

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4416952号

(P4416952)

(45) 発行日 平成22年2月17日(2010.2.17)

(24) 登録日 平成21年12月4日(2009.12.4)

(51) Int.Cl.

F I

C O 3 B 20/00 (2006.01)

C O 3 B 20/00

H

請求項の数 11 (全 10 頁)

|               |                               |           |                     |
|---------------|-------------------------------|-----------|---------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2000-582623 (P2000-582623)  | (73) 特許権者 | 500333682           |
| (86) (22) 出願日 | 平成11年11月19日(1999.11.19)       |           | ヘリーアス シンエツ アメリカ インク |
| (65) 公表番号     | 特表2002-530258 (P2002-530258A) |           | アメリカ合衆国 ワシントン州 9860 |
| (43) 公表日      | 平成14年9月17日(2002.9.17)         |           | 7、ケーマス、エヌダブリュー パシフィ |
| (86) 国際出願番号   | PCT/US1999/027624             |           | ック リム ブルバード 4600    |
| (87) 国際公開番号   | W02000/029648                 | (73) 特許権者 | 000190138           |
| (87) 国際公開日    | 平成12年5月25日(2000.5.25)         |           | 信越石英株式会社            |
| 審査請求日         | 平成18年10月16日(2006.10.16)       |           | 東京都新宿区西新宿1丁目22番2号   |
| (31) 優先権主張番号  | 09/195,886                    | (74) 復代理人 | 100147935           |
| (32) 優先日      | 平成10年11月19日(1998.11.19)       |           | 弁理士 石原 進介           |
| (33) 優先権主張国   | 米国 (US)                       | (74) 代理人  | 100080230           |
|               |                               |           | 弁理士 石原 詔二           |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石英ガラスるつぼの白点欠陥を最小限にする方法及び装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも1つのシリカるつぼを製造するるつぼ製造方法において、  
るつぼ基体を準備する工程と、  
アーク又はプラズマ放電を発生する複数の電極を準備する工程と、  
上記アーク又はプラズマ放電を介してシリカ粒子を上記るつぼ基体に導入して溶融させる工程と、  
各電極の一部の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流し、上記電極の一部におけるシリカ蒸気の凝結を防止して該電極の一部を保護する工程と、  
るつぼを最終形状に冷却する工程とを有し、  
上記少なくとも1つのるつぼにおける白点欠陥の量を低減させ、  
複数のるつぼのうち、白点欠陥を有するるつぼが全体の2%より少なくすることを特徴とするるつぼ製造方法。

【請求項2】

上記非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスの流れにより、上記電極表面に凝結するシリカ蒸気の量が低減されることを特徴とする請求項1記載のるつぼ製造方法。

【請求項3】

上記非反応性ガスは、ネオン、ヘリウム、アルゴン及び窒素の内の1つであることを特徴とする請求項2記載のるつぼ製造方法。

【請求項4】

上記非反応性ガスは、窒素であることを特徴とする請求項3記載のるつぼ製造方法。

【請求項5】

上記窒素ガスの流れは脈流又は強制的に脈動された流れであることを特徴とする請求項4記載のるつぼ製造方法。

【請求項6】

シリカるつぼを製造するためのるつぼ製造装置において、

るつぼ基体を保持する鋳型と、

アーク又はプラズマ放電を発生する複数の電極と、

上記アーク又はプラズマ放電及び上記るつぼ基体内にシリカ粒子を導入するシリカ粒子導入手段と、

上記電極の一部におけるシリカ蒸気の凝結を防止して該電極の一部を保護する保護手段とを備え、

上記保護手段は、各電極の一部の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流す吹出手段を備えるるつぼ製造装置。

【請求項7】

上記非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスの流量を調節する流量調節手段を備えることを特徴とする請求項6記載のるつぼ製造装置。

【請求項8】

上記吹出手段は、上記複数の電極のうちの少なくとも1つの電極近傍に配設された少なくとも1つのノズルであることを特徴とする請求項7記載のるつぼ製造装置。

【請求項9】

上記少なくとも1つのノズルは、上記電極の低温部に近接することを特徴とする請求項8記載のるつぼ製造装置。

【請求項10】

上記少なくとも1つのノズルは、少なくとも1つの貫通孔を備える石英ガラス管であることを特徴とする請求項9記載のるつぼ製造装置。

【請求項11】

上記少なくとも1つのノズルは、少なくとも1つの貫通孔と、二重壁の筐体とを備えることを特徴とする請求項9記載のるつぼ製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の背景

本発明は、るつぼ (crucible) の製造に関する。詳しくは、本発明は、半導体材料として用いられるシリコン単結晶 (silicon single crystal) の引き上げ (pulling) に使用される石英ガラス (quartz glass) るつぼの製造方法及び装置に関する。

【0002】

シリコン単結晶を製造するための様々な手法が知られている。特に、半導体材料として用いられるシリコン単結晶の製造法としては、チョクラルスキー (Czochralski; CZ) 法が広く採用されている。チョクラルスキー法では、多結晶シリコン (polycrystalline silicon) を容器内で熔融させ、単結晶の種結晶 (seed crystal) の先端部を熔融したシリコンに浸す。続いて種結晶を回転させながら引き上げることにより、種結晶上に同一の結晶方位 (crystallographic orientation) を有する単結晶が成長する。

【0003】

このようなシリコン単結晶のインゴット (ingot) を製造するための引き上げ処理における容器としては、るつぼが広く使用されている。るつぼは、通常、側壁と底面を有する鉢状 (bowl shape) の形状を有し、引き上げ工程の際には、熔融したシリコンを収容する。るつぼは、熔融したシリコンを適切に収容でき、熔融したシリコンを汚染しない材料であれば、いかなる材料から形成してもよいが、特に、熔融したシリコンに好適な量の酸素を供給する材料が好ましいとされている。るつぼの材料として広く使用されているものは、シリカ (silica) 及び石英ガラスである。

## 【0004】

石英ガラスるつぼは、多くの工程を経て製造される。例えば、「標準融解 (normal fusion)」法では、垂直軸を中心に回転する鋳型 (hollow mold) に、微細に粉碎された結晶性 (crystalline) 又は非結晶性 (amorphous) シリカ粒子 (silica particles) を流入する。石英粒子 (quartz particles) は、純度が高く入手しやすいため、結晶性シリカ (crystalline silica) として広く使用されている。鋳型が回転すると、その遠心力により、鋳型の底面及び壁面に石英粒子の層が形成される。続いて、ブレード (blade) を用いて、所望の形状が得られるように石英粒子を擦り取り、必要であれば、過剰な粒子を取り除く。そして、シリカ又は石英粒子を溶融 (melt) 及び融解 (fuse) させる熱処理により、るつぼの側壁及び底面を成形する。冷却処理の後、るつぼを鋳型から取り出す。

10

## 【0005】

るつぼは、通常、無数の微小な気泡を含有するするため、るつぼの壁は不透明である。結晶引き上げ工程の際にこの気泡が破裂すると、シリコンインゴットに損傷を与えるおそれがある。るつぼの壁内の気泡による衝撃を低減するために、るつぼの内側に内壁層を設けることが多い。気泡破裂の影響を実質的になくするための内壁層の形成には様々な方法が知られている。このような方法としては、例えば、米国特許番号第 4, 416, 680 号、第 4, 956, 208 号、第 4, 935, 046 号に開示され、この技術は、参照により本願に組み込まれるものとする。一つの方法では、回転する鋳型内において、回転軸の中心付近のアークによって石英粒子を融解させて粒子をるつぼの形状に成形する。これにより粒子が融解してるつぼの形状に成形されるとともに、さらにアークにより融解した粒子

20

## 【0006】

上述のようなハイブリッド融解の処理において、シリカ又は石英粒子は、通常黒鉛 (graphite) を材料とする極性の異なる電極 (electrode) 間に生成されるアークに導入される。粒子は、アークを通過することにより、完全にではないがほとんど溶融する。アークによりシリカ粒子を加熱することにより、無視できない量のシリカ蒸気 (silica vapor) が発生する。シリカ蒸気は、例えば電極における温度が低い部分等、シリカ蒸気より温度が低いあらゆる物質の表面に付着し、シリカ粒子になる。るつぼ製造工程において、黒鉛製の電極が酸化 (oxidation) により腐食 (erode) すると、電極上に凝結 (condense) したシリカ粒子が破片 (flake) となって剥がれ落ちる。るつぼの壁が熱いうちにこのようなシリカ片がるつぼ内に落ちると、るつぼの壁に不透明な白い欠陥、すなわち白点欠陥 (white point defect) が形成される。このような白点欠陥は、石英ガラスるつぼから単結晶シリコンを引き上げる際に問題を引き起こす。したがって、このような白点欠陥を有する石英ガラスるつぼは、廃棄せざるを得ない。

30

発明の開示

本発明は、白点欠陥が全く、あるいは、ほとんど存在しないシリカるつぼを製造するためのるつぼ製造方法及びるつぼ製造装置を提供する。本発明では、るつぼ製造工程で使用される電極上に凝結するシリカ蒸気量を低減させることにより白点欠陥の発生を抑制する。シリカ蒸気が凝結する可能性のある黒鉛電極の表面領域に、保護ガス (protective gas) 又は非反応性ガス (non-reactive gas)、あるいは混合ガス (gas mixture) を流すことにより、シリカ蒸気の凝結を低減させる。保護ガス又は混合ガスは、ノズル (nozzle)、ジェット (jet)、又は電極の望ましい領域の近傍に配設された機構により供給される。

40

## 【0007】

本発明に係るるつぼ製造方法は、少なくとも 1 つのシリカるつぼを製造するるつぼ製造方法において、るつぼ基体 (crucible substrate) を準備する工程と、アーク又はプラズ

50

マ放電を発生する複数の電極を準備する工程と、アーク又はプラズマ放電を介してシリカ粒子をるつぼ基体に導いて溶融させる工程と、各電極の一部の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流し、電極の一部におけるシリカ蒸気の凝結を防止して電極の一部を保護する工程と、るつぼを最終形状に冷却する工程とを有し、上記少なくとも1つのるつぼにおける白点欠陥の量を低減させ、複数のるつぼのうち、白点欠陥を有するるつぼが全体の2%より少なくする。複数の電極は、例えば黒鉛電極であり、アーク放電は、電極間に電圧を印加して発生させる。電極の所望の部分の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流し、シリコン酸化物蒸気が電極上に凝結する量を低減することにより電極を保護できる。非反応性ガスとしては、例えばネオン、ヘリウム、アルゴン又は窒素等を用いることができる。このるつぼ製造方法により、るつぼにおける白点欠陥の量を低減させることができ、これにより複数のるつぼのうち白点欠陥が存在するるつぼの量を7%より少なくすることができる。

10

#### 【0008】

また、本発明に係るるつぼ製造装置は、シリカるつぼを製造するためのるつぼ製造装置において、るつぼ基体と、アーク又はプラズマ放電を発生する複数の電極と、アーク又はプラズマ放電及びるつぼ基体内にシリカ粒子を導入するシリカ粒子導入手段 (means for introducing silica particles) と、電極の一部におけるシリカ蒸気の凝結を防止して電極の一部を保護する保護手段 (means for protecting) とを備え、上記保護手段は、各電極の一部の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流す吹出手段を備える。複数の電極は、例えば黒鉛電極であり、アーク放電は、電極間に電圧を印加して発生させる。保護手段は、例えば、電極の望ましい一部の表面に非反応性ガス又は複数の非反応性ガスの混合ガスを流す流動手段 (flowing means) を備える。流動手段は、例えば、電極の所望の領域近くに配設された少なくとも1つのノズルとする。

20

#### 【0009】

図1～図3は、本発明に基づいて石英ガラスるつぼを製造するための方法及び装置を説明する図である。なお、例えば黒鉛 (graphite) 以外の電極 (electrode) を使用する等、図示する装置及び手法を変更して他の装置及び手法により本発明を実現できることは、当業者に明らかである。

#### 【0010】

図1は、本発明が適用されるるつぼ製造工程の例を示す図である。図1に示すように、回転軸 (rotating shaft) 21を備える回転鋳型 (rotatable mold) 10を準備する。鋳型10の内部には、電極保持具 (electrode holder) 1, 2, 3により保持された電極4, 5, 6が配設される。電極保持具1, 2, 3は、金属製の二重壁を有する管 (double-walled pipe) であり、二重壁の間の冷却水により冷却される。粒子供給器 (grain supply means) 7は、石英 (quartz) 又はシリカ (silica) 粒子 (particle) (又は粉 (powder) 又は粒 (grain)) 8を電極4, 5, 6の近くから鋳型10内部に供給し、これにより石英ガラスるつぼ9の内表面に無気泡層 (bubble-free layer) を形成する。電極保持具1, 2, 3のそれぞれには、保護装置 (protecting device) 11, 12, 13が取り付けられている。

30

#### 【0011】

回転鋳型10の形状及び寸法は、製造すべきるつぼ9の所望の形状及び寸法に基づいて決定される。鋳型10の材料は、例えばステンレス鋼 (stainless steel) や黒鉛等、十分な耐熱性と機械的強度を有し、所望の形状に成形できるいかなる材料であってもよい。

40

#### 【0012】

るつぼ9は、任意の適切な方法により鋳型10の内表面に形成される。例えば、適切な方法の1つとして、鋳型10を回転軸21を中心に回転させる。そして、高純度のシリコン酸化物の粒子8を電極4, 5, 6近傍から鋳型10の内表面に向けて供給する。電極4, 5, 6間にアーク放電が発生している場合、このアークにより石英粒子の全てではないにしても一部が溶融する。同時に、この粒子は、鋳型10の内表面に堆積し、全融解時間に応じて所定の厚みを有する実質的に無気泡の石英ガラス層が形成される。

50

## 【0013】

電極4, 5, 6は、外部電源に接続され、この外部電源により電極4, 5, 6間に高電圧が印加され、これによりアーク放電を発生させる。また、アーク放電に代えて、高周波プラズマ放電を発生させてもよい。図1には、3つの電極4, 5, 6を示しているが、本発明においては、2つ以上のいかなる数の電極を用いてもよい。さらに、電極の形状も所望の形状に変更してもよい。

## 【0014】

電極4, 5, 6は、例えば炭素(carbon)や黒鉛(graphite)等、適切ないかなる材料から形成してもよい。また、電極4, 5, 6は、図1に示すように、水冷式の金属製の電極保持具1, 2, 3にそれぞれ取り付けられている。電極保持具1, 2, 3の直径は、電極4, 5, 6の直径の85~150%であり、その先端部に冷却水を流して電極4, 5, 6を冷却する。したがって、電極4, 5, 6においては、水冷される端部と、アーク放電が維持される部分との間に温度勾配が生じる。アーク放電は湾曲した(bulge)形状としてもよく、これにより粒子8がアーク放電を通過すると、鑄型10の内表面の広範囲に分散される。

10

## 【0015】

本発明に基づく処理に用いる石英の粒子8は、処理条件下で熔融し、るつぼを形成する適切な粒子寸法であれば、いかなる粒子寸法を有していてもよい。粒子8は、結晶質であっても非結晶質であってもそれらの混合物であってもよく、好ましくは、るつぼの不純性を最小化するために、高純度なものをを用いる。

20

## 【0016】

アーク放電により粒子8を加熱すると、シリカの蒸気(vapor)又は煙(fume)が放出され、電極4, 5, 6上の特に冷却水に冷却されている領域付近の低温部に凝結する。すなわち、シリカ蒸気の凝結は、電極4, 5, 6のより温度が低い部分で起こりやすい。上述のように、この凝結したシリカは、製造工程中に電極4, 5, 6からシリカ片として剥離(flake off)し、これに起因して、るつぼに白点欠陥(white point defect)が生じるおそれがある。本発明では、黒鉛電極上における二酸化珪素(silicon dioxide)蒸気の凝結を低減させることにより、るつぼにおける白点欠陥の発生を抑制する。

## 【0017】

一具体例においては、電極におけるシリカ蒸気の凝結を低減させる装置として、保護ガス(protecting gas)又は非反応性ガス(non-reactive gas)、あるいは混合ガス(gas mixture)を電極表面の一部に向けて吹き出す装置を用いる。本発明では、シリカ蒸気を電極から引き離す、及び／又は電極上のシリカ蒸気の凝結量を低減させるものであれば、保護ガスを黒鉛電極の表面近傍でどのようなように流してもよい。

30

## 【0018】

シリカ蒸気の凝結は、電極の外周面に均一に発生するとは限らない。他の電極に対向していない側の面が最も温度が低く、したがって最もシリカ蒸気が凝結しやすい。したがって、保護ガスの流れをその面に集中させるとよい。

## 【0019】

シリカ蒸気を黒鉛電極から遠ざけることにより、シリカ蒸気が黒鉛電極上で凝結することを防止することができる。シリカ蒸気は、黒鉛電極上で凝結する代わりに排出され、及び／又はるつぼが成形されるまでシリカ蒸気を凝結させて保持するより適切な表面に凝結する。これにより、凝結したシリカがシリカ片として電極から剥離し、るつぼに白点欠陥を生じさせるといった問題が解決される。

40

## 【0020】

本発明においては、電極をシリカ蒸気から保護し、及び／又は石英ガラスるつぼ、シリカ粒子及び電極と反応しないものであれば、いかなる保護ガス(又は混合ガス)を用いてもよい。最適なガスとしては、例えばネオン(Ne)、ヘリウム(He)、アルゴン(Ar)、窒素(N<sub>2</sub>)及びこれらの混合ガスを用いることができるが、これに限定されない。特に、本発明における非反応性ガスとして、好ましくは十分に純粋な窒素を用いるとよい

50

。窒素が好ましい非反応性ガスである理由は、低コストである点、及びアークの特性に与える影響が最小である点等が挙げられる。

#### 【0021】

電極表面上に非反応性ガスを吹き付ける装置としてはいかなるものを用いてもよい。このような装置の一例を図2に示す。この具体例では、非反応性ガスは、保護装置11, 12, 13から吹き出す。保護装置11, 12, 13は、非反応性ガスを吹き出す吹出部 (blowing means) と、この吹出部に非反応性ガスを供給する供給部 (supplying means) と、保護ガスの流量を調節する制御部 (controlling means) とを備える。

#### 【0022】

保護装置11, 12, 13は、適切な非反応性ガスの流れを形成するために、各電極の近くに取り付ける必要がある。図2に示す具体例においては、保護装置11, 12, 13は、固定具 (fixture means) 18により、各電極保持具1, 2, 3に固定されている。

#### 【0023】

保護装置11, 12, 13の吹出部としては、従来から知られている少なくとも1つのノズルを用いる。ノズルは、例えばリング状のパイプ又は端部が密閉された中空の二重壁管体を備え、ここに電極保持具の外周に沿って一列に配列されて電極の表面に沿ってガスを吹き出す下向きの吹出口17が設けられている。電極表面への保護ガスの流れを適切に保つために、ノズルには、好ましくは、線状の吹出口又は分散して配列された複数の吹出口を設ける。ノズルが加熱しないように、ノズルは電極ではなく電極保持具に取り付ける方がよい。

#### 【0024】

ノズルは、電極の形状及び外周に対応する形状 (例えば、リング状) 及び外周を有している。好ましくは、ノズルにおいてリング状に配列された吹出口の直径は、電極保持具の外周径の約110%から約200%とし、さらに好ましくは、電極保持具の外周径の約130%とする。吹出口の数及び口径、各吹出口間の間隔は、必要とされる流れ特性に応じて決定する。例えば、カソード電極の直径が35mmであり、アノード電極の直径が60mmである場合、アノード側のリングには直径1/32インチの吹出口を20個設け、カソード側のリングには、直径1/16インチの吹出口を18個設ける。好ましくは、吹出口 (又はノズル) 間の距離は、吹出口と電極表面との間の2倍より小さくする。

#### 【0025】

ノズルの長さや配列は、凝結が最も生じやすい領域にガスを吹き出すように調節できる。例えば、図2に示す具体例においては、中央の電極に対するノズルのリングは、シリカ蒸気の凝結が電極の外周に均一に生じやすいため、電極の外周に対して均一に配列される。一方、両端の電極については、シリカ蒸気の凝結は均一には生じない。すなわち、両端の電極に付いては、中央の電極に対向する面とは反対側の面において、シリカ蒸気の凝結量が多くなる。したがって、この領域にガスを吹き出す吹出口をより多く設ける。

#### 【0026】

吹出部としては、上述のような形状を有するものの他に、他の種類のノズルや、ジェット等を用いてもよい。吹出部の形状は、電極の形状や相対的配置に応じて、他の形状及び相対的配置 (例えば、矩形状) に変更できる。

#### 【0027】

保護ガスの十分な流れを保証するために、供給部は、吹出部に適切に接続されている。図2に示す具体例においては、保護装置11, 12, 13には、それぞれ供給管14, 15, 16が取り付けられている。この取り付けの方法は、いかなるものであってもよい。供給部は、例えば非反応性ガスを収容するガスだめ (reservoir) 等の貯蔵部 (図示しない) に接続されている。

#### 【0028】

供給部及び吹出部は、同一の材料により形成してもよく、異なる材料から形成してもよい。好ましい材料としては、不純物によりガスを汚染するおそれがなく、るつぼ製造工程を劣化させない、例えば高純度石英ガラス、サファイヤ (sapphire)、ダイヤモンド (diam

10

20

30

40

50

ond)、ジルコニア(zirconia)等を用いるとよい。好ましくは、吹出部及び供給部は、高純度シリカ又は石英ガラスにより製造する。

#### 【0029】

貯蔵部と供給部との間には、制御部(図示しない)が設けられており、このガス制御部により非反応性ガスの流量が調節される。制御部は、非反応性ガスの流量を適切に制御する必要がある。ノズルアレイ(nozzle array)における全体のガス流量は、るつぼ基体を溶融させる工程において用いられる約80cm<sup>3</sup>毎秒から、シリカ粒子をアークに導入する工程において用いられる約10,000cm<sup>3</sup>毎秒の範囲とすることができる。非反応性ガスとして窒素ガスを用い、流量を約80cm<sup>3</sup>毎秒以下、より詳しくは0.4cfm(立方フィート毎分)以下とした場合、シリカ蒸気の凝結を低減させる効果は得られず、またノズルを熱による損傷から保護することもできない。また、非反応性ガスとして窒素ガスを用い、圧力を60psi、流量を約10,000cm<sup>3</sup>毎秒以上、より詳しくは2.6cfmとした場合、アークの導電経路を形成するイオン化ガスが吹き飛ばされて、アーク形成が妨害されるため、電極間にアークを維持するためには、伝導経路(conductive path)の再イオン化(re-ionize)のために電圧をさらに高めて印加することが必要となる。また、窒素ガスの流量は、アークにおける破裂放電(disruption discharge)の発生を最小化するのに最適な流量の範囲内に制御する必要がある。破裂放電により電極の腐食の早期化、アークの停止又はスパッタ(sputtering)、るつぼの変形、るつぼの内表面における気泡の形成等の問題が生じる。

10

#### 【0030】

また、非反応性ガスの流量は、シリカ蒸気の凝結速度に比例させて制御する必要がある。すなわち、シリカ蒸気の量が増加又は減少するのに応じて、電極からシリカ蒸気を遠ざけるために電極表面に吹き出す非反応性ガスの流量を増加又は減少させる必要がある。

20

#### 【0031】

電極近くの非反応性ガス流は、脈流としてもよい。ガス流を脈動(pulsation)させることにより、電極上のシリカの凝結を抑制する好ましい非反応性ガスの流れを形成しながら、アークにおける放電破裂を全体的に減少させることができる。ガス流量及び脈動は、圧力調整器(pressure regulator)、絞り弁(needle valves)、流量計(flow gauge)等を用いて手動で調整してもよく、質量流量コントローラ(mass flow controller)、プログラミング可能な論理コントローラ(logic controller)及び直列接続された空気圧ソレノイド(pneumatic solenoid)等を用いて自動的に調整してもよい。

30

#### 【0032】

保護装置11, 12, 13は、電極保持具及び／又は電極のいかなる望ましい部分に取り付けてもよい。通常、保護装置11, 12, 13は、シリカ蒸気の凝結を低減(好ましくは防止)するのに最適な部分に配設する。好ましくは、保護装置11, 12, 13は、電極においてより温度が低い部分等、シリカ蒸気が凝結しやすい部分に近接させて配設する。

#### 【0033】

図3(1)～(3)は、この具体例における中央の電極保持具2に取り付けられた保護装置12の取り付け位置の変化例を示す。図3(4)は、シリカ蒸気の凝結量を低減するための保護装置が取り付けられていない電極を示す。このように保護装置を設けない場合、シリカ蒸気の凝結体19が電極の上部に膜状に形成され、シリカ片として剥がれ落ちる。

40

#### 【0034】

図3(1)では、保護装置12は電極保持具に取り付けられ、したがって吹出口17は、電極の近傍に配設されている。この図3(1)に示す構成例は、電極上のシリカ蒸気の凝結量を最小化する好適な構成例の1つである。図3(1)に示す構成例では、吹出口17から吹き出したガスは、電極保持具の表面から電極の表面に沿って流れる。ここで、ノズルアレイと電極保持具の端部との間の距離を最適化する必要があり、この距離は、好ましくは、電極保持具の直径の3倍程度とするとよい。

#### 【0035】

50

図3(2)では、保護装置12は、電極保持具ではなく、電極に近接して取り付けられている。このような取り付け位置は、図3(1)に比べて好ましくない。このような構成によっても、電極上のシリカ蒸気の凝結を最小化することはできるが、ノズルは、プラズマによる加熱により早期に損傷する。このように、少なくともプラズマによる加熱により損傷しやすい材料を使用している場合は、ノズルアレイは、電極に近付け過ぎない方がよい。

#### 【0036】

図3(3)では、保護装置12は電極保持具に取り付けられている。この構成例では、ノズルアレイと電極保持具の先端との距離は、電極の直径の5倍以上とされている。このような取り付け位置は、図3(1)に比べて好ましくない。この構成例では、ノズルは、シリカ蒸気の凝結が生じる領域から遠すぎ、したがって、凝結を防止するためには、保護ガスの量及び速度を調節しなくてはならない。

10

#### 【0037】

本発明によれば、保護ガス又は混合ガスを用いて、るつぼの白点欠陥の発生を大幅に低減させることができる。本発明に基づいて、複数のるつぼを製造した場合、白色欠陥による不良率を従来の製造方法に比べて低下させることができる。従来の不良率は7%程度であった。本発明により63個のるつぼを製造したところ、白色欠陥に起因する不良はほぼ2%より小さく抑えられた。

#### 【0038】

本発明の詳細な好適な実施の形態を用いて本発明を説明したが、本発明は、特許請求の範囲により定義されるものであり、上述の詳細な説明により限定的に解釈してはならない。本発明の思想及び範囲を逸脱することなく、上述の実施の形態を様々に変更することができる。

20

#### 【図面の簡単な説明】

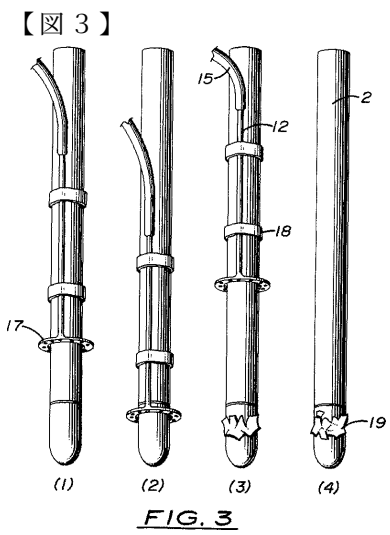
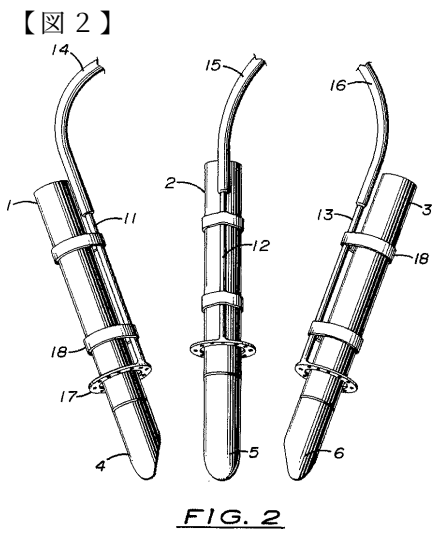
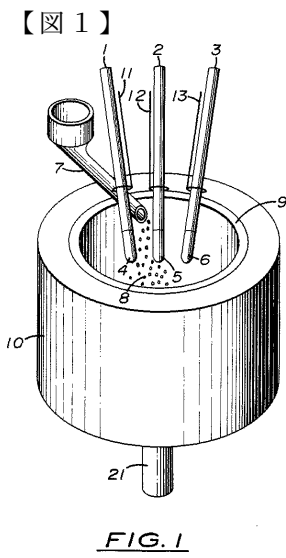
【図1】 本発明に基づき石英ガラスるつぼを製造するための工程及び装置の一部を説明する図である。

【図2】 本発明に基づき石英ガラスるつぼを製造するための工程及び装置の一部を説明する図である。

【図3】 本発明に基づき石英ガラスるつぼを製造するための工程及び装置の一部を説明する図である。

30





---

フロントページの続き

(72)発明者 クリストマン、マーク、エー  
アメリカ合衆国 ワシントン州 98607、ケーマス、エヌダブリュー パシフィック リム  
ブルバード 4600、ヘリーアス シンエツ アメリカ内

審査官 岡田 隆介

(56)参考文献 特開平09-286691 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C03B 20/00

WPI

JSTPlus(JDreamII)

JST7580(JDreamII)