

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4686509号
(P4686509)

(45) 発行日 平成23年5月25日(2011.5.25)

(24) 登録日 平成23年2月18日(2011.2.18)

(51) Int.Cl.

F I

C 3 O B 15/10 (2006.01)

C 3 O B 15/10

C O 4 B 35/83 (2006.01)

C O 4 B 35/52

E

C 3 O B 29/06 (2006.01)

C 3 O B 29/06

5 O 2 B

請求項の数 6 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2007-190416 (P2007-190416)
 (22) 出願日 平成19年7月23日(2007.7.23)
 (62) 分割の表示 特願平9-171365の分割
 原出願日 平成9年6月27日(1997.6.27)
 (65) 公開番号 特開2007-314421 (P2007-314421A)
 (43) 公開日 平成19年12月6日(2007.12.6)
 審査請求日 平成19年7月23日(2007.7.23)
 (31) 優先権主張番号 特願平8-188160
 (32) 優先日 平成8年6月27日(1996.6.27)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)
 (31) 優先権主張番号 特願平8-280138
 (32) 優先日 平成8年9月30日(1996.9.30)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 000222842
 東洋炭素株式会社
 大阪府大阪市西淀川区竹島5丁目7番12号
 (74) 代理人 100089196
 弁理士 梶 良之
 (74) 代理人 100104226
 弁理士 須原 誠
 (72) 発明者 山地 雅俊
 香川県観音寺市大野原町中姫2181-2
 東洋炭素株式会社内
 (72) 発明者 長岡 勝秀
 香川県観音寺市大野原町中姫2181-2
 東洋炭素株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶引き上げ用ルツボ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成された単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃え、前記底部に掛けられ前記胴部に至るように巻きかけた第1強化層と、前記炭素繊維のシートの複数を、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃え、前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層とを備え、

前記第1強化層と前記第2強化層と前記第3強化層の組み合わせが、複数组重ねられる単結晶引き上げ用ルツボ。

【請求項 2】

前記第1強化層は前記底部の中心を覆って設けられ、前記底部は孔無しの一で形成された請求項1に記載の単結晶引き上げ用ルツボ。

【請求項 3】

前記胴部と前記底部の最内層は、炭素繊維クロスの張りつけにより形成されている請求項1に記載の単結晶引き上げ用ルツボ。

【請求項 4】

前記炭素繊維強化炭素複合材の表面には、熱分解炭素が含浸されるとともに被覆されている請求項1に記載の単結晶引き上げ用ルツボ。

【請求項 5】

シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成さ

れた単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃えて前記底部に掛けられた第1強化層と、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に炭素繊維シートを周方向に沿って環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃えて前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層との多層構造を備え、

前記底部が孔無しの一休であるとともに、

前記第1強化層と前記第2強化層と前記第3強化層の組み合わせが、複数組重ねられてなることを特徴とする単結晶引き上げ用ルツボ。

【請求項6】

シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成された単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃えて前記底部に掛けられた第1強化層と、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に炭素繊維シートを周方向に沿って環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃えて前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層との多層構造を備え、

前記炭素繊維強化炭素複合材の表面には、熱分解炭素が含浸されるとともに被覆され、

前記第1強化層と前記第2強化層と前記第3強化層の組み合わせが、複数組重ねられてなることを特徴とする単結晶引き上げ用ルツボ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコン、ガリウム又はこれらの化合物の単結晶引き上げ装置に用いられるルツボに関わる。特に、炭素繊維強化炭素複合材製のルツボに関する。

【背景技術】

【0002】

本発明はチョクラルスキー法(CZ法)による半導体単結晶引き上げ装置等に用いられる単結晶引き上げ用ルツボに関する。CZ法によるシリコン単結晶の製造には、従来より、シリコンをその内部で溶融するための石英ルツボと、これを収容して外部から支持するための炭素製のルツボが用いられている。石英ルツボは使用中にシリコンの溶融熱を受けて軟化し、その外表面がルツボ内面に密着した状態となる。この状態のまま冷却すると、石英ルツボより熱膨張係数が大きな炭素製のルツボには大きな応力が発生する。

【0003】

そこで、このような応力に耐える機械的強度を有し、比較的石英ルツボに近い熱膨張係数を有し、大型化に対応しやすい炭素繊維強化炭素複合材(Carbon Fiber Reinforced Carbon Composite)或いはC/C複合材(C/C Composite)で単結晶引き上げ用ルツボを製造することが提案されている。下記文献は、胴部と底部からなるルツボのうち、胴部のみ又はその全体をC/C複合材で製造することを提案している。その製造方法としては、フィラメントワインディング法を用い、マトリックス前駆体が含浸された炭素繊維をヘリカル状にルツボ状のマンドレルに巻き付けて成形することを提案している。

【0004】

【特許文献1】実公平3-43250号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、ボウル状に湾曲した底部に滑りが生じないように、ヘリカル状に炭素繊維を巻き付けることは困難であるという問題があった。そのため、底部の巻き付けが不十分になって十分な強度を有する底部を形成することができなかった。

【0006】

また、経験的に最も応力が集中するのは、胴部から底部に至る部分であり、全体をフィラメントワインディング法によるC/C複合材で製造することの困難性に鑑み、胴部と底部の境界部分だけをC/C複合材で製造することも提案されている。しかし、この場合の製造方法も、フィラメントワインディング法を用い、マトリックス前駆体が含浸された炭

10

20

30

40

50

素繊維を平行巻き又はヘリカル巻きでルツボ状のマンドレルに巻き付けて成形する方法である。胴部と底部の境界部分だけをC/C複合材で製造することは、胴部と底部の全体をC/C複合材で製造することより優しいが、胴部と底部の境界部分も湾曲しており、この湾曲した部分に滑りを生じないように平行巻き又はヘリカル巻きを行うことは依然として困難であった。その結果、胴部のみならず、底部まで十分な強度を有するC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボを提案することができなかった。

【0007】

また、フィラメントワインディング法に用いられるルツボ状のマンドレルは底部の中心と胴部の中心の両端に軸が突設された形状をしている。そのため、胴部と底部の全体をC/C複合材で製造したとしても、底部の中心には孔が残り、この部分を別途のC/C複合材で栓をする必要があった。また、C/C複合材は黒鉛よりポーラスであるため、シリコンと反応するSiC化が生じやすいという問題点もあった。

10

【0008】

本発明は従来の技術のこのような問題点を解決するためになされたものであり、その第1の目的は、シリンダ状の胴部のみならずボウル状の底部もフィラメントワインディング法で強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボを提供することにある。また第2の目的は、フィラメントワインディング法の足らざる部分を炭素繊維シートで補いつつ全体として強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボを提供することにある。

【0009】

また第3の目的は、ボウル状の底部に孔がなく、底部の全体が強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボを提供することにある。また第4の目的は、C/C複合材の表面性状を改善し、SiC化が生じにくいC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボを提供することにある。

20

【課題を解決するための手段及び効果】

【0010】

(1) 上記目的を達成するために、本発明の単結晶引き上げ用ルツボは、シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成された単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃え、前記底部に掛けられ前記胴部に至るように巻きかけた第1強化層と、前記炭素繊維のシートの複数を、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃え、前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層とを備え、前記第1強化層と前記第2強化層と前記第3強化層の組み合わせが、複数组重ねられてなるものである。

30

【0011】

上記(1)の構成によれば、フィラメントワインディング法によって形成された第1及び第3強化層によってルツボの底部を押し下げようとする力及びルツボの胴部を押し広げようとする力に対抗し、更に、前記第1及び第3強化層によって足らざる部分を炭素繊維シートの張り付けによって形成された第2強化層で補っている。その結果、第2強化層によって、更に、円周方向が強化されると共に、全体の厚みが揃い、全体として強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。また、胴部に隣接する部分は、ルツボ底部の曲率半径が小さい湾曲部分に相当し、この部分を炭素繊維のシートによって厚み調整することができる。更に、第1、第2、第3強化層が、複数组重ねられているので、全体として強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。

40

【0012】

(2) 本発明の単結晶引き上げ用ルツボにおいては、前記第1強化層は前記底部の中心を覆って設けられ、前記底部は孔無しの一で形成されたものであることが好ましい。

【0013】

上記(2)の構成によれば、ボウル状の底部に孔がないので、上記(1)の発明による効果に加えて、更に、底部の全体が強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。

【0016】

50

(4) 本発明の単結晶引き上げ用ルツボにおいては、前記胴部と前記底部の最内層は、炭素繊維クロスの張りつけにより形成されていることが好ましい。

【0017】

上記(4)の構成によれば、上記(1)の発明による効果に加えて、ルツボの最内層が炭素繊維クロスの張りつけにより形成されているので、石英ルツボとの接触性が向上する。

【0018】

(5) 本発明の単結晶引き上げ用ルツボにおいては、前記炭素繊維強化炭素複合材の表面には、熱分解炭素が含浸されるとともに被覆されていることが好ましい。

【0019】

上記(5)の構成によれば、上記(1)の発明による効果に加えて、C/C複合材の表面に、熱分解炭素が含浸させられ被覆されているので、耐SiC化が向上する。

【0020】

(6) 別の観点として、本発明の単結晶引き上げ用ルツボは、シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成された単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃えて前記底部に掛けられた第1強化層と、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に炭素繊維シートを周方向に沿って環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃えて前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層との多層構造を備え、前記底部は孔無しの一体であってもよい。

【0021】

上記(6)の構成によれば、フィラメントワインディング法によって形成された第1及び第3強化層によってルツボの底部を押し下げようとする力及びルツボの胴部を押し広げようとする力に対抗し、更に、前記第1及び第3強化層によって足らざる部分を炭素繊維シートの張り付けによって形成された第2強化層で補える。更に、ボウル状の底部に孔がないので、底部の全体が、より強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。また、胴部に隣接する部分は、ルツボ底部の曲率半径が小さい湾曲部分に相当し、この部分を炭素繊維のシートによって厚み調整することができる。更に、第1、第2、第3強化層が、複数組重ねられているので、全体として強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。

【0022】

(7) 他の観点として、本発明の単結晶引き上げ用ルツボは、シリンダ状の胴部とボウル状の底部とからなり、炭素繊維強化炭素複合材により形成された単結晶引き上げ用ルツボであって、前記炭素繊維を引き揃えて前記底部に掛けられた第1強化層と、前記底部のうち前記胴部に隣接する部分に炭素繊維シートを周方向に沿って環状に張りつけた第2強化層と、前記炭素繊維を引き揃えて前記胴部の周方向に沿って巻き付けた第3強化層との多層構造を備え、前記炭素繊維強化炭素複合材の表面には、熱分解炭素が含浸されるとともに被覆されているものであってもよい。

【0023】

上記(7)の構成によれば、フィラメントワインディング法によって形成された第1及び第3強化層によってルツボの底部を押し下げようとする力及びルツボの胴部を押し広げようとする力に対抗し、更に、前記第1及び第3強化層によって足らざる部分を炭素繊維シートの張り付けによって形成された第2強化層で補っている。更に、C/C複合材の表面に、熱分解炭素が含浸させられ被覆されているので、耐SiC化が向上したC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。また、胴部に隣接する部分は、ルツボ底部の曲率半径が小さい湾曲部分に相当し、この部分を炭素繊維のシートによって厚み調整することができる。更に、第1、第2、第3強化層が、複数組重ねられているので、全体として強化されたC/C複合材製の単結晶引き上げ用ルツボとなっている。

【発明を実施するための最良の形態】

【0024】

以下本発明の実施例を図面に基づいて説明する。図1において、マンドレル11は、円

10

20

30

40

50

筒部 1 2 と、円筒部 1 2 の一端で膨出する膨出部 1 3 と、円筒部 1 2 の他端の中心から突設された軸部 1 4 とからなる金属製である。円筒部 1 2 はルツボ胴部の内径に相当する外径を有し、ルツボ胴部よりやや長くなっている。膨出部 1 3 はルツボ底部の内側の湾曲形状に沿う湾曲した外周面を有している。このマンドレル 1 1 を制御された回転が可能な軸部 1 4 によって支持し、マトリックス前駆体が含まれた炭素繊維を供給するデリバリアイ部 1 5 を図示のようにマンドレル 1 1 の外周に沿って移動させると、ポーラ巻き、パラレル巻き、レベル巻き等のフィラメントワインディングが自在に行える。このとき、円筒部 1 2 の他端側の側面に巻き付けられる炭素繊維は捨て巻きとなる。他端側円周部で炭素繊維がすべる事があるので、ピンを設置してズレ止めを行う事がある。

【 0 0 2 5 】

図 2 により図 1 のマンドレルを用いて成形体を得るまでの工程を説明する。マンドレル 1 1 の表面に、樹脂等のマトリックス前駆体が含まれた 2 D クロス 2 1 の一層を織り目が中心軸 1 6 に交差するように張りつける (第 1 工程) 。この 2 D クロス 2 1 を最内層とすることにより、内表面がフラットになる。つぎに、フィラメントワインディング法により、樹脂等のマトリックス前駆体を含浸させた炭素繊維をマンドレル 1 1 の外周に巻き付ける。まず、膨出部 1 3 の頂点 1 7 を通るポーラ巻き 2 2 を行う (第 2 工程) 。このポーラ巻き 2 2 は、中心軸 1 6 に対する巻き付け角度が 0° となるように巻き付けられるものであって、頂点 1 7 の部分に密に集まる。このポーラ巻き 2 2 によって、最内層の 2 D クロス 2 1 が締めつけられる。つぎに、円筒部 1 2 の周方向に沿って巻き付けるパラレル巻き 2 3 を行う (第 3 工程) 。このパラレル巻き 2 3 は、中心軸 1 6 に対する巻き付け角度が 90° 近くとなるように巻き付けられるものであって、ルツボ胴部の周方向強化層を形成する。

【 0 0 2 6 】

つぎに、膨出部 1 3 のうち円筒部 1 2 に隣接する部分に、樹脂等のマトリックス前駆体が含まれた 1 D プリプレグ又は 2 D クロスのシート 2 5 の複数を環状に張り合わせる (第 4 工程) 。この隣接部分は、ルツボ底部の曲率半径が小さい湾曲部分に相当し、厚み調整の為に張られる。シート 2 5 の炭素繊維の並ぶ方向を周方向とすることが好ましい。つぎに、膨出部 1 3 に掛けられ円筒部 1 2 に至るレベル巻き 2 6 を行う (第 5 工程) 。このレベル巻き 2 6 は、中心軸 1 6 に対する巻き付け角度が $0^{\circ} \sim 10^{\circ}$ となるように巻き付けられるものであって、ルツボ底部からルツボ胴部に至る軸方向強化層を形成する。このとき、膨出部 1 3 におけるレベル巻き 2 6 が頂点 1 7 に集中しないように、頂点 1 7 からの距離を変えた巻きかけを行い、膨出部 1 3 の大きな曲率半径の湾曲部分の全体に炭素繊維が通るように分散する。上述したパラレル巻き (第 3 工程) とシート張りつけ (第 4 工程) とレベル巻き (第 5 工程) の組み合わせにより、マンドレル 1 1 の外周に略均一厚みの組み合わせ層が形成される。マンドレル 1 1 の外周の成形体が所定厚みになるまで、第 3 ~ 第 5 工程による組み合わせ層を複数層重ねる。

【 0 0 2 7 】

図 3 により、以上の成形工程 (S 1) につづく工程を説明する。成形体が巻き付けられたマンドレルのまま乾燥させる。マンドレル外周の成形体に外圧を付与しながら加熱し、マトリックス前駆体の樹脂を熱硬化させる (S 2) 。そして、図 2 の A 線で成形体をカットすることにより、ルツボ状の一次成形体を得る。ルツボ状一次成形体を不活性ガス中で加熱し、一次炭素化を行う (S 3) 。更に、ピッチ含浸 (S 4) と二次炭素化 (S 5) を必要数繰り返し、含浸による高密度化を行う。所定の密度が得られると、黒鉛化を行う (S 6) 。ルツボの長さ及びルツボ底部の外周に必要な機械加工を施して (S 7) 、所定形状となった二次成形体を得る。さらに、不純物を除去する高純度化処理を行い、更に、必要に応じて、C V I (Chemical Vapor Impregnation) により熱分解炭素 (Pyrolytic Carbon) を二次成形体表面の細孔に含浸させるとともに、二次成形体表面に被覆させ (S 8) 、最終製品を得る (S 9) 。

【 0 0 2 8 】

このようにして得られた単結晶引き上げ用ルツボの断面が図 4 に示される。ルツボ 1 は

10

20

30

40

50

、シリンダ状の胴部 2 とボウル状の底部 3 の一体構造である。底部 3 は、胴部 2 に隣接する小さな曲率半径 (R 1) の湾曲部分 4 と、底部 3 の中心軸 7 の回りを形成する大きな曲率半径 (R 2) の湾曲部分 5 とからなっている。また底部 3 には孔がなく、機械加工による取付座 6 が形成されている。このようなルツボにあっては、底部 3 から胴部 2 に U 字状に至る軸方向強化層 8 と胴部 2 の外周の周方向強化層 9 とを有している。このような単結晶引き上げ用ルツボ 1 に作用する応力の状態が図 5 に示される。ルツボ 1 の内部に石英ルツボ 3 1 が嵌められ、石英ルツボ 3 1 の中に少量のシリコン残渣 3 2 が残った状態で冷却される場合と、大きな応力がルツボ 1 に作用する。まず、シリコン残渣 3 2 の表面が固まり、次に底部に接する部分が固まり、やがて内部が固まっていく。ルツボ 1 は石英ルツボ 3 1 より熱膨張係数が大きく、また、シリコンは固体になる時に膨張するので、周方向に突っ張る力 a 1 が発生し、つぎに下方方向に突っ張る力 a 2 が発生する。すなわち、胴部 2 には周方向の引っ張り応力 b 1 以外に、底部 3 を胴部 2 から引き剥がそうとする軸方向の応力 b 2 が発生する。周方向の引っ張り応力 b 1 は、図 4 の周方向強化層 9 が受け持ち、軸方向の応力 b 2 は、図 4 の軸方向強化層 8 が受け持つ。

【 0 0 2 9 】

図 6 は、2 個取りのマンドレル 1 1 1 を示す。マンドレル 1 1 1 は、右円筒部 1 1 2 R と、右円筒部 1 1 2 R の一端で膨出する右膨出部 1 1 3 R と、左円筒部 1 1 2 L と、左円筒部 1 1 2 L の一端で膨出する左膨出部 1 1 3 L と、右膨出部 1 1 3 R の中心から突設された右軸部 1 1 4 R と、左膨出部 1 1 3 L の中心から突設された左軸部 1 1 4 L とからなる金属製である。左右円筒部 1 1 2 R , 1 1 2 L はルツボ胴部の内径に相当する外径を有し、ルツボ胴部の二倍よりやや長くなっている。左右膨出部 1 1 3 R , 1 1 3 L はルツボ底部の内側の湾曲形状に沿う湾曲した外周面を有している。このマンドレル 1 1 1 を、制御された回転が可能な左右軸部 1 1 4 R , 1 1 4 L によって支持し、マトリックス前駆体が含まれた炭素繊維を供給するデリバリアイ部 1 1 5 を図示のようにマンドレル 1 1 1 の外周に沿って移動させる。

【 0 0 3 0 】

図 7 は、2 個取りのマンドレル 1 1 1 で成形体を得る工程を示す。マンドレル 1 1 1 の表面に、樹脂等のマトリックス前駆体が含まれた 2 D クロス 1 2 1 の一層を織り目が中心軸 1 1 6 に交差するように張りつける (第 1 工程) 。つぎに、左右膨出部 1 1 3 R , 1 1 3 L に掛けられ左右円筒部 1 1 2 R , 1 1 2 L に至るレベル巻き 1 2 2 を行う (第 2 工程) 。このレベル巻き 1 2 2 は、中心軸 1 1 6 に対する巻き付け角度が 0 ° ~ 1 0 ° なるように巻き付けられるものであって、ルツボ底部からルツボ胴部に至る軸方向強化層を形成する。このとき、左右膨出部 1 1 3 R , 1 1 3 L におけるレベル巻き 1 2 2 が左右軸部 1 1 4 R , 1 1 4 L の回りで散らばるような巻きかけを行い、左右膨出部 1 1 3 R , L の全体に炭素繊維が通るようにする。つぎに、左右円筒部 1 1 2 R , 1 1 2 L の周方向に沿って巻き付ける平行巻き 1 2 3 を行う (第 3 工程) 。この平行巻き 1 2 3 は、中心軸 1 1 6 に対する巻き付け角度が 9 0 ° 近くとなるように巻き付けられるものであって、ルツボ胴部の周方向強化層を形成する。

【 0 0 3 1 】

つぎに、左右膨出部 1 1 3 R , 1 1 3 L のうち左右円筒部 1 1 2 R , 1 1 2 L に隣接する部分に、樹脂等のマトリックス前駆体が含まれた 1 D プリプレグ又は 2 D クロスのシート 1 2 5 の複数を環状に張り合わせる (第 4 工程) 。この隣接部分は、ルツボ底部の曲率半径が小さい湾曲部分に相当し、厚み調整の為に張られる。シート 1 2 5 の炭素繊維の並ぶ方向を周方向とすることが好ましい。上述したレベル巻き (第 2 工程) と平行巻き (第 3 工程) とシート張りつけ (第 4 工程) との組み合わせにより、マンドレル 1 1 1 の外周に略均一厚みの組み合わせ層が形成される。マンドレル 1 1 1 の外周の成形体が所定厚みになるまで、第 2 ~ 第 4 工程による組み合わせ層を複数層重ねる。

【 0 0 3 2 】

このようにして得られたルツボの断面図が図 8 に示される。ルツボ 1 0 1 がシリンダ状の胴部 1 0 2 とボウル状の底部 1 0 3 の一体構造である点は図 4 と同様である。底部 1 0

10

20

30

40

50

3の中心には、マンドレル111の左右軸部114R, 114Lを通すための孔107が存在している。この孔107は、栓110が挿入されることによって塞がれる。その時、孔107を形成する面と、この面と接触する部分の栓の側面にそれぞれ雌ネジ、雄ネジを加工して栓110を取り付けてもよい。また、孔107を形成する面と、この面と接触する部分の栓の側面とを互いに係合するテーパ状としてもよいし、単にストレートな円筒状と円柱状の面としてもよい。したがって、軸方向強化層108は、孔107を迂回するようなU字状で掛け渡されている。周方向強化層109は図4と同様に胴部102の外周に沿うように配設されている。底部103特に孔107の回りの応力は、図4の孔無しに比較して大きくなるものの、マンドレル111の軸部の存在により、二個取りや効率的なワインディングが可能になる。

10

【0033】

また、孔無しのルツボを二個同時に製作するためには、第1図に示した2個のマンドレル11を第9図(a)及び第9図(b)に示すように、駆動装置20を介して左右対称に連結するとよい。第9図(a)及び第9図(b)において、駆動装置20は左右両方に突き出した回転軸14a、14bを有する。この回転軸14a、14bによって2個のマンドレル11は支持されている。第9図(a)においては、マトリックス前駆体が含まれた炭素繊維を供給するための2個のデリバリアイ部15が、駆動装置20を介して点对称に配置されている。そして、それぞれのデリバリアイ部15をそれぞれのマンドレル11の外周に沿って移動させると、ポーラ巻き、パラレル巻き、レベル巻き等のフィラメントワインディングが自在に行える。第9図(b)においては、マトリックス前駆体が含まれた炭素繊維を供給するための2個のデリバリアイ部15が、駆動装置20を介して線対称に配置されている。そして、それぞれのデリバリアイ部15をそれぞれのマンドレル11の外周に沿って移動させると、ポーラ巻き、パラレル巻き、レベル巻き等のフィラメントワインディングが自在に行える。

20

【実施例】

【0034】

さらに、具体的実施例について説明する。

【0035】

(実施例1)

図1のマンドレルを使用し、マンドレル表面にトレカT-3006K平織リクロス(東レ(株)製)にフェノール樹脂を含浸したものを1層張りつけ、その上にフィラメントワインディングを施した。フィラメントワインディングは、トレカT-30012K(東レ(株)製)フィラメント6本にフェノール樹脂を含浸させながら、レベル巻き、中心軸に対する巻き付け角が85°~90°のパラレル巻きを交互に3層ずつ巻き付けた。胴部はパラレル巻きとレベル巻きの6層になるが、底部はレベル巻きだけになるので、パラレル巻きを行った後に、底部のうち胴部との隣接部分に、1Dプリプレグを扇状に裁断したものを一枚一枚張り合わせて環状にした。これらにより層厚み7mmの成形体を得られた。つぎに、オープン中にて100°Cで揮発分調整を行ったのち、真空パックを被せて真空引きをしながら、オープンの温度を200°Cまで上げて成形体を熱硬化させた。熱硬化後、マンドレルから取り外し、ルツボ状成形体を得た。つぎに、胴部の真円度を保つために、黒鉛製の変形防止用治具を取付け、電気炉で窒素注入しながら10°C/hrの昇温で1000°Cまで昇温し、C/C複合材を得た。

30

40

【0036】

また、ピッチ含浸と焼成を4回繰り返して緻密化を行った。更に最終熱処理として黒鉛製の変形防止用治具を取付けたまま、窒素気流中で2000°Cの熱処理を行った。そののち、ルツボ底部の機械加工を施し、更に高純度化処理のために、真空炉にセットし、2000°Cまで加熱したのち、塩素ガスを供給し、炉内圧力10torrで20時間キープした。更に、熱分解炭素の含浸及び被覆のために、真空炉内にセットし、メタンガスを供給し、炉内圧力25torrで100時間キープし、CVI法の熱分解炭素によるC/C複合材の緻密化処理を行い最終製品を得た。このCVI処理によって、C/C複合材の

50

かさ密度は 1.6 から 1.7 に上昇し、気孔率が 20% から 14.5% に下がった。このようにして得られた C/C 複合材製のルツボを単結晶引き上げ装置に使用した。単結晶引き上げ作業毎に使い捨てされる石英ルツボ底部に割れが発生し、C/C 複合材製ルツボの胴部及び底部共に強度があることが確認された。また、C/C 複合材製ルツボの内面についても、熱分解炭素により SiO_2 との反応が抑制されており、30 回の作業回数で底部のうち胴部に隣接する部分に多少の損耗が見られただけである。

【0037】

(実施例 2)

図 7 のようなマンドレルを使用し、ルツボ底部に孔が存在すること以外は実施例 1 と同様である。軽くて堅牢であるというハンドリング性に優れるという点と、 SiO_2 との反応の抑制という点は実施例 1 と同じである。ただし、実施例 1 と同じ 30 回の作業回数で底部の孔の周辺に亀裂の兆候が見られた。

10

【0038】

(比較例 1)

図 7 に示すマンドレルを用い、ヘリカル巻きと平行巻きのための組合せでルツボ形状の成形を行った。ヘリカル巻きは、炭素繊維系がずれてしまい実施例 2 程に回転軸近傍まで巻き付けることが出来なかった。結果として実施例より底孔の大きなルツボとなった。平行巻きはヘリカル巻きと交互に行い、実施例 1, 2 と同様に行った。また、CVI 処理も同様に行い、同様な密度増加が得られた。しかし、実際の作業においては、底孔が大きいため毎回軟化した石英ルツボが底孔を塞いでいた栓を押し出す形で変形し、作業後は、必ずと言ってよいくらいルツボ自体が傾いていた。実施例 1, 2 と同じ 30 回の作業回数では毎回の石英ルツボの変形による応力が大きかったためか亀裂が発生していた。

20

【0039】

なお、本発明は、特許請求の範囲を逸脱しない範囲で設計変更できるものであり、上記実施形態や実施例に限定されるものではない。

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図 1】本発明実施の一つのルツボの成形体を得るためのマンドレルの側面図である。

【図 2】本発明実施の一つのルツボの成形体を得るまでの成形工程を示す図である。

【図 3】C/C 複合材製ルツボの最終製品を得るまでの工程を示すフロー図である。

30

【図 4】C/C 複合材製ルツボの最終製品の断面図である。

【図 5】C/C 複合材製ルツボが応力に耐える様子を示す断面図である。

【図 6】二つのルツボの成形体を得るためのマンドレルの側面図である。

【図 7】二つのルツボの成形体を得るまでの成形工程を示す図である。

【図 8】C/C 複合材製ルツボの最終製品の断面図である。

【図 9】二つのルツボの成形体を得るためのマンドレル等の配置を示す図である。

【符号の説明】

【0041】

12 円筒部

13 膨出部

40

16 中心軸

17 頂点

21 クロス

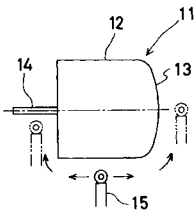
22 ポーラ巻き

23 平行巻き

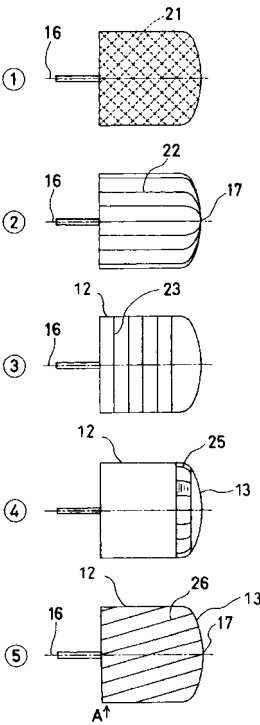
25 シート

26 レベル巻き

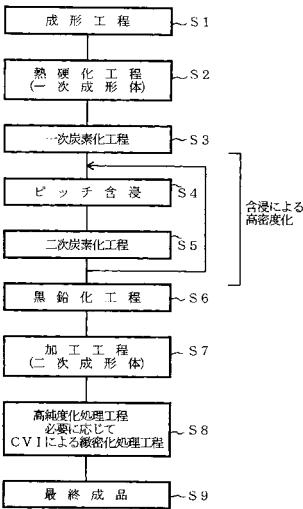
【図 1】



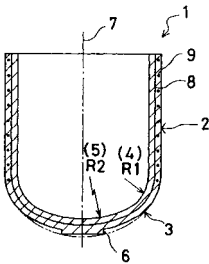
【図 2】



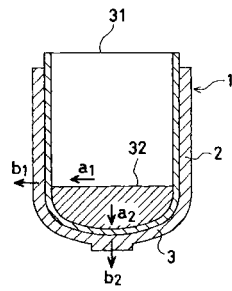
【図 3】



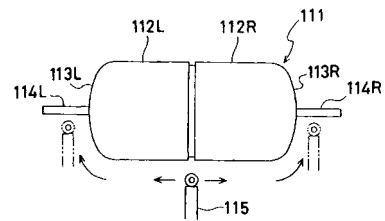
【図 4】



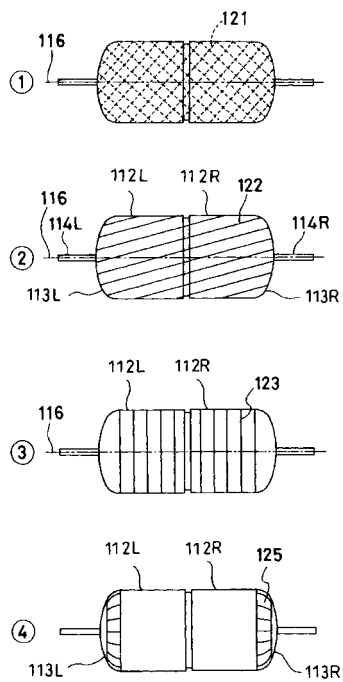
【図 5】



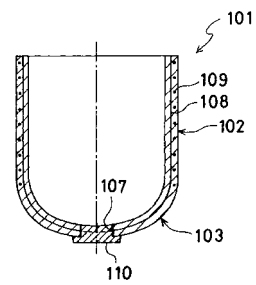
【図 6】



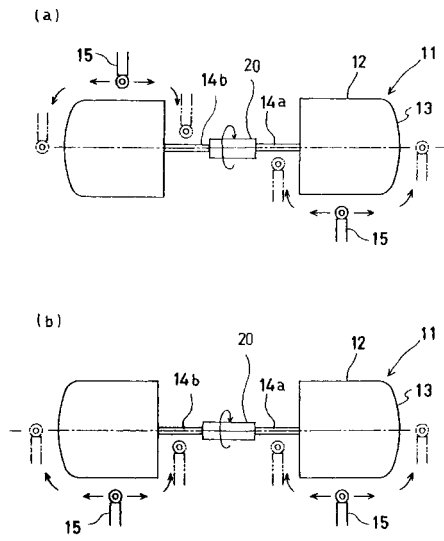
【図 7】



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

- (72)発明者 平岡 利治
香川県観音寺市大野原町中姫 2 1 8 1 - 2 東洋炭素株式会社内
- (72)発明者 松本 強資
香川県観音寺市大野原町中姫 2 1 8 1 - 2 東洋炭素株式会社内
- (72)発明者 石川 智士
香川県観音寺市大野原町中姫 2 1 8 1 - 2 東洋炭素株式会社内

審査官 吉田 直裕

- (56)参考文献 特許第 4 0 2 9 1 4 7 (J P , B 2)
特開 2 0 0 7 - 3 1 4 4 2 0 (J P , A)
特開平 0 9 - 2 8 6 6 8 9 (J P , A)
特開平 0 7 - 2 0 6 5 3 5 (J P , A)
特開平 0 7 - 0 6 0 8 5 9 (J P , A)
特開平 0 7 - 0 6 9 7 7 7 (J P , A)
国際公開第 9 8 / 0 5 5 2 3 8 (W O , A 1)
登録実用新案第 3 0 1 2 2 9 9 (J P , U)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 3 0 B 1 / 0 0 - 3 5 / 0 0
C 0 4 B 3 5 / 8 3
H 0 1 L 2 1 / 2 0 8