

(19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁸ <i>C30B 15/12</i> (2006.01)	(45) 공고일자 2006년02월08일 (11) 등록번호 10-0550440 (24) 등록일자 2006년02월02일
---	--

(21) 출원번호	10-1999-0018459	(65) 공개번호	10-1999-0088478
(22) 출원일자	1999년05월21일	(43) 공개일자	1999년12월27일

(30) 우선권주장	1998-159880	1998년05월25일	일본(JP)
	1999-022628	1999년01월29일	일본(JP)

(73) 특허권자 신에쓰 세끼에이 가부시끼가이샤
 일본 160-0023 도쿄 신쥬꾸-구 니시신쥬꾸 1쥬메 22-2

(72) 발명자 사토다쓰히로
 일본국후쿠이켄다케후시키타고2-13-60신에쓰세끼에이가부시끼가이
 샤다케후공장내

미주노시게오
 일본국후쿠이켄다케후시키타고2-13-60신에쓰세끼에이가부시끼가이
 샤다케후공장내

오하마야수오
 일본국후쿠이켄다케후시키타고2-13-60신에쓰세끼에이가부시끼가이
 샤다케후공장내

(74) 대리인 서종완

심사관 : 한상수

(54) 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니 및 그의 제조방법

요약

결정 결함이 없는 실리콘단결정을 인상할 수 있음과 동시에 실리콘단결정의 단결정화율을 대단히 향상시킬 수 있는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니 및 그의 제조방법을 제공한다.

반투명 석영 유리층의 도가니 기체와, 그 도가니 기체의 내벽면에 형성된 투명 석영 유리층으로 된 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니에 있어서, 실리콘단결정 인상 후의 도가니 내면의 1mm 이내에 지름 0.5mm 이상의 기포 팽창이 존재하지 않도록 하였다.

대표도

도 1

색인어

실리콘단결정, 석영 유리 도가니

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명방법의 실시예에 사용되는 장치와 그 장치를 사용하는 석영 유리 도가니의 제조방법을 나타내는 개략 단면설명도이다.

도 2는 실시예 1에 의해서 제조된 석영 유리 도가니의 내면 부분의 단면형상을 나타내는 현미경 사진이다.

도 3은 실시예 1에 의해서 제조된 석영 유리 도가니를 사용하여 실리콘단결정을 인상한 후의 석영 유리 도가니의 내면부분의 단면형상을 나타내는 현미경 사진이다.

도 4는 비교예 1에 의해서 제조된 석영 유리 도가니의 내면부분의 단면형상을 나타내는 현미경 사진이다.

도 5는 비교예 1에 의해서 제조된 석영 유리 도가니를 사용하여 실리콘단결정을 인상한 후의 석영 유리 도가니의 내면부분의 단면형상을 나타내는 현미경 사진이다.

도 6은 본 발명방법의 실시예에 사용되는 장치의 다른 실시예의 형태를 나타내는 종단면설명도이다.

도 7은 도 6의 횡단면설명도이다.

도 8은 도 6의 요부를 나타내는 적시단면도이다.

* 도면에 사용된 부호의 간단한 설명

1: 회전형, 1a: 공극(cavity), 2: 회전축, 3: 기체(body), 4: 내층,
5: 아크방전장치, 6: 합성 석영 분말, 8: 고온 가스분위기, 9: 공급층,
10: 전원, 12: 석영도가니의 제조장치, 14: 공중형, 16: 가열수단,
18: 통기성부재, 20: 흡인통로, 51, 52: 탄소전극, 71: 뚜껑, 75: 슬릿개구,
91: 교반날개, 92: 계량 공급기, 93: 토출파이프

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 실리콘단결정의 인상에 효과적으로 사용되는 석영 유리 도가니 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

최근, 실리콘단결정의 낮은 결함, 대구경화에 따라, 이를 인상하기 위한 석영 유리 도가니는, 고순도화가 요구되고, 원료에 줄겔법에 의한 고순도의 합성 석영 유리 분말과 합성 내화물(cristobalite) 분말, 또는 고순도화된 천연 석영 분말이 사용되게 되었다.

그리고 이 원료를 회전형에 공급하여, 형의 내면을 따라 분체층을 형성하고, 내부에서 아크(arc)로 가열용융하여 분체층을 석영 유리 도가니로 제조한 후, 아크를 정지하고 형의 회전은 계속하면서 실온까지 냉각하는, 소위 아크회전용융법이 일반적으로 사용되고 있다. 이때 실리콘단결정의 단결정화율을 향상시키기 위해서, 석영 유리 도가니의 내표면층을, 될 수 있는 한 기포가 적은 층으로 할 필요가 있다.

그러나, 이와 같이 만들어진 석영 유리 도가니도, 감압하에 사용하는 동안, 투명층 내에 기포가 발생·성장하여, 내표면이 요철로 되어 단결정화율이 저하된다는 문제점이 있었다.

이 문제에 대하여, 본 출원인은, 수소를 도프(dope)하여 투명층의 미세기포의 팽창을 억제한 석영 유리 도가니 및 그의 제조방법을 제안하였다(일본 특개평 제5-124889호 공보). 그렇지만 이와 같이 제안된 제조방법은, 도가니가 대형이 되고 수소분위기 처리로가 대형으로 되어 비용이 높아지는 것과, 가연성가스때문에 폭발에 대한 안전대책이 필요하다고 하는 결점이 있다.

또한 본 출원인은, 아크 정지 후에 도가니의 내표면을 수소가스 함유 분위기로 냉각함으로써, 상기 방법의 결점을 해소한 석영 유리 도가니의 제조방법도 제안하였다(일본 특개평 제7-330358호 공보). 그러나, 이 방법에 있어서도 수소가스 함유 분위기로 처리하는 공정은 필수적이며, 그 만큼 장치도 복잡해지고, 공정도 또한 복잡해지는 것을 피할 수 없으므로 안정적인 방법이라고는 말할 수 없다.

본 발명자들은 실리콘단결정 인상 후의 석영 유리 도가니 내면의 미세기포의 거동에 관해서 연구를 더욱 진행시킨 바, 실리콘단결정을 인상할 때, 실리콘단결정 인상 공정에 사용하기 전의 석영 유리 도가니의 내면으로부터 깊이 1mm 이내로 실질적인 기포가 확인되지 않더라도, 실리콘단결정 인상 공정에 사용한 후에 석영 유리 도가니의 내면을 관찰하면, 투명층 중에 지름 0.5mm 이상의 기포가 확인되어, 이 경우, 실리콘의 단결정화율이 낮은 것을 발견하였다. 이것은 기포가 터지고, 석영 유리 파편이 부유하여 실리콘단결정에 도달하는 것이 원인이라고 추측되었다.

본 발명자들은 석영 유리 도가니의 투명층 중의 기포발생을 방지하기 위해서, 하기 방법에 관해서 검토하였다.

① 아크회전용융법에 있어서의 몇개의 용융가열조건을 종래 조건으로부터 변경시켜 석영 유리 도가니를 제조하고, 이 석영 유리 도가니를 사용하여 실리콘단결정을 인상하여 사용 후의 해당 석영 유리 도가니의 투명층을 조사한 바, 종래 방법에 의해서 제조한 석영 유리 도가니와 비교하여 투명층 중의 기포팽창이 감소한다고 하는 사실을 알게 되었다.

② 아크회전용융법에 있어서의 종래의 용융가열조건은 변경시키지 않고, 미리 가스함유량 또는 OH기 농도가 적은, 또는 입도가 미세한 석영원료 분말을 내면투명층 형성용으로 사용하여 석영 유리 도가니를 제조하고, 이 석영 유리 도가니를 사용하여 실리콘단결정을 인상하여 사용 후의 해당 석영 유리 도가니의 투명층을 조사한 바, 종래의 석영원료 분말을 사용하여 제조한 석영 유리 도가니와 비교하여 투명층 중의 기포팽창이 감소한다고 하는 사실도 알게 되었다.

상기 2개의 방법 ①②에 의해서 제조된 석영 유리 도가니의 내면투명층 중에 이미 존재하는 기포의 최대 지름과 그 총기포 단면적, 함유가스량은 감소되어, 실리콘단결정 인상 후의 투명층 중에 확인되는 기포의 최대 지름은 0.5mm 이하, 기포단면적은 40% 이하로 억제되므로, 실리콘단결정의 인상 안정성이 대폭 개선되는 것을 발견하여 본 발명을 완성한 것이다.

본 발명은, 결정결합이 없는 실리콘단결정을 인상하는 것이 가능함과 동시에 실리콘단결정의 단결정화율을 대단히 향상시킬 수 있는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니 및 그의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

상기 과제를 해결하기 위해서, 본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제1의 태양은, 반투명 석영 유리층의 도가니 기체(body)와, 이 도가니 기체의 내벽면에 형성된 투명석영 유리 층으로 된 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니이고, 실리콘단결정 인상 후의 도가니 내면의 1mm 이내에 지름 0.5 mm 이상의 기포팽창이 존재하지 않도록 한 것을 특징으로 한다. 또한 지름 0.3mm 이상의 기포팽창이 존재하지 않는 것이 더욱 바람직하다.

상기 도가니 내면의 1mm 이내의 기포단면적이 40% 이하인 것이 바람직하며, 20% 이하가 더욱 바람직하다.

본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제2의 태양은, 반투명 석영 유리층의 도가니 기체와, 이 도가니 기체의 내벽면에 형성된 투명석영 유리층으로 된 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니이고, 이 투명석영 유리층 중의 최대 기포 지름이 0.2mm 이하, 기포단면적이 20% 이하 및 가스함유량이 $1\mu\text{L/g}$ 이하인 것을 특징으로 한다. 이 투명층 중의 최대 기포 지름이 0.1mm 이하, 기포단면적이 10% 이하인 것이 더욱 바람직하다.

본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니는, 수소를 도프하지 않고 제조된다.

상기 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 도가니 지름이 22"~28"인 경우에는, 아크회전용융법에 있어서 형 내부에서 이산화규소 분말에 의해 기체를 형성하고, 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해 내층을 형성하는 방법을 사용하며, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $30\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 400~1000kw, 아크 중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크 중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하, 바람직하게는 300mm 이하, 이산화규소 분말의 입경이 $300\mu\text{m}$ 이하, 바람직하게는 $200\mu\text{m}$ 이하, 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건으로 제조된다.

상기 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 도가니 지름이 22"~28"인 경우에는, 아크회전용융법에 있어서 형 속에서 이산화규소 분말에 의해서 기체를 형성하고, 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 방법을 사용하고, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $10\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 200~400kw, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하, 바람직하게는 300mm 이하, 이산화규소 분말의 입경이 $300\mu\text{m}$ 이하, 바람직하게는 $200\mu\text{m}$ 이하, 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건으로 제조된다.

상기 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 도가니 지름이 30"~48"인 경우에는, 아크회전용융법에 있어서 형 속에서 이산화규소 분말에 의해서 기체를 형성하고, 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 방법을 사용하고, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $30\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 600~2000kw, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 1500mm 이하, 바람직하게는 500mm 이하, 이산화규소 분말의 입경이 $300\mu\text{m}$ 이하, 바람직하게는 $200\mu\text{m}$ 이하, 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건으로 제조된다.

본 발명의 도가니 지름 22"~28"의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법의 제1의 태양은, 아크회전용융법에 있어서 형 속에서 이산화규소 분말에 의해서 기체를 형성하고, 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 방법을 사용하며, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $30\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 400~1000kw, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800 mm 이하, 바람직하게는 300 mm 이하, 산화규소분말의 입경이 $300\mu\text{m}$ 이하, 바람직하게는 $200\mu\text{m}$ 이하, 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건인 것을 특징으로 한다.

본 발명의 도가니 지름 22"~28"의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법의 제2의 태양은, 아크회전용융법에 있어서 형 속에서 이산화규소 분말에 의해서 기체를 형성하고, 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 방법을 사용하며, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $10\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 200~400kw, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하, 바람직하게는 300mm 이하, 이산화규소 분말의 입경이 $300\mu\text{m}$ 이하, 바람직하게는 $200\mu\text{m}$ 이하, 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건인 것을 특징으로 한다.

본 발명의 도가니 지름 30"~48"의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법은, 아크회전용융법에 있어서 형 속에서 이산화규소 분말에 의해서 기체를 형성하고 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 방법을 사용하며, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $30\mu\text{L/g}$ 이하, 바람직하게는 $20\mu\text{L/g}$ 이하, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하, 바람직하게는 60ppm 이하, 용융가열전력이 600~2000kw, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어

뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm, 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 1500mm 이하, 바람직하게는 500mm 이하, 이산화규소 분말의 입경이 300 μ m 이하, 바람직하게는 200 μ m 이하 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 200 g/min 이하, 바람직하게는 100g/min 이하의 조건인 것을 특징으로 한다.

상기 이산화규소 분말의 가스함유량의 하한치로서는 1 μ l/g일 수 있다. 또한 상기 이산화규소 분말의 입경의 하한치는 10 μ m이 바람직하다. 게다가 상기 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도의 하한치로서는 30g/min이 바람직하다.

본 발명에 사용되는 이산화규소 분말로서는, 합성석영 유리 분말 또는 천연석영 유리 분말의 어느 것이나 사용할 수 있지만, 합성석영 유리 분말이 보다 바람직하게 사용된다.

본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조에 대해서는, 상기 형의 내부 분체층을 상압상태로 하면 좋지만, 분체층을 외면(즉, 형 내부)보다 감압시켜 실시할 수도 있다. 감압의 경우에는 10~700mmHg 정도가 바람직하다.

또한 본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리에 사용되는 석영 유리 분말 중의 CO, CO₂ 등의 탄소를 포함하는 가스비율은 10% 이하가 바람직하다.

이하, 본 발명의 실시형태를 첨부 도면에 따라서 설명한다. 도 1은 본 발명방법의 실시에 사용되는 장치와 그 장치를 사용하는 석영 유리 도가니 제조방법을 나타내는 단면설명도이다.

도 1에 있어서, 회전형 1은 회전축 2를 구비한다. 형 1에는 공동(cavity) 1a가 형성되어, 이 공동 1a 내에 이산화규소 분말, 예를 들면 천연 석영 분말로부터 형성되는 반투명 석영 유리, 즉 바깥층을 구성하는 석영 유리 도가니의 기체 3이 배치되어 있다.

이 기체 3은 이산화규소 분말을 회전하는 형 1의 내부에 투입되고, 그 형 1의 내벽을 따라 형성되어 필요한 도가니 형상의 전성형체로 하고, 이 전성형체를 내면으로부터 가열하여 이산화규소 분말을 용융시킨 후, 냉각시켜 제조된다.

내면으로부터의 가열을 위해, 도 1에 나타난 바와 같이 전원 10에 접속된 탄소전극 51, 52을 갖춘 아크 방전장치 5를 사용할 수 있다. 아크 방전장치 5 대신에 플라즈마 방전장치를 사용해도 좋다. 이 기체 3의 제조에 관해서는, 일본 특공평 제4-22861호 공보에 상세한 기재가 있다.

도 1에 나타난 장치는, 내층 4를 형성하기 위해서, 형 1의 윗쪽에 합성 석영분말 6을 수용하는 석영 분말 공급조를 구비한다. 이 공급조 9에는 계량 공급기(feeder) 92가 마련된 토출파이프 93에 연결되어 있다. 공급조 9 내에는 교반 날개 91이 배치된다. 형1의 상부는 슬릿개구 75를 남기고 뚜껑 71에 의해 덮힌다. 또한 내층 4의 형성에는 합성 석영 분말 또는 천연 석영 분말의 어느 것을 사용하더라도 좋지만, 도시 예에서는 합성 석영 분말 6을 사용한 예를 나타내고 있다.

기체 3이 형성된 후, 또는 기체 3의 형성 도중에서, 아크 방전장치 5의 탄소전극 51, 52으로부터의 방전에 의한 가열을 계속하면서, 합성 석영 분말 6 공급을 위한 계량공급기 92를 조정된 개도로 열고, 토출파이프 93으로부터 합성 석영 분말을 기체 3의 내부에 공급한다. 아크 방전장치 5의 작동에 의해, 기체 3 내에는 고온 가스분위기 8이 형성되어 있다. 따라서 합성석영분말은 이 고온 가스분위기 8중에 공급되는 것이 된다.

또한 고온 가스분위기라는 것은 탄소전극 51, 52을 사용한 아크방전에 의해 그 주위에 형성된 분위기를 가리키고, 석영 유리를 녹이기에 충분한 온도, 즉 이천수백도의 고온으로 되어 있다.

고온 가스분위기 8중에 공급된 합성 석영 분말은, 고온 가스분위기 8 내의 열에 의해 적어도 일부가 용융되고, 동시에 기체 3의 내벽면을 향해서 비산시켜지고, 그 기체 3의 내벽면에 부착되어, 기체 3과 일체융합적으로 기체 3의 내면에 실질적으로 기포가 없는 석영 유리층 즉 내층 4를 형성한다. 이 내층 4의 형성방법에 관해서는, 상술한 일본 특공평 제4-22861호 공보에 상세한 기재가 있다.

이하에 본 발명의 다른 실시 형태를 첨부 도면 중, 도 6~도 8에 기초하여 설명한다. 도 6은 본 발명방법의 실시에 사용되는 석영 도가니의 제조장치의 한 예를 나타내는 종단면도이고, 도 7은 위와 같은 횡단면도이며, 도 8은 도 6의 요부를 나타내는 적시단면도이다. 이 실시 형태에 관해서는 일본 특개평 제10-25184호 공보에 상세한 기재가 있다.

도면 중, 12는 석영 도가니의 제조장치로, 수평 회전 자재인 공중형 14를 갖고 있다. 이 공중형 14는 흑연 또는 그래파이트 등의 탄소질 재료에 의해서 형성된다. 이 공중형 14는 도면에 나타내지 않은 회전구동수단에 의해서 수평회전하게 된다. 이 공중형 14의 외주는 진공펌프 등의 감압 흡인수단 P에 연결되어, 그 외주가 감압 흡인되도록 이루어져 있다. 16은 이 공중형 14의 내면을 가열하기 위한 가열수단, 예를 들면 아크방전수단이다.

18은 통기성부재로, 그 공중형 14의 내면에 임하도록 설치되어 있다. 이 통기성부재 18은 상기 공중형 14의 내면에 균일하게 다수 설치되는 것이다. 이 통기성부재 18의 설치방법으로서는, 각각의 통기성부재 18의 흡인범위가 겹치지 않도록 설치하는 것이 효율적이고, 격자 형상의 교점에 통기성부재 18을 배치하면 좋지만, 흡인 효율의 관점에서는 지그재그 형상으로 통기성부재 18을 배치하는 것이 바람직하다.

이 통기성부재 18은 흑연 또는 그래파이트 등의 통기성 탄소질 재료로 이루어져 있다. 20은 공중형 14의 벽체 14a의 내부에 구멍을 뚫어 설치된 흡인통로이다. 그 흡인통로 20의 한쪽 말단은 그 통풍성부재 18에 연결되고, 기타 말단은 그공중형 14의 외주면과 연결하여 통해 있다.

B는 상기 공중형 14의 외주면에 설치된 지지 틀로, 그 지지 틀 B의 내부 바닥면에 배치된 패킹 부재 C를 매개로 그 공중형 14를 지지하는 것이다.

상기 제조장치를 사용하여 석영 도가니를 제조하는 경우 우선 상기 공중형 14를 회전시키면서 원료 석영 분말체를 그 공중형 14의 내주면에 투입한다. 그 석영 분말체는, 회전하는 공중형 14의 원심력의 작용에 의해, 그 공중형 14의 내주면에 눌러서 부착되고, 그 내주면을 따라 퇴적하여, 석영 분체층 A가 형성된다.

다음으로 아크방전수단 등의 가열수단 16에 의해, 그 석영 분체층 A를 그 내주면측에서 가열용융한다. 이 가열용융과 동시에, 그 공중형 14의 외면, 도시의 예에서는 바닥부 외면을 진공펌프 등의 감압흡인수단 P에 의해서 감압흡인하여, 그 석영 분체층 A 내의 내부가스를 상기 통기성부재 18및 흡인통로 20을 매개로 흡인배기한다.

상기 가열용융에 의해, 석영 분체층 A는 그 내주면에서 바깥 표면 부근까지 점차로 용융하여, 도가니 형상으로 소결한다.

도 6~도 8에 나타난 예에 있어서는, 다수의 통기성부재 18로서는, 소원관상 부재를 다수 독립적으로 설치한 경우를 나타냈지만, 직사각형상 부재, 정방형 부재, 삼각형상 부재 등을 사용할 수 있는 것 외에, 그 공중형 14의 내주면을 일주하는 고리형상 또는 링형상 부재를 다수 설치하는 것도 가능하다.

이하에, 실시예를 들어 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 이들 실시예는 예시적으로 나타내는 것으로, 한정적으로 해석될 수 없다는 것은 당연하다.

실시예 1

도 1에 나타난 장치를 사용하여 다음 순서로 지름 22"의 석영 유리 도가니를 제조했다. 분말 지름이 50 μ m에서 500 μ m인 천연 석영 유리 분말을 100rpm으로 회전시키고, 내경 560mm의 성형형(회전형)중에 30mm의 균일한 두께로 퇴적시키고, 아크방전에 의해 내부에서 가열용융시키는 동시에, 윗 방향으로부터 분말 지름이 50 μ m에서 300 μ m인 OH 농도가 100 ppm에서, 0~1000도까지의 승온가열 가스분석에 의해서 확인되는 함유가스량이 30 μ l/g인 합성 석영 유리 분말을, 아크발생의 중심점에서 수평거리로 100mm의 위치로부터, 100g/min의 비율로 연속공급하면서, 아크점 높이 위치는, 용융형성되는 도가니 바닥 내면으로부터 500mm의 높이로 유지하여, 그 성형형 중앙위치로부터 측면방향으로 수평이동시키면서, 아크 열량을 직류 2000A, 250V에서 500kw의 순간 열량으로 공급하면서, 투명 유리층을 전 내면 영역에 걸쳐 1~3mm의 두께로 형성했다.

석영 유리 도가니 형성 후의 내면 1mm까지의 투명층 중의 함유가스를 0~1000도까지의 승온가열분석으로 측정한 바, 1 μ l/g 이하였다. 또한 이 석영 유리 도가니의 내면 1mm 이내의 최대 기포 지름은 0.2mm 이하이고, 기포 단면적은 10% 이하였다. 그 제조된 석영 유리 도가니의 아르(are)부를 두께 1mm로 자른 단면 형상의 현미경 사진을 도 2에 나타낸다.

이 석영 유리 도가니에 폴리실리콘을 충전하고 용해하여, 실리콘단결정의 인상을, 감압도 20mmmb에서, 100시간 행한 바, 실리콘단결정은 결정결합을 발생시키지 않고 인상되었다. 사용 후의 석영 유리 도가니 내면의 투명층을 관찰한 바, 깊이 1mm까지는, 0.5 mm 이상의 기포가 없고, 기포단면적은 40% 이하였다. 해당 사용 후의 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm로 자른 단면형상의 현미경 사진을 도 3에 나타낸다.

실시예 2

도 1에 나타난 장치를 사용하여 다음 순서로 지름 22"의 석영 유리 도가니를 제조했다. 분말 지름이 50 μ m에서 500 μ m인 천연석영 유리 분말을 100rpm으로 회전시켜, 내경 560mm의 성형형(회전형)중에 30mm의 균일한 두께로 퇴적시키고, 아크 방전에 의해 내부에서 가열용융시키는 동시에, 윗 방향으로부터 분말 지름이 50 μ m에서 300 μ m인 OH농도가 5ppm에서, 0~1000도까지의 승온가열 가스분석에 의해서 확인되는 함유가스량이 5 μ l/g, 또한 CO, CO₂, CH₄의 가스 용량 %는 합쳐서 2%이다. 합성 석영 유리 분말을 아크발생의 중심점에서 수평거리로 100mm의 위치로부터, 100g/min의 비율로 연속 공급하면서, 아크점 높이 위치는 용융형성되는 도가니 바닥 내면으로부터 500mm의 높이로 유지하고, 그 성형형 중앙위치로부터 측면방향으로 수평이동시키면서, 아크열량을 직류 1500A, 200V에서 300kw의 순간 열량으로 공급하면서, 투명 유리층을 전 내면 영역에 걸쳐 1~3mm의 두께로 형성했다.

석영 유리 도가니 형성 후의 내면 1mm까지의 투명층 중의 함유가스를 0~1000도까지의 승온가열분석으로 측정한 바 1 μ l/g 이하였다. 또한 최대 기포 지름은 0.2mm 이하이고, 기포단면적은 10% 이하였다. 또한 이 기포 중의 CO, CO₂, CH₄의 가스의 용량%는 합쳐서 2%였다. 해당 제조된 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm로 자른 단면형상은 도 2와 같다.

이 석영 유리 도가니에 폴리실리콘을 충전하고 용해하여, 실리콘단결정의 인상을 감압도 20mm에서, 100시간 행한 바, 실리콘단결정은 결정결합을 발생하지 않고 인상되었다. 사용 후 도가니 내면의 투명층을 관찰한 바, 깊이 1mm까지는, 0.5mm 이상의 기포가 없고, 기포단면적은 40% 이하였다. 해당 사용 후의 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm으로 한 단면형상은 도 3과 같다.

실시예 3

도 1에 나타난 장치를 사용하여 다음 순서로 지름 30"의 석영 유리 도가니를 제조했다. 분말 지름이 50 μ m에서 500 μ m인 천연 석영 유리 분말을 100rpm으로 회전시켜, 내경 780mm의 성형형(회전형)중에 35mm의 균일한 두께로 퇴적시켜, 아크 방전에 의해 내부에서 가열용융시키는 동시에, 윗 방향으로부터 분말 지름이 50 μ m에서 300 μ m인 OH농도가 100ppm에서, 0~1000도까지의 승온가열 가스분석에 의해서 확인되는 함유가스량이 30 μ l/g인 합성석영 유리 분말을 아크발생의 중심점에서 수평거리로 100mm의 위치로부터, 100g/min의 비율로 연속공급하면서, 아크점 높이 위치는 용융형성되는 도가니 바닥 내면으로부터 500mm의 높이로 유지하여, 그 성형형 중앙위치로부터 측면방향으로 수평이동시키면서, 아크열량을 직류 3000A, 250V에서 750kw의 순간열량으로 공급하면서, 투명 유리층을 전 내면 영역에 걸쳐 1~3mm의 두께로 형성했다.

석영 유리 도가니 형성 후의 내면 1mm까지의 투명층 중의 함유가스를 0~1000도까지의 승온가열분석으로 측정한 바, 1 μ l/g 이하였다. 또한 최대 기포 지름은 0.2mm 이하이고, 기포 단면적은 10% 이하였다. 해당 제조된 석영 유리 도가니의 알루미늄부를 두께 1mm로 자른 단면형상은 도 2와 같다.

이 석영 유리 도가니에 폴리실리콘을 충전하고 용해하여, 실리콘단결정의 인상을 감압도 20mm에서, 100시간 행한 바, 실리콘단결정은 결정결합을 발생시키지 않고 인상되었다. 사용 후의 도가니 내면의 투명층을 관찰한 바, 깊이 1mm까지는, 0.5mm 이상의 기포가 없고, 기포단면적은 40% 이하였다. 해당 사용 후의 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm로 자른 단면형상은 도 3과 같다.

비교예 1

도 1에 나타난 장치를 사용하여 다음 순서로 지름 22"의 석영 유리 도가니를 제조했다. 분말 지름이 50 μ m에서 500 μ m인 천연 석영 유리 분말을 100rpm으로 회전하는, 내경 560mm의 성형형(회전형)중에 30mm의 균일한 두께로 퇴적시키고, 아크방전에 의해 내부에서 가열용융시키는 동시에, 윗 방향으로부터 분말 지름이 50 μ m에서 300 μ m인 OH농도가 100ppm에서, 0~1000도까지의 승온가열 가스분석에 의해서 확인되는 함유가스량이 30 μ l/g, 또한 CO, CO₂, CH₄의 가스의 용량 %는 합쳐서 25%이다. 합성석영 유리 분말을, 아크발생의 중심점에서 수평거리로 100mm의 위치로부터, 100g/min의 비율로 연속공급하면서, 아크점 높이 위치는, 용융형성되는 도가니 바닥 내면으로부터 500mm의 높이로 유지하고, 그 성형형 중앙위치로부터 측면방향으로 수평이동시키면서 아크열량을 직류 1500A, 200V에서 300kw의 순간열량으로 공급하면서 투명 유리층을 전 내면 영역에 걸쳐 1~3 mm의 두께로 형성했다.

석영 유리 도가니 형성 후의 내면 1mm까지의 투명층 중의 함유가스를 0~1000도까지의 승온가열분석으로 측정한 바, 3 $\mu\text{l/g}$ 이하였다. 또한 최대 기포 지름은 0.3 mm이고, 기포 단면적은 20% 이하였다. 또한 이때의 기포중의 가스분석의 결과, CO, CO₂, CH₄의 합친 가스 용량%은 25%였다. 해당 제조된 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm로 자른 단면형상의 현미경 사진을 도 4에 나타낸다.

이 석영 유리 도가니에 폴리실리콘을 충전하고 용해하여, 실리콘단결정의 인상을, 감압도 20mm에서, 100시간 행한 바, 실리콘단결정은 인상 도중에 흐트러졌다. 사용 후의 도가니 내면의 투명층을 관찰한 바, 깊이 0.5mm까지의 범위에, 0.8 mm의 기포가 다수발생하고, 그 중에는 내표면까지 기포 계면이 도달하여 파열되어 있는 것도 있었다. 기포 단면적은 60%였다. 해당 사용 후의 석영 유리 도가니의 아르부를 두께 1mm로 자른 단면형상의 현미경 사진을 도 5에 나타낸다.

실시에 1~3의 결과에서 알 수 있는 바와 같이, 실리콘단결정 인상 후의 석영 유리 도가니 내면의 1mm 이내에 지름 0.5 mm 이상의 기포 팽창이 존재하지 않는 경우에는 실리콘단결정은, 결정결합을 발생시키지 않고, 인상할 수 있지만 비교예 1에 나타내어진 바와 같이, 석영 유리 도가니 내면의 1mm 이내에 지름 0.5 mm 이상의 기포 팽창이 존재하면 실리콘단결정은 인상 도중에서 흐트러져 버리는 것이 밝혀졌다.

또한 상기 경우에는, 석영 유리 도가니 내면 1mm 이내의 기포 단면적이 40% 이하이면, 실리콘단결정은 결함을 발생시키지 않고 인상될 수 있지만(실시에 1~3), 석영 유리 도가니 내면의 1mm 이내의 기포 단면적이 40%를 넘으면(비교예 1에서는 60%), 실리콘단결정은 인상 도중에 흐트러져 버리는 것이 밝혀졌다.

게다가 실시예 1~3에 나타난 바와 같이, 형성된 석영 유리 도가니의 내면 1mm까지의 투명층중의 함유가스량은 1 $\mu\text{l/g}$ 이하, 최대 기포지름은 0.2mm 이하, 기포 단면적은 20%이하이면, 실리콘단결정 인상 후의 석영 유리 도가니 내면 1mm 이내에 지름 0.5mm 이상의 기포 팽창이 존재하지 않고, 또한 기포단면적이 40% 이하가 되도록 할 수 있지만, 비교예 1에 나타난 바와 같이 상기 조건을 벗어난 경우(비교예 1에서는 가스함유량이 3 $\mu\text{l/g}$ 이하 및 최대 기포 지름은 0.3mm)에는, 실리콘단결정 인상 후의 석영 유리 도가니 내면 1mm 이내에 지름 0.5mm 이상의 기포팽창이 존재하여, 기포단면적도 40%를 넘어서 버리는 것을 알았다.

실시에 1에 나타난 바와 같이 아크회전용융법을 사용하고, 합성석영 유리 분말의 가스함유량이 30 $\mu\text{l/g}$ 이하(실시에 1에서는 30 $\mu\text{l/g}$), 합성석영 유리 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하(실시에 1에서는 100ppm), 용융가열전력이 400~1000kw(실시에 1에서는 500kw), 아크중심점에서 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm(실시에 1에서는 100mm), 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하(실시에 1에서는 500mm), 합성석영 유리 분말의 입경이 300 μm 이하(실시에 1에서는 50 μm ~300 μm) 및 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하(실시에 1에서는 100g/min)의 조건으로 지름 22"의 석영 유리 도가니를 제조하면, 본 발명의 소정의 성능을 갖는 석영 유리 도가니를 얻을 수 있다.

또한, 실시예 2에 나타난 바와 같이, 아크회전용융법을 사용하고, 합성석영 유리 분말의 가스함유량이 3~20 $\mu\text{l/g}$ (실시에 2에서는 3 $\mu\text{l/g}$), 합성석영 유리 분말의 OH기 함유농도가 200ppm 이하(실시에 2에서는 5ppm), 용융가열전력이 200~400kw (실시에 2에서는 300 kw), 아크중심점에서 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm(실시에 2에서는 100mm), 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하(실시에 2에서는 500mm), 합성석영 유리 분말의 입경이 300 μm 이하(실시에 2에서는 50 μm ~300 μm) 및 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하(실시에 2에서는 100g/min)의 조건으로 지름 22"의 석영 유리 도가니를 제조하면, 본 발명의 소정의 성능을 갖는 석영 유리 도가니를 얻을 수 있다.

또한 실시예 3에 나타난 바와 같이, 아크회전용융법을 사용하고, 합성석영 유리 분말의 가스함유량이 30 $\mu\text{l/g}$ 이하(실시에 3에서는 30 $\mu\text{l/g}$), 합성석영 유리 분말의 OH기 함유농도가 300ppm 이하(실시에 2에서는 100ppm), 용융가열전력이 600~2000kw(실시에 3에서는 750kw), 아크중심점에서 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 50~300mm(실시에 3에서는 100mm), 아크중심점에서 퇴적분말 바닥 내면까지의 거리가 800mm 이하(실시에 2에서는 500mm), 합성석영 유리 분말의 입경이 300 μm 이하(실시에 2에서는 50 μm ~300 μm) 및 합성석영 유리 분말의 떨어뜨림 속도가 200g/min 이하(실시에 2에서는 100g/min)의 조건으로 지름 30"의 석영 유리 도가니를 제조하면, 본 발명의 소정의 성능을 갖는 석영 유리 도가니를 얻을 수 있다.

상기 실시예 1~3에 있어서는, 도 1에 나타난 장치를 사용하고, 형의 내부는 상압상태로 하여 석영 유리 도가니를 제조한 예를 제시했지만, 형의 내부를 도 6~도 8에 나타난 장치를 사용하여 감압상태로써 제조하는 것도 가능하다. 형의 내부를 500mmHg로 한 것 이외에는, 실시예 1~3과 같은 조건으로 실험을 한 바, 실시예 1~3과 같은 결과를 얻을 수 있었다.

또한 실시예 1~3에 있어서는, 내층을 형성하는 석영 유리 분말로서는, 합성석영 유리 분말을 사용한 경우를 나타냈지만, 합성석영 유리 분말 대신에 천연석영 유리 분말을 사용하더라도 같은 결과가 얻어지는 것도 확인했다.

발명의 효과

이상 언급한 바와 같이, 본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니는, 실리콘단결정을 인상할 때 결정결함이 발생하지 않고, 실리콘단결정의 단결정화율을 지극히 향상시킬 수 있다고 하는 큰 효과를 나타낸다.

또한 본 발명의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법에 의하면, 본 발명이 뛰어난 작용을 갖는 석영 유리 도가니를 복잡한 공정의 필요 없이, 안정하게 제조할 수 있다고 하는 효과를 갖는다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

반투명석영 유리층의 도가니 기체와, 그 도가니 기체의 내벽면에 형성된 투명 석영 유리층으로 된 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니로서, 실리콘단결정 인상 후의 도가니 내면의 표면으로부터 1mm까지의 영역에 지름 0.5 mm 이상의 팽창한 기포가 존재하지 않도록 한 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니.

청구항 2.

제1항에 있어서, 실리콘단결정 인상 후의 도가니 내면의 표면으로부터 1mm까지의 영역의 기포단면적이 0~40%인 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니.

청구항 3.

반투명 석영 유리층의 도가니 기체와, 그 도가니 기체의 내벽면에 형성된 투명 석영 유리층으로 된 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니로서, 그 투명 석영 유리층 중의 기포 지름이 0~0.2mm, 기포단면적이 0~20% 및 가스함유량이 0~1 μ l/g인 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니.

청구항 4.

제1항에 있어서, 수소를 도프하지 않고 제조되는 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니.

청구항 5.

삭제

청구항 6.

삭제

청구항 7.

삭제

청구항 8.

삭제

청구항 9.

삭제

청구항 10.

삭제

청구항 11.

아크회전용융법에 있어서, 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형 속에서 이산화규소 분말에 의해 기체를 형성하고 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해서 내층을 형성하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법으로서, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $1\sim 30\mu\text{l/g}$, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 $0\sim 300\text{ppm}$, 용융가열전력이 $400\sim 1000\text{kW}$, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 $50\sim 300\text{mm}$, 아크중심점에서 퇴적 분말 바닥 내면까지의 거리가 $0\sim 800\text{mm}$, 이산화규소 분말의 입경이 $10\sim 300\mu\text{m}$ 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 $30\sim 200\text{g/min}$ 의 조건인 것을 특징으로 하는 도가니 지름 $22''\sim 28''$ 의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

청구항 12.

아크회전용융법에 있어서, 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형 속에서 이산화규소 분말에 의해 기체를 형성하고 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해 내층을 형성하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법으로서, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $1\sim 20\mu\text{l/g}$, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 $0\sim 300\text{ppm}$, 용융가열전력이 $200\sim 400\text{kW}$, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 $50\sim 300\text{mm}$, 아크중심점에서 퇴적 분말 바닥 내면까지의 거리가 $0\sim 800\text{mm}$, 이산화규소 분말의 입경이 $10\sim 300\mu\text{m}$ 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 $30\sim 200\text{g/min}$ 의 조건인 것을 특징으로 하는 도가니 지름 $22''\sim 28''$ 의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

청구항 13.

아크회전용융법에 있어서, 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형 속에서 이산화규소 분말에 의해 기체를 형성하고 또한 그 기체의 내면에 이산화규소 분말에 의해 내층을 형성하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법으로서, 이산화규소 분말의 가스함유량이 $1\sim 30\mu\text{l/g}$, 이산화규소 분말의 OH기 함유농도가 $0\sim 300\text{ppm}$, 용융가열전력이 $600\sim 2000\text{kW}$, 아크중심점에서 이산화규소 분말의 떨어뜨림 위치까지의 수평거리가 $50\sim 300\text{mm}$, 아크중심점에서 퇴적 분말 바닥 내면까지의 거리가 $0\sim 1500\text{mm}$, 이산화규소 분말의 입경이 $10\sim 300\mu\text{m}$ 및 이산화규소 분말의 떨어뜨림 속도가 $30\sim 200\text{g/min}$ 의 조건인 것을 특징으로 하는 도가니 지름 $30''\sim 48''$ 의 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

청구항 14.

제11항에 있어서, 상기 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형의 내부 분체층을 형 내면보다 감압시켜서 감압상태로 하는 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

청구항 15.

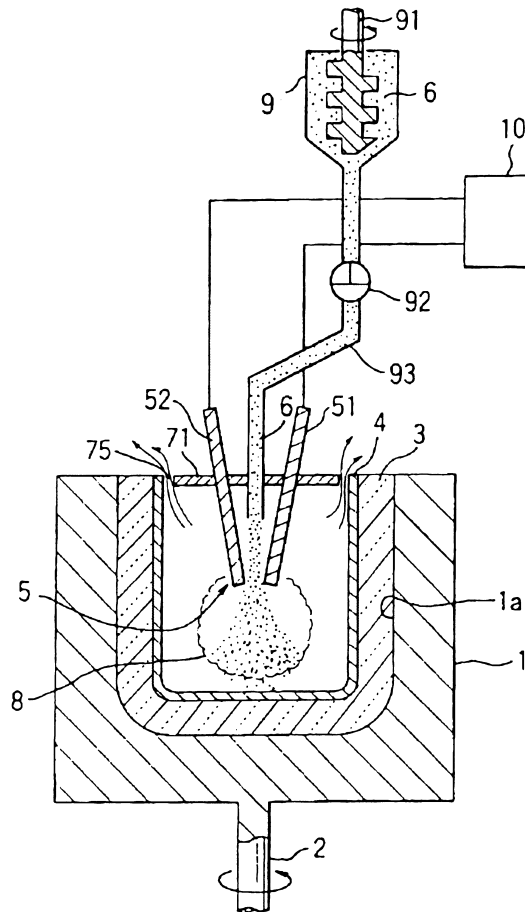
제12항에 있어서, 상기 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형의 내부 분체층을 형 내면보다 감압시켜서 감압상태로 하는 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

청구항 16.

제13항에 있어서, 상기 석영 유리 도가니를 제조하기 위한 형의 내부 분체층을 형 내면보다 감압시켜서 감압상태로 하는 것을 특징으로 하는 실리콘단결정 인상용 석영 유리 도가니의 제조방법.

도면

도면1



도면2



도면3



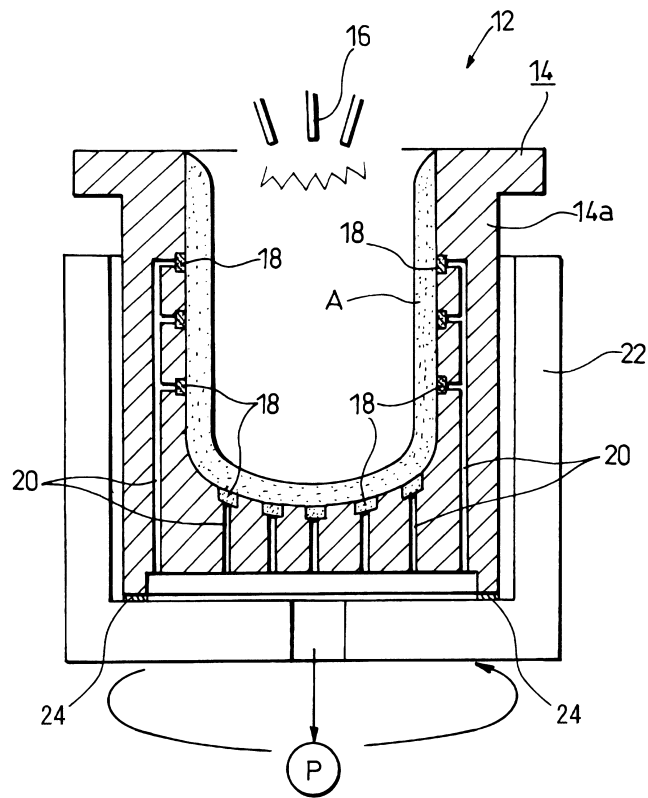
도면4



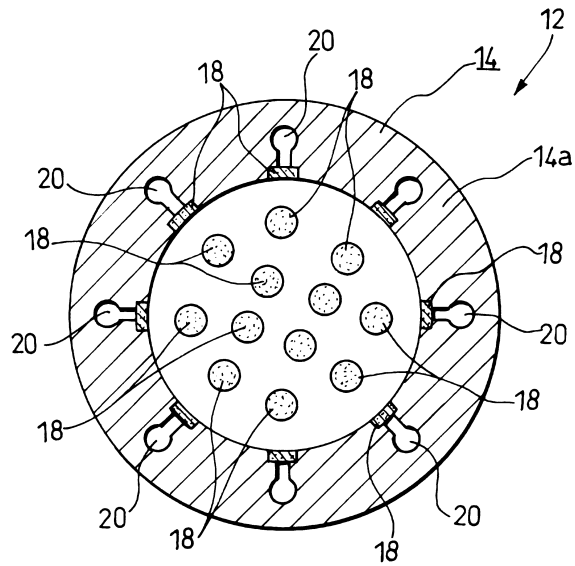
도면5



도면6



도면7



도면8

