

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4592037号  
(P4592037)

(45) 発行日 平成22年12月1日(2010.12.1)

(24) 登録日 平成22年9月24日(2010.9.24)

(51) Int. Cl. F I  
**C O 3 B 20/00 (2006.01)** C O 3 B 20/00 H  
**C 3 O B 15/10 (2006.01)** C 3 O B 15/10

請求項の数 8 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2000-163644 (P2000-163644)	(73) 特許権者	000190138 信越石英株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目2番2号
(22) 出願日	平成12年5月31日(2000.5.31)	(74) 代理人	100080230 弁理士 石原 詔二
(65) 公開番号	特開2001-348240 (P2001-348240A)	(74) 代理人	100147935 弁理士 石原 進介
(43) 公開日	平成13年12月18日(2001.12.18)	(72) 発明者	大浜 康生 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
審査請求日	平成19年5月2日(2007.5.2)	(72) 発明者	水野 繁夫 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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石英ガラスルツボの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

回転するモールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力により成型しルツボ形状の成型体とした後、該成型体を加熱溶融して半透明石英ガラス製ルツボ基体を形成する基体形成工程と、及び該ルツボ基体の形成中もしくは形成後に、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に新たに二酸化珪素粉を供給し、該ルツボ基体内面側に透明石英ガラス製内層を形成する内層形成工程、からなる石英ガラスルツボの製造方法において、該内層形成工程の少なくとも一部の期間に、水蒸気を該ルツボ基体内に導入するとともに、前記内層形成工程において形成された前記透明石英ガラス製内層の内表面の深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度が、該内層形成工程で供給された二酸化珪素粉のOH濃度+80ppm~+350ppmとなるように水蒸気の導入量を調節することを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項2】

回転可能でかつ上方に開口する開口部を備えたモールドを有する石英ガラスルツボ製造装置を用い、回転する該モールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力により成型しルツボ形状の成型体とした後、該開口部から電極を挿入しアーク火炎により該成型体を加熱溶融して半透明石英ガラス製ルツボ基体を形成する基体形成工程と、及び該ルツボ基体の形成中もしくは形成後に、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に該開口部より新たに二酸化珪素粉を供給し、該ルツボ基体内面側に透明石英ガラス製内層を形成する内層形成工程、からなる石英ガラスルツボの製造方法において、該内層形成工程の少なくとも一部の期間に、該開口部より該ルツボ基体内に水蒸気を導入するとともに、前記内層形成工程において形

10

20

成された前記透明石英ガラス製内層の内表面の深さ方向 1 . 0 mmまでの平均OH濃度が、該内層形成工程で供給された二酸化珪素粉のOH濃度 + 8 0 ppm ~ + 3 5 0 ppmとなるように水蒸気の導入量を調節することを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 3】

回転可能でかつ上方に開口する開口部を備えたモールドと、該開口部の上方を覆う蓋体とを有する石英ガラスルツボ製造装置を用い、該蓋体に開穿された貫通孔を通じて電極を挿入しアーク火炎により前記成型体を加熱溶解し、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に該貫通孔より新たに二酸化珪素粉を供給し、さらに該貫通孔を通じて該ルツボ基体内に水蒸気を導入することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 4】

前記水蒸気を導入する期間が前記内層形成工程の二酸化珪素粉の供給開始から終了までの期間の少なくとも一部の期間であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 5】

前記水蒸気を導入する期間が前記内層形成工程の期間の少なくとも 2 5 % になることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 6】

前記水蒸気の供給量が前記内層形成工程で供給する二酸化珪素粉の重量 1 0 0 に対して 0 . 5 ~ 1 0 0 であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 7】

前記内層形成工程で導入する水蒸気の単位時間の供給量が液体換算で 2 ~ 1 0 0 ml / minであることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【請求項 8】

前記内層形成工程で供給される二酸化珪素粉は、非晶質の石英原料粉であることを特徴とする請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコン単結晶の引上げに好適に使用される石英ガラスルツボの製造方法に関する。

【0002】

【関連技術】

一般に石英ガラスルツボの製造方法は、回転するモールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の成型体に成型した後、アーク火炎により該成型体を加熱溶解して半透明石英ガラス製ルツボ基体（外層）を形成する基体形成工程と、及び該ルツボ基体の形成中もしくは形成後に、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に新たに二酸化珪素粉を供給し、ルツボ基体内面側に透明石英ガラス製内層を形成する内層形成工程と、から構成されるものである。

【0003】

一方、シリコン単結晶の製造には、いわゆるチョクラスキー法（CZ法）と呼ばれる方法が広く採用されている。このCZ法は原料であるシリコン多結晶を石英ガラスルツボ中で溶解し、この融液にシリコン単結晶の種結晶を接合し、石英ガラスルツボと種結晶を回転させながら種結晶を引上げることで、円柱状のシリコン単結晶を育成する方法である。

【0004】

このCZ法において、シリコン多結晶を溶解した後、引上げ工程中に発生する重要な問題のひとつに、融液表面に発生する振動による弊害があると考えられている。融液表面に振動が発生すると、種結晶をシリコン融液に接合する作業いわゆる「種付け」作業を困難にしてしまう、引上げ工程の初期に結晶を乱してしまう、等の問題が生じる。

【0005】

この問題を解決する為、本出願人は石英ガラスルツボの内表面の表面張力を 5 0 mN / m以

10

20

30

40

50

下とすることを提案した(特開平2000-72594号公報)。具体的には、石英ガラスルツボ内表面のOH濃度、表面粗さ、金属不純物を調節することで、シリコン融液と石英ガラスルツボとの濡れ性を向上させ、融液表面の振動を抑制しようとするものであるが、このうち、表面粗さ、金属不純物は石英ガラスルツボ内面の劣化を促進するという欠点を持つ為、調節する因子としてはOH濃度を選択するのが最も好ましいと考えられる。

【0006】

上記公報によるとこのOH濃度の調節には、溶融加熱エリアの絶対湿度の調整、或いは二酸化珪素粉自体のOH濃度の調節が提案されているが、前者は設備コストが高く且つ所望のOH濃度への調整が困難であり、後者は使用する原料粉が制限されるという欠点があった。

10

【0007】

また、CZ法の引上げ工程中に発生する他の重要な問題としては石英ガラスルツボ内面からの石英片の剥離が挙げられる。石英ガラスルツボは、一般的に、泡を含まず透明な内層と泡を含み不透明な外層の二重構造となるように作られているが、一見泡が無いように見える透明層にも、減圧、高温下で引上げ工程が進むにつれて泡が発生、膨張し、石英ガラスルツボ内表面の剥離を引き起こすことがある。この剥離した石英ガラス片が引上げ中の単結晶に付着すると、その部分から転位が発生し、歩留りを著しく低下させる、等の問題が生じてしまう。

【0008】

この問題を解決する為、本出願人は、シリコン単結晶引上げ後の石英ガラスルツボ内面1mm以内の泡膨張を抑制することを提案した(特開2000-44386号公報)。具体的には、石英ガラスルツボの溶融の際の加熱条件の変更、或いは石英ガラスルツボ透明層に使用する二酸化珪素粉の選択が記載されているが、前者は許容範囲が広い為、確実に泡膨張を抑制することは難しく、後者は使用する原料粉が制限されるという欠点があった。

20

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

こうした現状に鑑み、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、石英ガラスルツボの製造方法の内層形成工程においてルツボ基体内に水蒸気を導入するという簡便な方法で、使用する二酸化珪素粉に係わらず、容易に石英ガラスルツボ内面のOH濃度を調節し、且つ内表面近傍の泡膨張を抑制できることを見出し本発明を完成した。

30

【0010】

すなわち、本発明は、シリコン単結晶引上げの際に、シリコン融液表面の振動の発生、並びに石英ガラス片の剥離による転位の発生が無く、歩留りの高いシリコン単結晶の引上げが可能な石英ガラスルツボの製造方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本発明の石英ガラスルツボの製造方法の第1の態様は、回転するモールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力により成型しルツボ形状の成型体とした後、該成型体を加熱溶融して半透明石英ガラス製ルツボ基体を形成する基体形成工程と、及び該ルツボ基体の形成中もしくは形成後に、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に新たに二酸化珪素粉を供給し、該ルツボ基体内面側に透明石英ガラス製内層を形成する内層形成工程、からなる石英ガラスルツボの製造方法において、該内層形成工程の少なくとも一部の期間に、水蒸気を該ルツボ基体内に導入するとともに、前記内層形成工程において形成された前記透明石英ガラス製内層の内表面の深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度が、該内層形成工程で供給された二酸化珪素粉のOH濃度 + 80 ppm ~ + 350 ppmとなるように水蒸気の導入量を調節することを特徴とする。

40

【0012】

本発明の石英ガラスルツボの製造方法の第2の態様は、回転可能でかつ上方に開口する開口部を備えたモールドを有する石英ガラスルツボ製造装置を用い、回転する該モールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力により成型しルツボ形状の成型体とした後、該開口

50

部から電極を挿入しアーク火炎により該成型体を加熱溶融して半透明石英ガラス製ルツボ基体を形成する基体形成工程と、及び該ルツボ基体の形成中もしくは形成後に、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に該開口部より新たに二酸化珪素粉を供給し、該ルツボ基体内面側に透明石英ガラス製内層を形成する内層形成工程、からなる石英ガラスルツボの製造方法において、該内層形成工程の少なくとも一部の期間に、該開口部より該ルツボ基体内に水蒸気を導入するとともに、前記内層形成工程において形成された前記透明石英ガラス製内層の内表面の深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度が、該内層形成工程で供給された二酸化珪素粉のOH濃度+80ppm~+350ppmとなるように水蒸気の導入量を調節することを特徴とする。

【0013】

回転可能でかつ上方に開口する開口部を備えたモールドと、該開口部の上方を覆う蓋体とを有する石英ガラスルツボ製造装置を用い、該蓋体に開穿された貫通孔を通じて電極を挿入しアーク火炎により前記成型体を加熱溶融し、該ルツボ基体内の加熱雰囲気内に該貫通孔より新たに二酸化珪素粉を供給し、さらに該貫通孔を通じて該ルツボ基体内に水蒸気を導入する構成とすることもできる。

【0014】

上記水蒸気を導入する期間は該内層形成工程の期間の少なくとも25%、好ましくは40%以上とすることが望ましい。また、水蒸気を導入する期間としては上記内層形成工程の二酸化珪素粉の供給開始から終了までの期間の少なくとも一部の期間が好適である。水蒸気の導入は上記基体形成工程において行うことも可能であるが、この場合はルツボ全体のOH濃度が上昇する為、水蒸気導入量を誤ると製造した石英ガラスルツボの粘度の大幅な低下を引き起こし、形状の崩れにつながる為、注意が必要である。

【0015】

上記水蒸気の導入量は上記内層形成工程において形成された上記透明石英ガラス製内層の内表面の深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度が、内層形成工程で供給された二酸化珪素粉のOH濃度+80ppm~+350ppm、好ましくは+100ppm~+250ppmとなるように調節するのが望ましい。

【0016】

上記内層形成工程において、該ルツボ基体内に導入する水蒸気の導入量は、内層形成工程で供給する二酸化珪素粉の重量100に対して0.5~100の範囲とすれば良い。但し要求される水蒸気量はルツボの大きさにより異なる為、ルツボ外径が40cm~63.4cmの範囲においては、二酸化珪素粉の重量100に対して0.5~40、好ましくは1~30、ルツボ外径が63.5cm~73.9cmの範囲においては1~60、好ましくは1.5~50、ルツボ外径が74cm~125cmまでの範囲においては1.25~100、好ましくは2~80とするのが望ましい。

【0017】

水蒸気の単位時間の導入量は液体換算で2~100ml/minの範囲とすればよい。但しこの値もルツボの大きさに左右され、ルツボ外径が40~63.4cmでは2~40ml/min、好ましくは4~30ml/min、63.5~73.9cmでは4~60ml/min、好ましくは6~50ml/min、74~125cmでは5~100ml/min、好ましくは8~80ml/minとするのが望ましい。

【0018】

本発明における二酸化珪素粉は、非晶質及び結晶質ならびに天然及び合成を包含し、非晶質の二酸化珪素粉を「石英ガラス粉」、結晶質の二酸化珪素粉を「石英粉」と称するものとする。すなわち、例えば外層の原料粉には天然石英粉を用いるのが実用的であるが、天然石英ガラス粉、合成石英ガラス粉、合成石英粉、及び各種粉体を混合したものをを用いてもよく、また、内層の原料粉には合成石英ガラス粉を用いるのが実用的であるが、合成石英粉、天然石英粉、天然石英ガラス粉、及び各種粉体を混合したものをを用いてもよい。

【0019】

【発明の実施の形態】

10

20

30

40

50

以下に本発明の一つの実施の形態を添付図面中、図 1 に基づいて説明する。図 1 は本発明方法の実施に使用される石英ガラスルツボ製造装置と該装置を使用する石英ガラスルツボの製造方法を示す概略断面説明図である。なお、図示例は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能なことはいうまでもない。

【 0 0 2 0 】

図 1 に示す石英ガラスルツボ製造装置 2 0 は回転可能でかつ上方に開口する開口部を備えたモールド 1 を有している。該モールド 1 の開口部は、その上方が蓋体 7 で覆われる。該蓋体 7 の中央部には貫通孔 7 a が開穿されている。該モールド 1 は回転軸 2 を具え、該モールド 1 内にはキャビティ 1 a が形成されている。符号 3 は半透明石英ガラス製のルツボ基体で、石英ガラスルツボの外層部を構成する。該ルツボ基体 3 は二酸化珪素粉、例えば天然石英粉を回転するモールド 1 のキャビティ 1 a 内で遠心力により所望のルツボ形状の成型体に成型し、この成型体を内面からカーボン電極 5 のアーク火炎により加熱して該二酸化珪素粉を溶融させることによって形成される（基体形成工程）。

10

【 0 0 2 1 】

該ルツボ基体 3 の形成中もしくは形成後に、該モールド 1 を回転させながらカーボン電極 5 のアーク火炎により加熱を行い、該ルツボ基体 3 内に高温ガス雰囲気 8 を形成させるとともに、新たに二酸化珪素粉 6 をホッパー 1 0 からノズル 9 を介して少量ずつ該高温ガス雰囲気 8 内に供給する。二酸化珪素粉 6 は、該高温ガス雰囲気 8 内の熱により少なくとも一部が溶融され、同時に該ルツボ基体 3 の内壁面に向けて飛散させられて、該ルツボ基体 3 の内壁面に付着し、該ルツボ基体 3 と一体的で実質的に無気泡な透明石英ガラス製内層 4 を形成する（内層形成工程）。これらの半透明石英ガラス製ルツボ基体 3、透明石英ガラス製内層 4 の形成方法については特公平 4 - 2 2 8 6 1 号公報に詳細な記載がある。

20

【 0 0 2 2 】

本発明方法の眼目は、上記した内層形成工程の少なくとも一部の期間、好ましくは二酸化珪素粉 6 の供給開始から終了までの期間の少なくとも一部の期間に、水蒸気 1 2 を、導入手段 1 4 を通じて、ルツボ基体 3 内に導入することである。このルツボ基体 3 内に導入された水蒸気は二酸化珪素粉の溶融部分へさらに誘導されることとなる。

【 0 0 2 3 】

この水蒸気 1 2 の種類、導入方法は問わないが、使用する水は不純物の少ない純水、更には超純水を使用することが望ましく、例えばこれらの水をヒータ等の熱源で加熱することで蒸発させ、蒸気圧の利用または送風機等の使用により、例えば石英ガラス製導入管等の導入手段 1 4 を通じて、ルツボ基体 3 内へと導入すればよい。また、該導入には高圧スプレー、その他の噴霧手段を用いてもよく、この場合、加圧または超音波発振等によって噴霧された水微粒子が、ルツボ基体 3 内への導入時に水蒸気となっていればよい。

30

【 0 0 2 4 】

電極を挿入する貫通孔 7 a を有する板状蓋体 7 を使用する場合、水蒸気 1 2 の導入は、該貫通孔 7 a より行う。この場合の水蒸気の導入位置は内層形成工程で供給する二酸化珪素粉 6 の供給位置に近い方が望ましく、1 5 0 mm 以内が好適である。

【 0 0 2 5 】

なお、水蒸気 1 2 の導入は上記基体形成工程において行うことも可能であるが、この場合は石英ガラスルツボ全体の OH 濃度が上昇する為、水蒸気導入量を誤ると製造した石英ガラスルツボ粘度の大幅な低下を引き起こし、形状の崩れにつながる為、注意が必要である。

40

【 0 0 2 6 】

本発明において石英ガラスルツボの原料に使用される二酸化珪素粉としては、天然石英粉、合成石英粉、天然石英ガラス粉、合成石英ガラス粉等の各種粉体を適宜選択することが可能である。例えば、天然の水晶や珪砂・珪石等を粉碎し純化して得られる天然石英粉は、コスト上の利点とともに作成された石英ガラスルツボ自体が耐熱性に優れるというメリットがあるため、本発明の石英ガラスルツボの外層の原料として好適である。

【 0 0 2 7 】

50

また、より高純度の粉体として合成石英ガラス粉がルツボ内層の原料として好適であり、具体的には、シリコンアルコキシド、ハロゲン化珪素（四塩化珪素ほか）、珪酸ソーダその他の珪素化合物を出発材料として、ゾルゲル法、スート法、火炎燃焼法等で得られる合成石英ガラス粉を適宜選択することができ、それ以外にもフュームドシリカや沈降シリカ等も利用できる。

**【0028】**

さらに、作成される石英ガラスルツボの所望の物性（気泡の状態、密度、表面状態その他）に応じて、天然石英粉や合成石英ガラス粉以外にも、天然石英ガラス粉、合成石英粉、又は前記各種粉体を混合したもの、ならびに結晶化促進や不純物遮蔽等に寄与する元素を含有するもの（アルミニウム化合物その他）及びそれらを混合したもの、等を内外層の原料として用いることができる。

10

**【0029】****【実施例】**

以下に実施例をあ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。

**【0030】****（実施例1）**

図1に示した装置を用い、前述したと同様の方法により、粒径100～300 $\mu$ mの天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ30mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度5ppmの合成石英ガラス粉を100g/minで40min、計4000g供給し、この合成石英ガラス粉の供給開始とともに水蒸気を20ml/minで30min、計600ml導入し、内側全体にわたり厚さ1～3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径22インチの石英ガラスルツボを作成した。

20

**【0031】**

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、200ppmであった。

**【0032】**

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動は発生せず、スムーズに種付けを行うことができ、引上げ中に転位等が発生することもなく完全なシリコン単結晶が引き上がった。使用後の石英ガラスルツボの内層（透明層）を透明層を観察したところ、いずれも内表面近傍に泡膨張は観測されなかった。当該使用後の石英ガラスルツボの湾曲部（r部）を厚さ1.0mmにカットした断面の顕微鏡写真を図3に示す。また、比較のため使用前の石英ガラスルツボの湾曲部の同様の顕微鏡写真を図2として示した。

30

**【0033】****（実施例2）**

実施例1と同様の方法により、粒径100～300 $\mu$ mの天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ30mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度5ppmの合成石英ガラス粉を100g/minで40min、計4000g供給し、この合成石英ガラス粉の供給開始とともに水蒸気を5ml/minで16min、計80ml導入し、内側全体にわたり厚さ1～3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径22インチの石英ガラスルツボを作成した。

40

**【0034】**

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、120ppmであった。

**【0035】**

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動は発生せず、スムーズに種付けを行うことができ、引上げ中に転位等が発生することもなく完全なシリコン単結晶が引き上がった。使用後の石英ガラスルツボの内層（

50

透明層)を観察したところ、いずれも内表面近傍に泡膨張は観測されなかった。

【0036】

(実施例3)

実施例1と同様の方法により、粒径100~300 $\mu$ mの天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ30mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度5ppmの合成石英ガラス粉を100g/minで40min、計4000g供給し、この合成石英ガラス粉の供給開始とともに水蒸気を30ml/minで40min、計1200ml導入し、内側全体にわたり厚さ1~3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径22インチの石英ガラスルツボを作成した。

【0037】

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、250ppmであった。

【0038】

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動は発生せず、スムーズに種付けを行うことができ、引上げ中に転位等が発生することもなく完全なシリコン単結晶が引上がった。使用後の石英ガラスルツボ内面の内層(透明層)を観察したところ、いずれも内表面近傍に泡膨張は観測されなかった。

【0039】

(実施例4)

実施例1と同様の方法により、粒径100~300 $\mu$ mの天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ30mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度100ppmの非晶質合成石英粉を100g/minで40min、計4000g供給し、この合成石英粉の供給開始とともに水蒸気を20ml/minで30min、計600ml導入し、内側全体にわたり厚さ1~3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径22インチの石英ガラスルツボを作成した。

【0040】

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、290ppmであった。

【0041】

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動は発生せず、スムーズに種付けを行うことができ、引上げ中に転位等が発生することもなく完全なシリコン単結晶が引き上がった。使用後の石英ガラスルツボの内層(透明層)を観察したところ、いずれも内表面近傍に泡膨張は観測されなかった。

【0042】

(実施例5)

実施例1と同様の方法により、粒径100~300 $\mu$ mの天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ40mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度5ppmの合成石英ガラス粉を100g/minで100min、計10000g供給し、この合成石英ガラス粉の供給開始とともに水蒸気を50ml/minで100min、計5000ml導入し、内側全体にわたり厚さ1~3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径30インチの石英ガラスルツボを作成した。

【0043】

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、220ppmであった。

【0044】

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動は発生せず、スムーズに種付けを行うことができ、引上げ中に転位等が発生することもなく完全なシリコン単結晶が引き上がった。使用後の石英ガラスルツボの内層(透明層)を観察したところ、いずれも内表面近傍に泡膨張は観測されなかった。

10

20

30

40

50

## 【0045】

## (比較例1)

実施例1と同様の方法により、粒径100～300 $\mu\text{m}$ の天然石英粉を回転するモールド内に供給し、厚さ30mmの粉体層からなる成型体を成型し、アーク放電により該成型体の内部から加熱溶融すると同時に、その高温雰囲気中に、OH濃度5ppmの合成石英ガラス粉を100g/minで40min、計4000g供給し、内側全体にわたり厚さ1～3mmの透明石英ガラス製内層を有する、直径22インチの石英ガラスルツボを作成した。

## 【0046】

この作成した石英ガラスルツボの内表面深さ方向1.0mmまでの平均OH濃度を測定したところ、75ppmであった。

10

## 【0047】

この石英ガラスルツボでシリコン単結晶の引上げを減圧下で行ったところ、シリコン融液表面の振動が発生し、1度でスムーズに種付けを行うことができず、何度か種付け作業を試みる必要が生じた。さらに、種付け後は引上げ中に湯面振動がおさまるのを確認できたが、引上げ工程の後半でシリコン単結晶に転位が発生したため、所定の工程を完了できずに途中で引上げを終えた。使用後の石英ガラスルツボの内層(透明層)を観察したところ、内表面近傍に、有転位の原因と見られる著しい気泡膨張が認められた。使用後の当該石英ガラスルツボの湾曲部(r部)を厚さ1.0mmにカットした断面の顕微鏡写真を図5に示す。また、比較のため使用前の当該石英ガラスルツボの湾曲部の同様の顕微鏡写真を図4として示した。

20

## 【0048】

## 【発明の効果】

以上述べたごとく、本発明のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法によれば、内層形成工程においてルツボ基体内に水蒸気を導入するという簡便な方法で、シリコン単結晶を引上げの際に、シリコン融液面の振動の発生並びに石英ガラス片の剥離による転位の発生が無く、単結晶引上げの歩留りが著しく向上した石英ガラスルツボを得ることができるという著大な効果が達成される。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】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ルツボの製造方法を示す概略断面説明図である。

30

【図2】実施例1によって製造された石英ガラスルツボの湾曲部の断面を示す顕微鏡写真である。

【図3】実施例1によって製造された石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶を引上げた後の石英ガラスルツボの湾曲部の断面を示す顕微鏡写真である。

【図4】比較例1によって製造された石英ガラスルツボの湾曲部の断面を示す顕微鏡写真である。

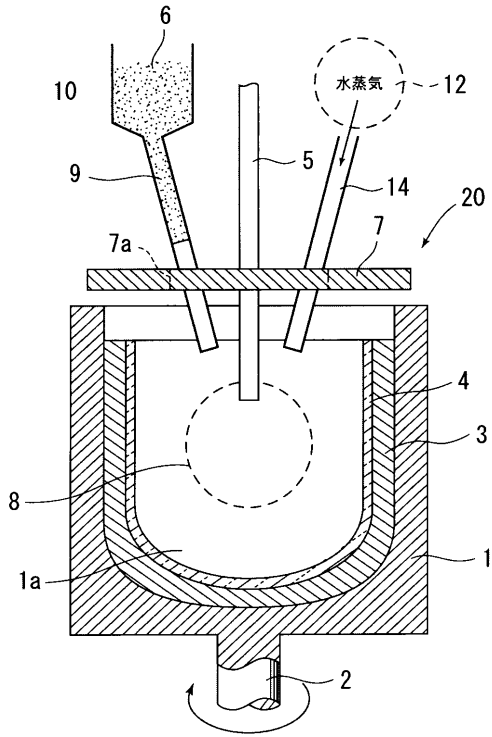
【図5】比較例1によって製造された石英ガラスルツボを用いてシリコン単結晶を引き上げた後の石英ガラスルツボの湾曲部の断面を示す顕微鏡写真である。

## 【符号の説明】

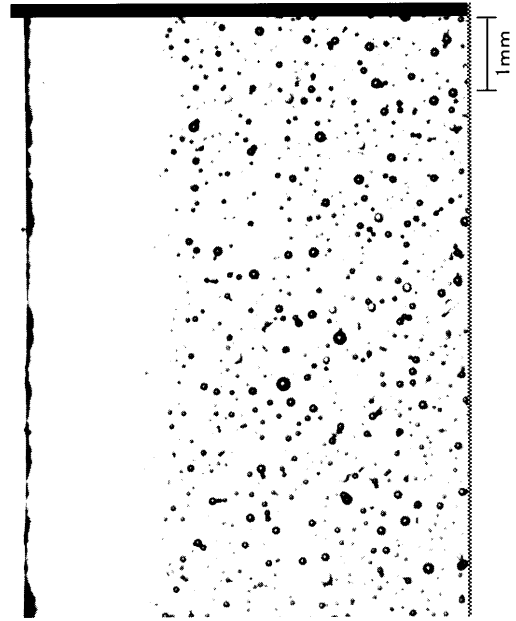
1：モールド、1a：キャピティ、2：回転軸、3：半透明石英ガラス製のルツボ基体、4：透明石英ガラス内層、5：カーボン電極、6：二酸化珪素粉、7：蓋体、7a：貫通孔、8：高温ガス雰囲気、9：ノズル、10：ホッパー、12：水蒸気、14：導入手段、20：石英ガラスルツボ製造装置。

40

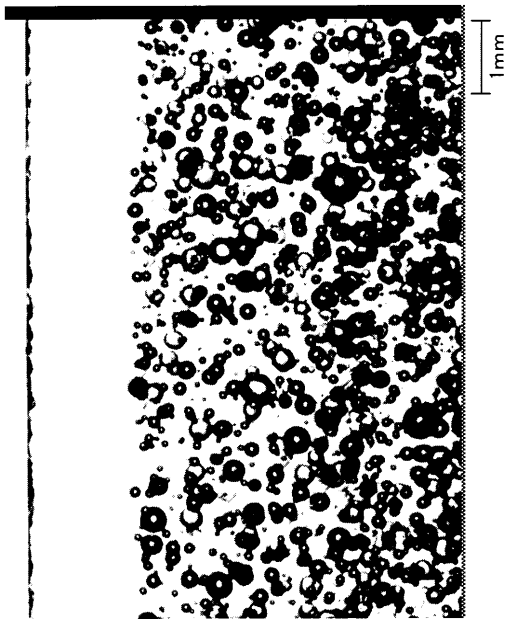
【図1】



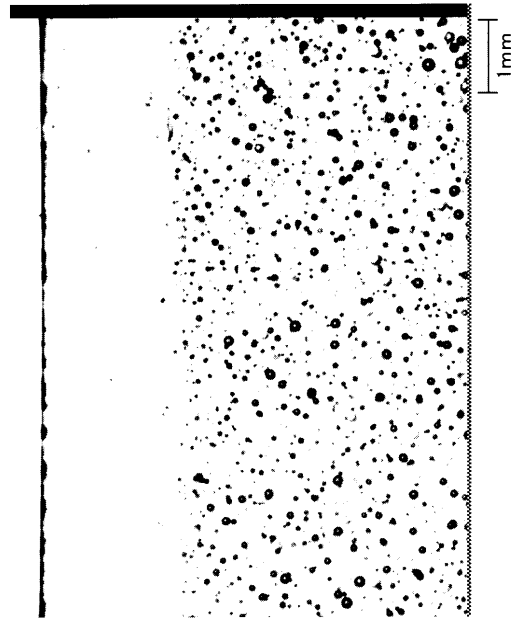
【図2】



【図3】



【図4】



【 図 5 】



---

フロントページの続き

審査官 近野 光知

- (56)参考文献 特開2000-072594(JP,A)  
特開平07-330358(JP,A)  
特開昭61-242984(JP,A)  
特開昭63-210015(JP,A)  
特開2000-086383(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C03B 20/00  
C30B 15/00~15/36