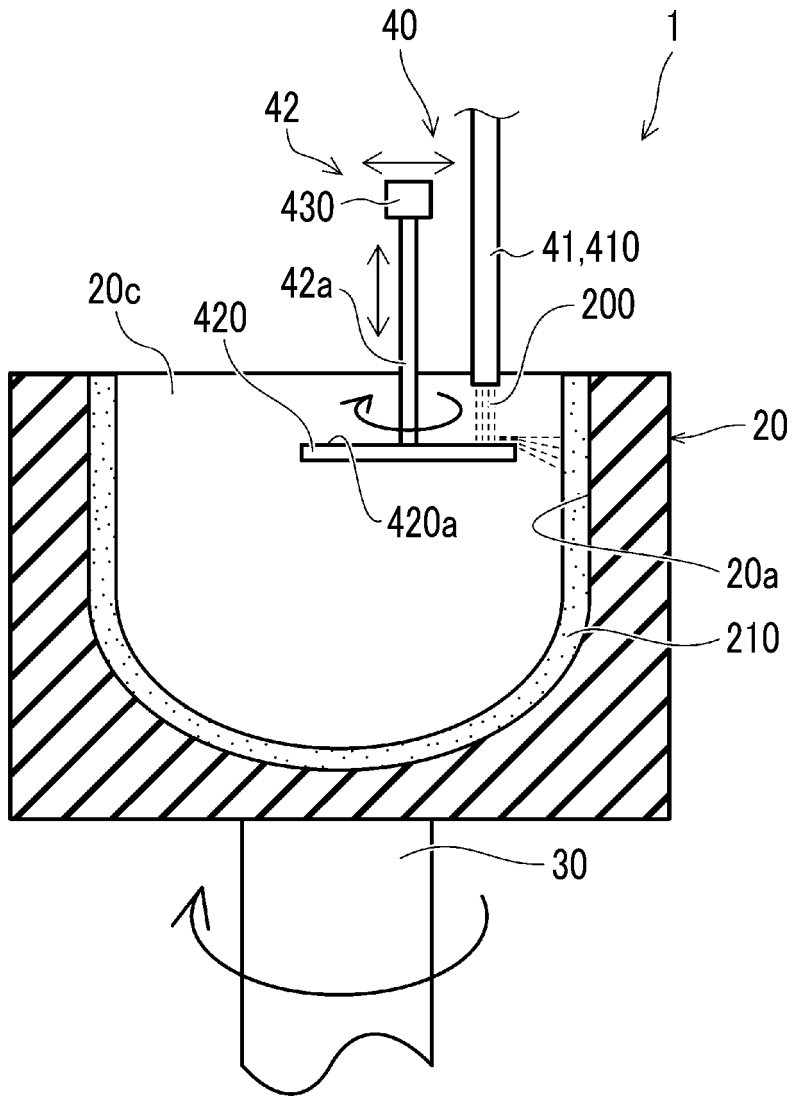


图 1

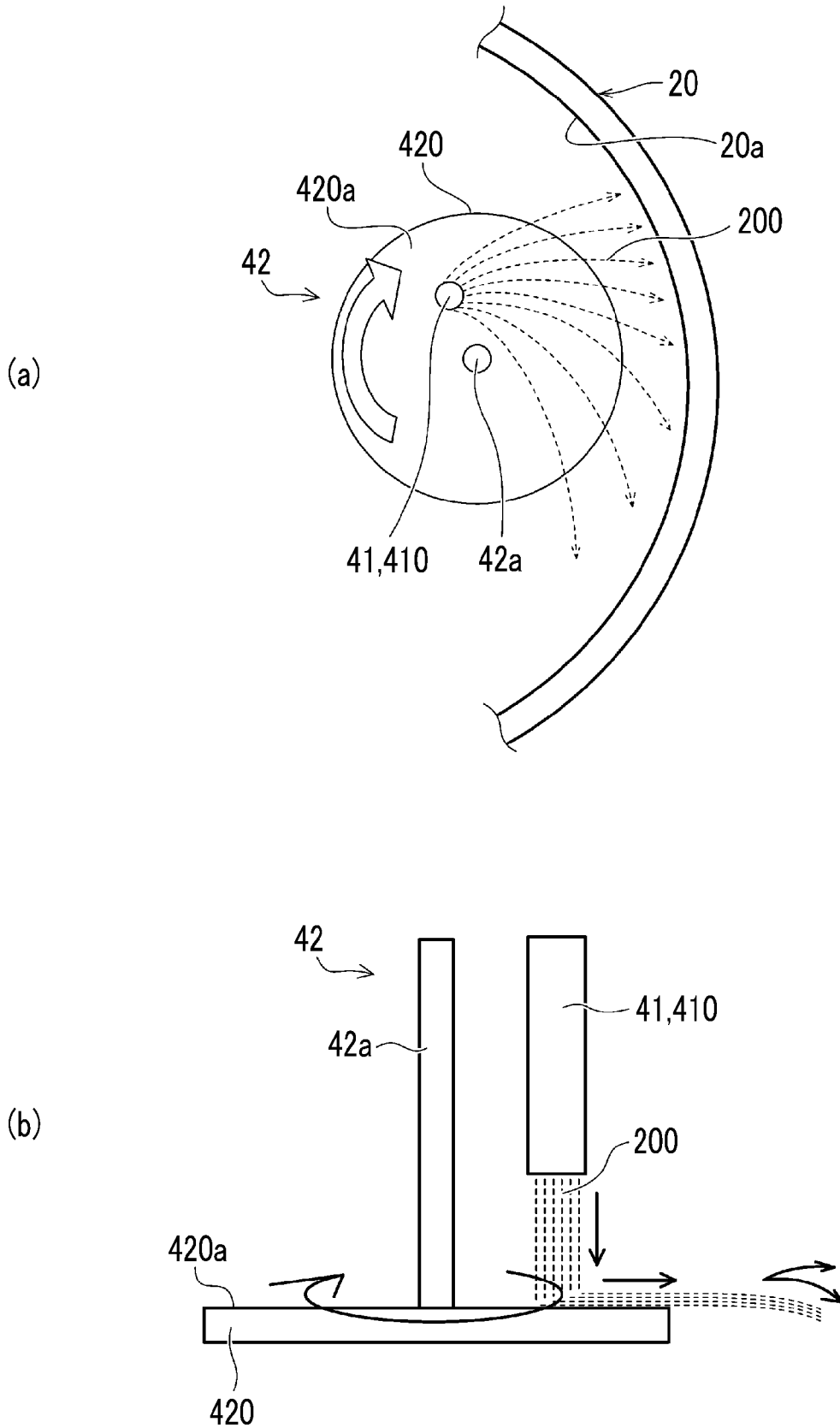


图 2

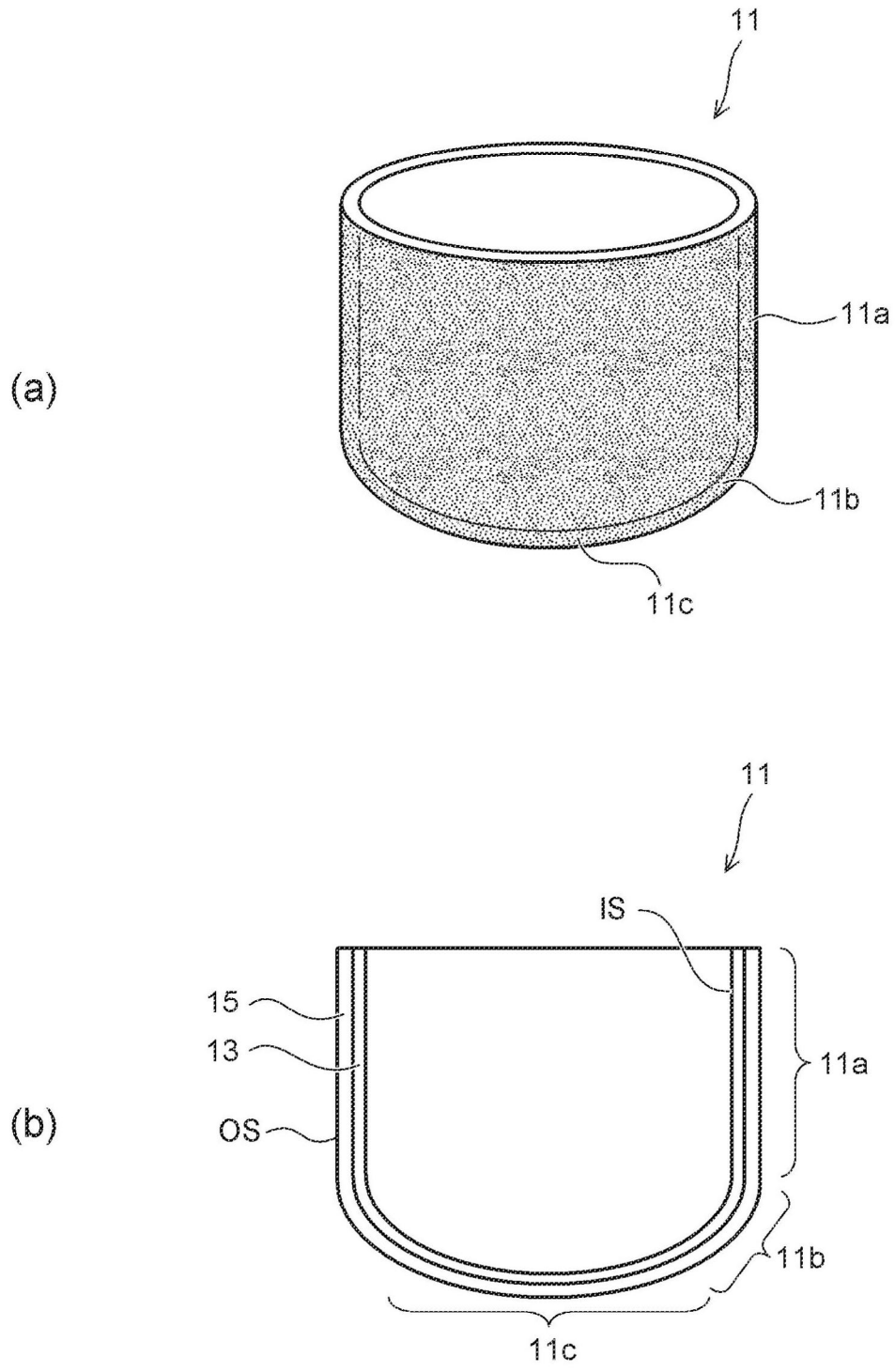


图3

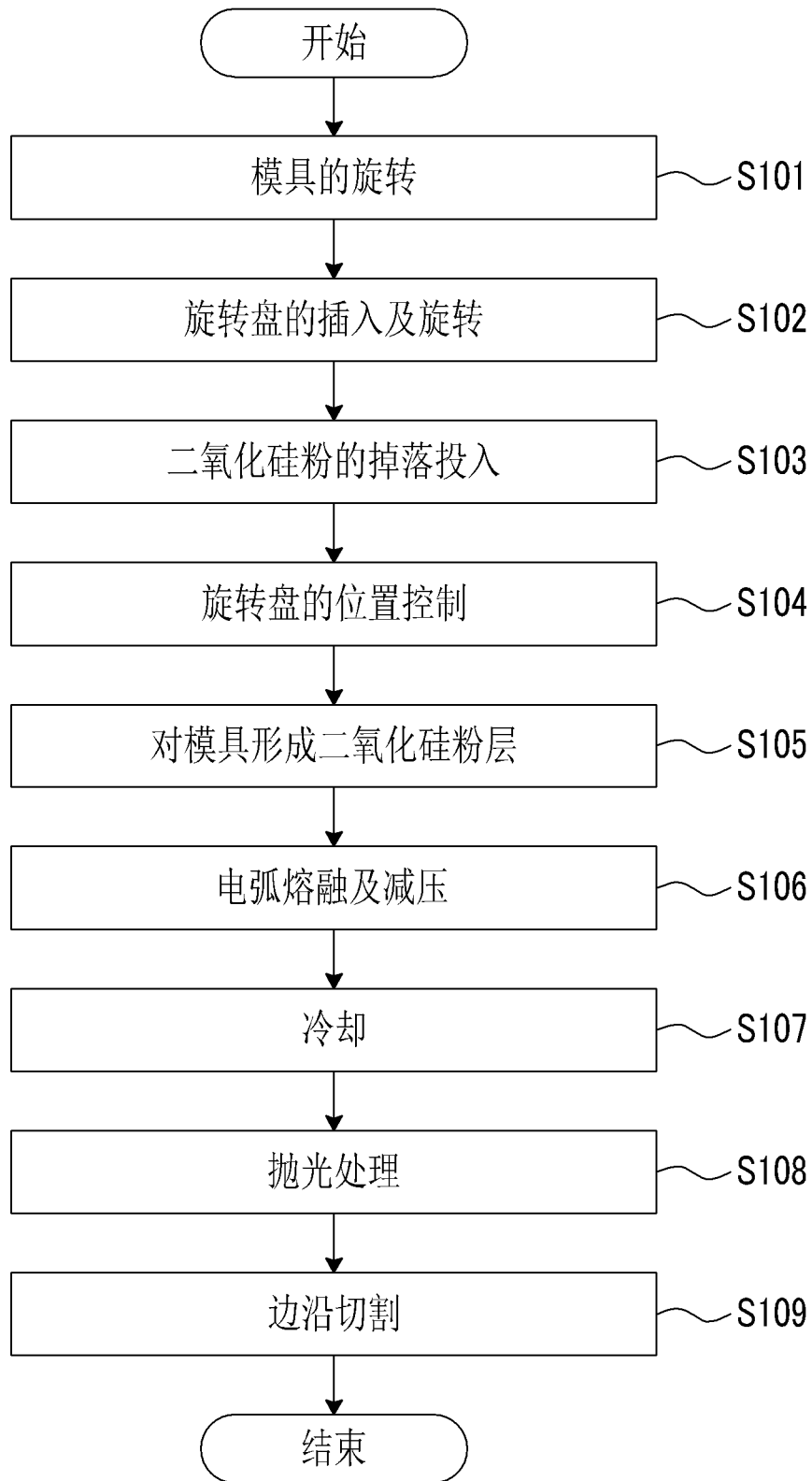


图 4

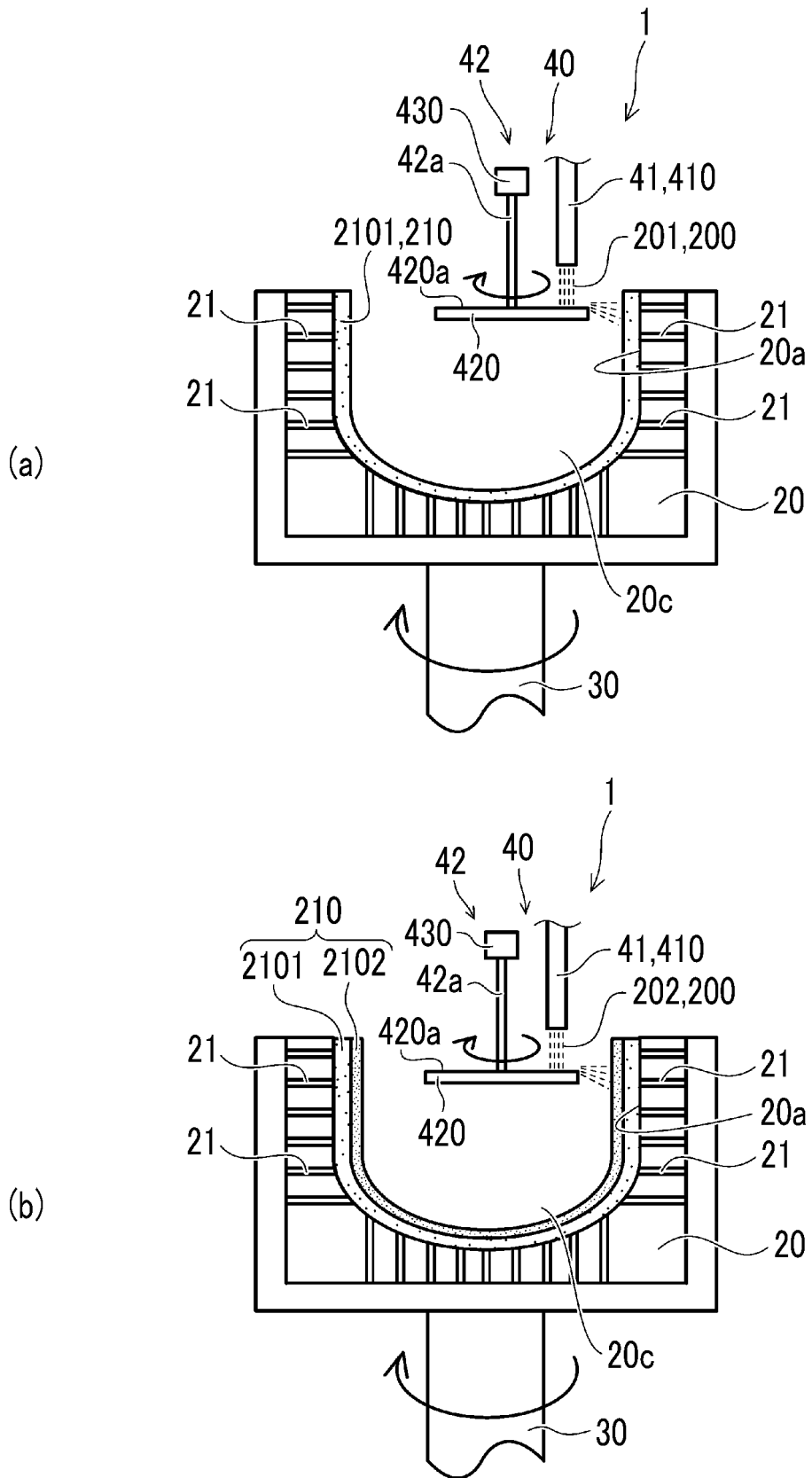


图 5

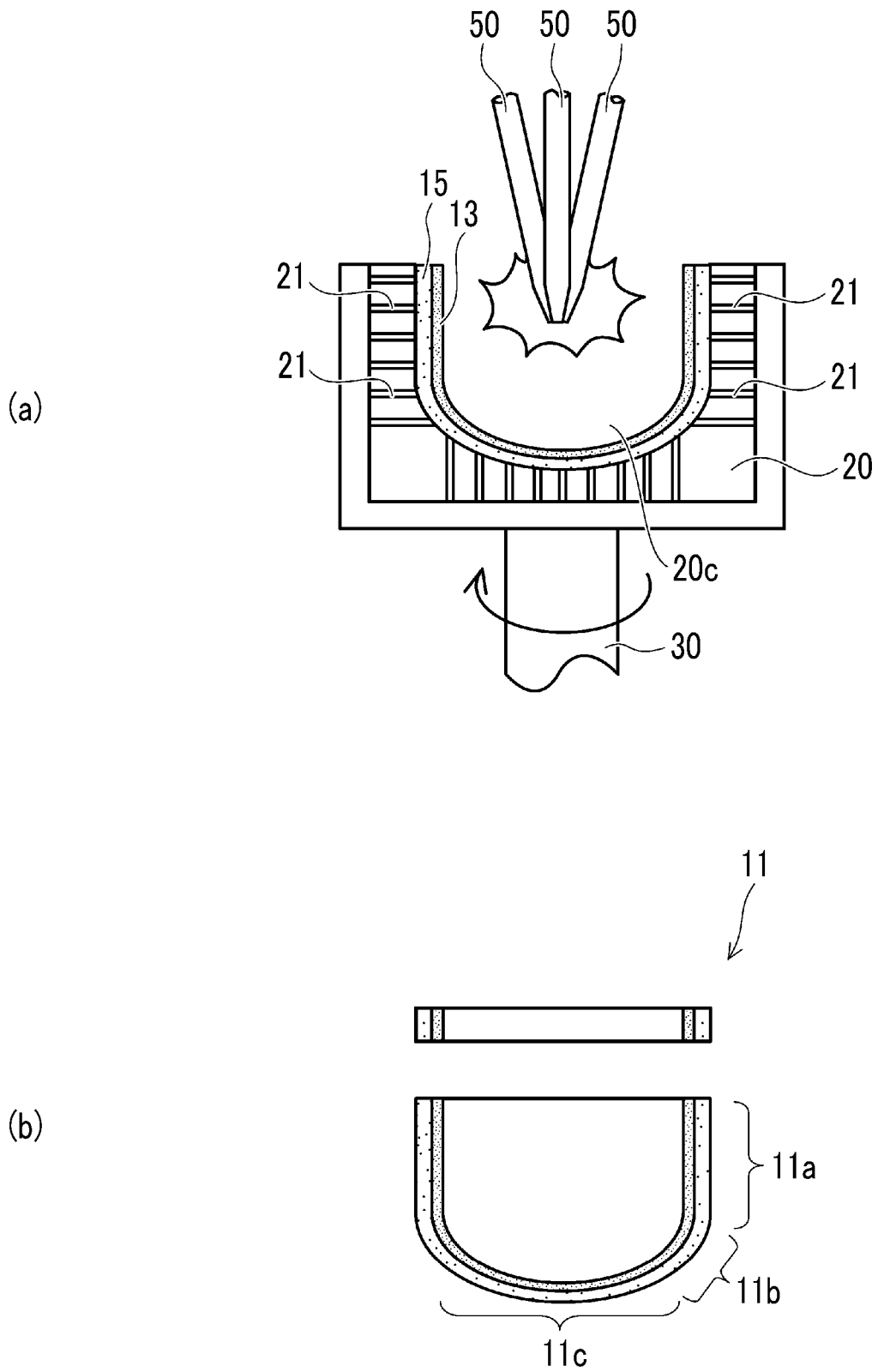


图 6

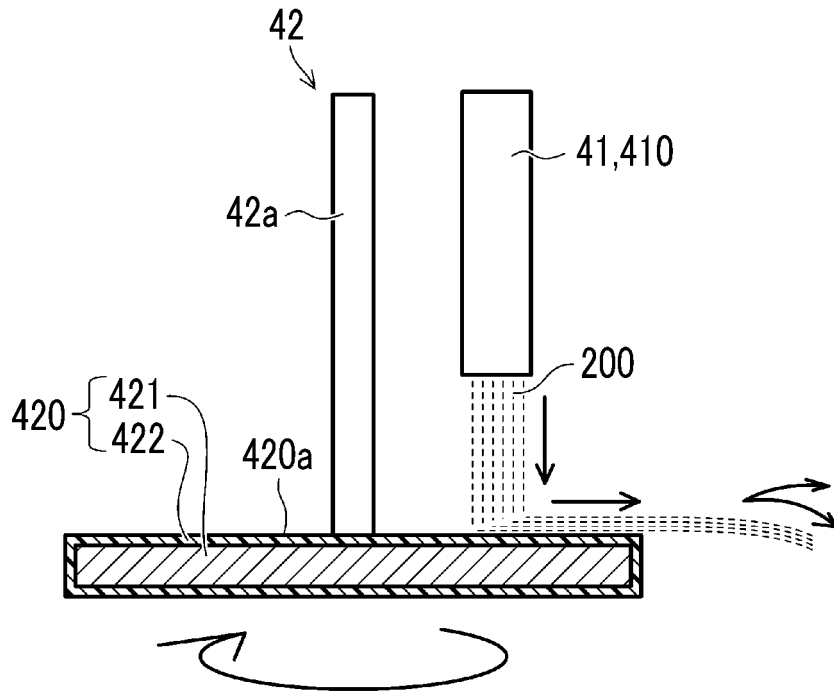


图 7

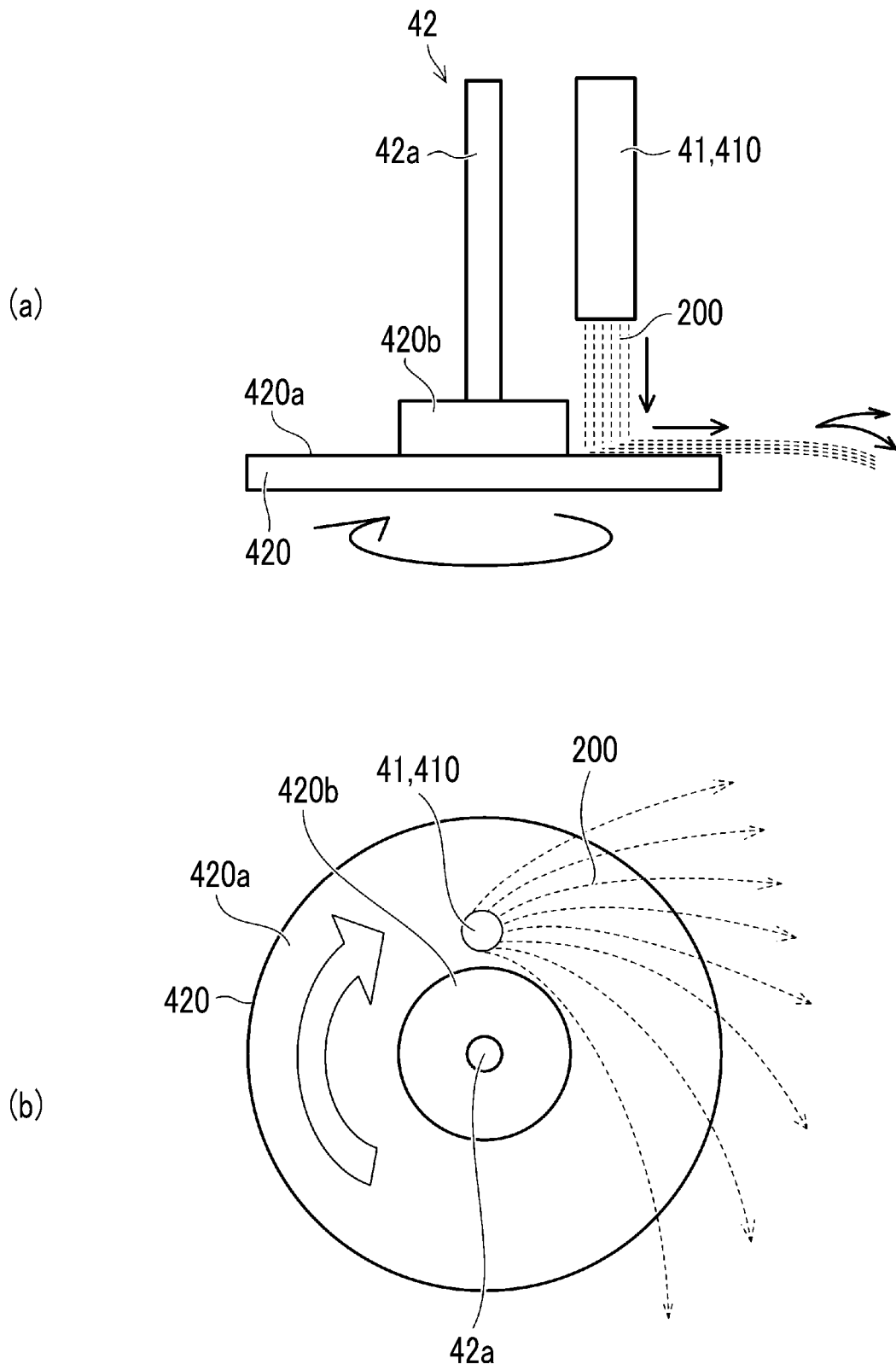


图 8

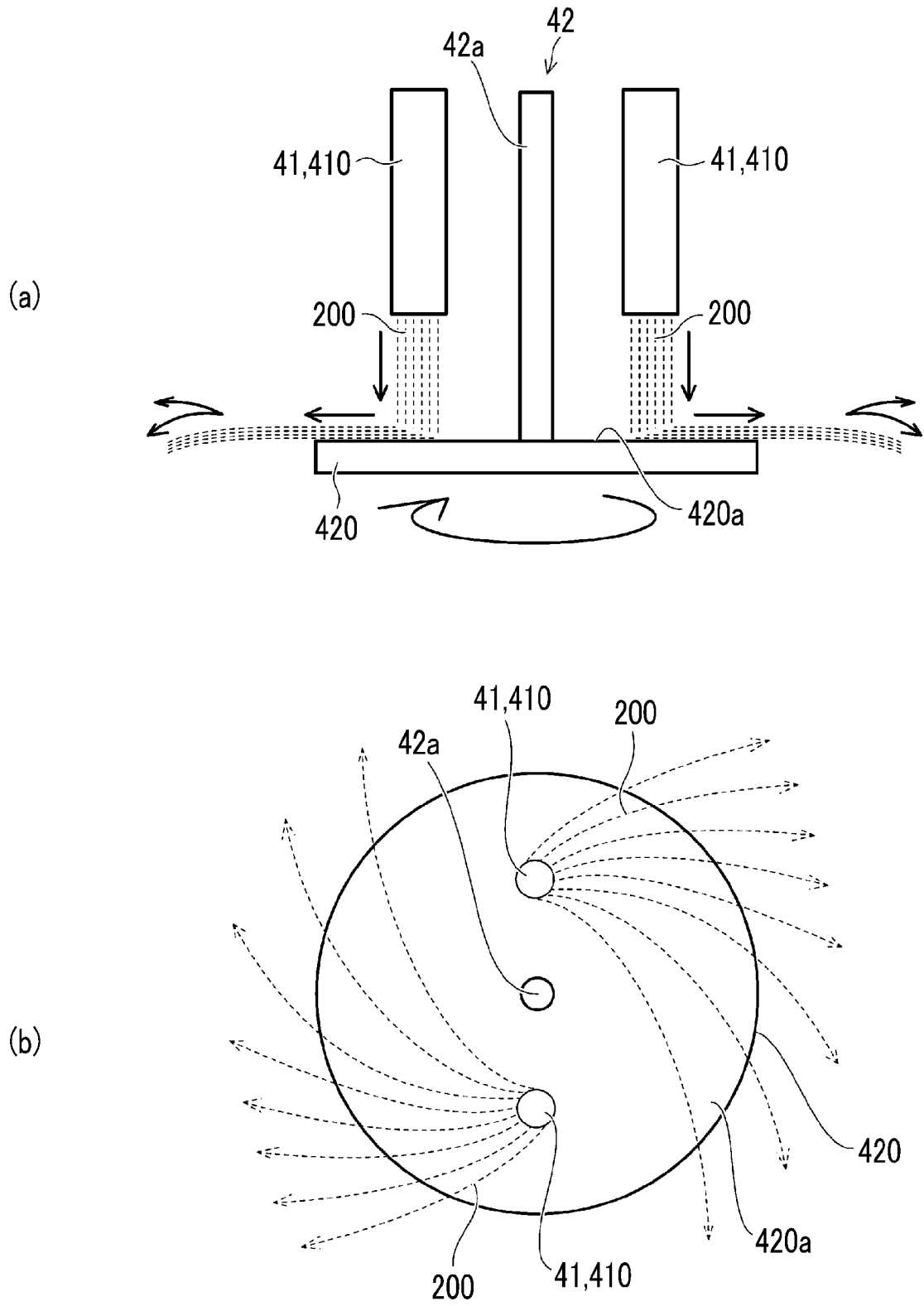


图 9

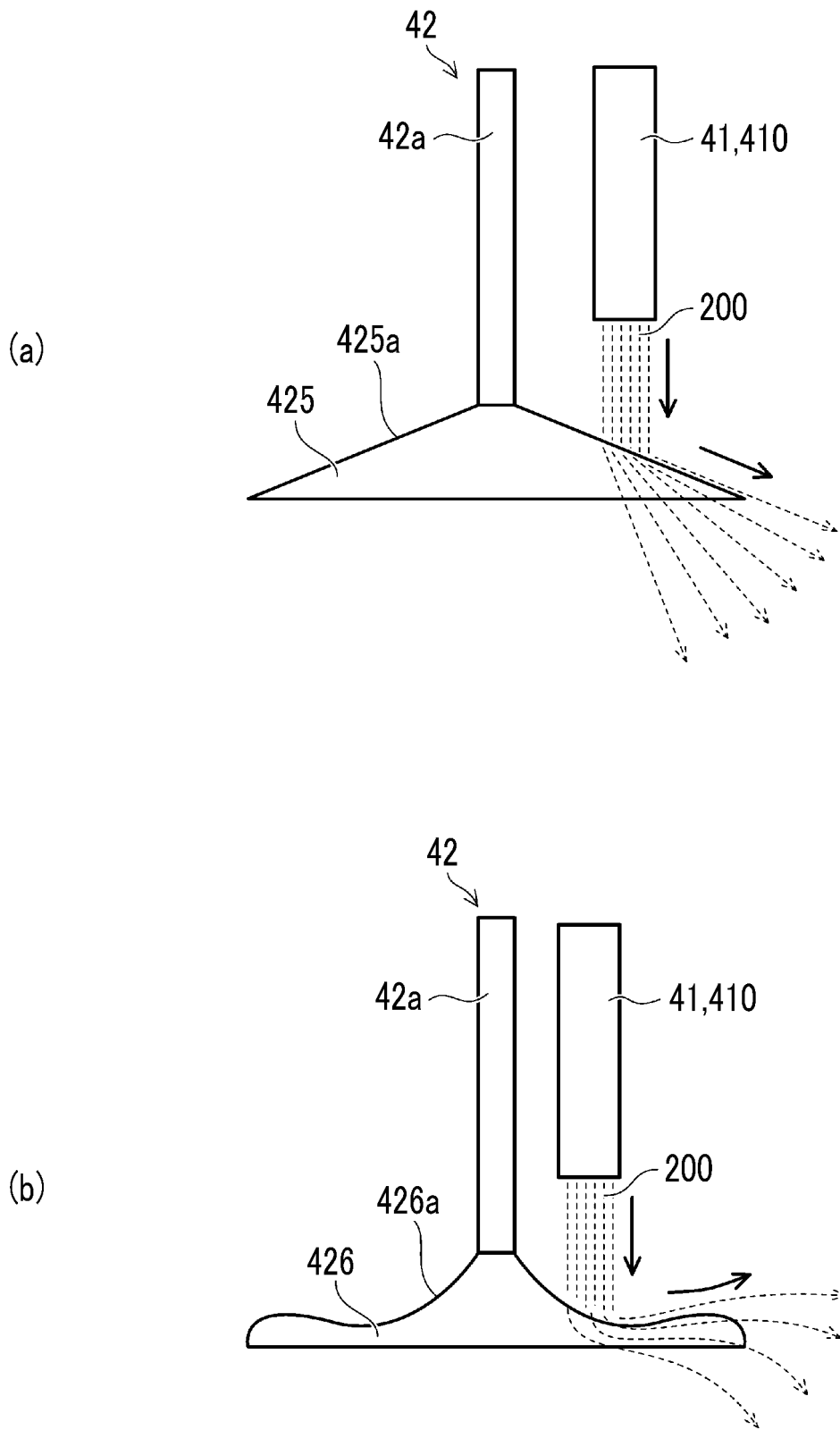


图 10