

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5508230号
(P5508230)

(45) 発行日 平成26年5月28日 (2014.5.28)

(24) 登録日 平成26年3月28日 (2014.3.28)

(51) Int.Cl.		F I		
C 3 O B	29/06	(2006.01)	C 3 O B	29/06 5 O 2 B
C 3 O B	15/10	(2006.01)	C 3 O B	15/10
C O 3 B	20/00	(2006.01)	C O 3 B	20/00 H

請求項の数 22 外国語出願 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2010-253351 (P2010-253351)
 (22) 出願日 平成22年11月12日 (2010.11.12)
 (65) 公開番号 特開2011-105591 (P2011-105591A)
 (43) 公開日 平成23年6月2日 (2011.6.2)
 審査請求日 平成25年2月15日 (2013.2.15)
 (31) 優先権主張番号 12/623, 140
 (32) 優先日 平成21年11月20日 (2009.11.20)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 500333682
 ヘリーアス シンエツ アメリカ インク
 アメリカ合衆国 ワシントン州 9860
 7、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
 (73) 特許権者 599089712
 ヘレウス・クアルツグラス・ゲゼルシャ
 フト・ミット・ベシュレンクテル・ハフツ
 ング・ウント・コンパニー・コマンディッ
 ト・ゲゼルシャフト
 Heraeus Quarzglas G
 mbH & Co. KG
 ドイツ連邦共和国、D-63450ハナウ
 、クアルツシュトラセ 8

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 制御された雰囲気中で石英ルツボを製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

内部のシリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことができる形式のモールドキャピティにおいて石英ルツボを製造する方法であって、

前記モールドキャピティ内にシリカ粒子層を形成し、

前記モールドキャピティにガスを導入し、

前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことなく前記シリカ粒子層を加熱し、

前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出ししながら前記シリカ粒子層の少なくとも一部を溶融してなる、方法。

【請求項 2】

石英ガラスルツボを製造する方法であって、

シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すように動作可能なポートを有するモールドのキャピティ内にシリカ粒子層を形成し、

前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出すことなく前記シリカ粒子を加熱し、

前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出ししながら前記シリカ粒子の少なくとも一部を溶融してなる、方法。

【請求項 3】

モールドキャピティにおいて石英ルツボを製造する方法であって、

前記モールドキャピティ内にシリカ粒子層を形成し、

前記モールドキャピティにガスを導入し、

10

20

前記モールドキャビティから周囲雰囲気気を排気することなく前記シリカ粒子層を加熱し

その後、前記モールドキャビティから周囲雰囲気気を排気してなる、方法。

【請求項 4】

前記シリカ粒子層の加熱開始後に、前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気気を排気することをさらに含む、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記シリカ粒子層の加熱開始から 25 秒以上後に開始する、前記モールドキャビティからより多くの周囲雰囲気気を排気することをさらに含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に電力を印加することを含み、前記方法は、前記電力が平均ピーク電力の 20% を超えた後に前記モールドキャビティからより多くの周囲雰囲気気を排気することをさらに含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 7】

前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に電力を印加することを含み、前記シリカ粒子層の加熱開始後に前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気気を排気することは、前記電力が平均ピーク電力の 20% 未満である限り、前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気気を排気することを含み、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 8】

前記モールドキャビティにガスを導入することをさらに含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 9】

前記ガスの導入後、前記モールドキャビティから周囲雰囲気気を排気することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記シリカ粒子層を加熱することは、前記ガスの導入から 50 秒以上後に開始する、請求項 1、3 及び 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

前記モールドキャビティにガスを導入することは、前記モールドキャビティから周囲雰囲気気を追い出すことをさらに含む、請求項 1 又は 8 に記載の方法。

【請求項 12】

前記モールドキャビティにガスを導入することは、前記モールドキャビティから空気を追い出すことをさらに含む、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記ガスはヘリウム又は水素又は水素とヘリウムから成る混合物又は窒素のいずれかを含む、請求項 1、3 及び 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に電力を印加することを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気気を引き出すことは、十分な排気を含み、前記方法は、前記電力が平均ピーク電力の 20% を超えるまで、十分な排気の少なくとも 5% 排気することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

前記シリカ粒子層を加熱することは、前記シリカ粒子を焼成又は焼結又は熔融する際に一組の電極に電力を印加することを含み、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気気を引き出すことは、前記シリカ粒子を介して比較的高容量の周囲雰囲気気を引き出すことを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気気を引き出さないことは、前記シリカ粒子を介してより少ない容量の周囲雰囲気気を引き出すことを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

10

20

30

40

50

前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出すことは、前記ポートを介して比較的高容量の周囲雰囲気を引き出すことを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出さないことは、前記ポートを介してより少ない容量の周囲雰囲気を引き出すことを含む、請求項2に記載の方法。

【請求項18】

前記周囲雰囲気は、加熱に応じて前記シリカ粒子から放出されるガス状副産物を含む、請求項3に記載の方法。

【請求項19】

前記シリカ粒子層の加熱開始後に前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことをさらに含む、請求項3に記載の方法。

10

【請求項20】

前記方法は、前記シリカ粒子を溶解することをさらに含み、前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことは、前記シリカ粒子の最内層を溶解する前に該シリカ粒子を介して比較的低容量のガスを引き出すこと、及び、前記最内層を溶解した後に前記シリカ粒子を介してより多くの容量のガスを引き出すことを含む、請求項19に記載の方法。

【請求項21】

前記シリカ粒子層の加熱開始から25秒以上後に開始する、前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことをさらに含む、請求項19に記載の方法。

【請求項22】

前記シリカ粒子層を加熱することは、前記ガスの導入から50秒以上後に開始する、請求項3に記載の方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、石英ルツボを製造する方法、より詳細には、該ルツボを形成するシリカ粒子の加熱及び溶解中にヘリウム又は水素等のガスを供給する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

単結晶シリコン材料を製造する方法は幾つかある。この種の方法の1つであるチョクラルスキー（「CZ」）法が、太陽電池を含め、半導体用途のための単結晶シリコン材料を製造するのに広く採用されている。CZ法では、シリコン融液を容器内に入れ、単結晶性種結晶の先端をシリコン融液に浸漬する。次にその種結晶を回転させながら引き上げる。その結果、単結晶シリコンインゴットがシリコン融液から成長する。

30

【0003】

典型的に、CZ法ではボウル状のルツボを使用してシリコン融液を保持する。アーク溶融法が、かかるルツボを製造する一般的な方法である。この方法では、シリカ粒子を回転モールドのボウル状キャビティ内に形成し、ルツボ形状に成形する。その後、一組の電極をキャビティ内に降下させ、高電圧を印加してアークプラズマ塊を形成し、このプラズマ塊がシリカ粒子を溶解する。溶解後、ルツボをモールドから取り出し、最終形状に機械加工し、洗浄し、出荷用に包装する。

40

【0004】

ルツボをそのように製造するのに必要とされる熱によりシリカの一部が昇華してヒュームとなる。さらに、電気アークによりオゾン及び窒素酸化物（ NO_x ）が発生する。これらのガスを溶解プロセス中に排出するように、1つ又は複数の排気ファンをフードと組み合わせ用いる。オゾン及び NO_x はいずれも環境に有害である。そのため、これらのガスの処理及び放出は政府規制を受けることが多くなっている。

【0005】

溶解プロセス中、空気及び発生したガスは溶解中のシリカ粒子内に閉じ込められる可能性がある。この結果、ルツボが内部に様々な大きさの気泡を有することになる。CZ法における処理工程においては、ルツボの内層は典型的にシリコン融液に溶解する。溶解時に

50

内層に存在するいかなる気泡も、広がる際にその融解物に粒子を放出する可能性がある。これらの粒子は、形成中のシリコンインゴットの単結晶構造を乱すおそれがある。そのため、内層中の気泡ができるだけ少ないルツボを製造することが望ましい。その一方、ルツボの最外層は多くの気泡を含むように形成され、これにより、CZ法で用いる加熱要素からの放射を拡散しやすくする。

【0006】

内層中の気泡を最小限にする既知の一方法は、通気性モールドを使用し、熔融中にモールドの外側に強い真空を印加することである。その目的は、閉じ込められたいかなるガスもない状態でシリカ粒子が共に熔融するようできるだけ多くのガスを引き出すことである。初め、ルツボ内のガスはシリカ粒子を介して真空装置へ径方向外方に流れる。ルツボの最内層がガス不透過性となる時点まで熔融すると、ガスの流れはルツボの上縁からシリカ粒子を介して下方へ真空装置に入り込む。最内層の熔融後、非常に強い真空を印加し、これによりガスをシリカ粒子から引き出し、そのため気泡が最小限となる。しかしながら、真空は、熔融したガス不透過性最内層が形成されないうちはさほど強くない。その結果、最内層はその真下に形成されている層よりも気泡含有量が高い。最内層中に気泡を有することは上述したように不都合である。

10

【0007】

この問題を解決するために種々のアプローチが用いられている。アプローチによっては、熔融の完了後に機械的又は化学的なプロセスを用いて最内層を取り除いているものもある。従来技術の別のアプローチは、熔融中にヘリウム又は他のガスをモールドキャビティに供給することである。この結果、ルツボ内にヘリウム気泡が生じるが、このヘリウム気泡は石英ガラス中に急速に拡散し、熔融の完了前につぶれ得る。

20

【0008】

理想的には、つぶれるヘリウム気泡のみが残るはずであるが、実際には他の気泡が存在する。その結果、最内層（ルツボの内表面がガス不透過性となる前に形成される層）は、CZ法において問題を生じるほどの、空気及び他のガスから形成される幾つかの気泡を保持したままとなる。

【0009】

例えば、特許文献1には、石英充填層の加熱熔融開始とともに前記ガス通路に水素ガスおよび/またはヘリウムガスを所定時間供給して、石英充填層に前記ガスを外側から所定時間吹き込んで、その後前記ガス通路を通し吸引して石英充填層を減圧し、さらにこの石英充填層の内側から加熱して熔融するようにしたシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの製造方法が開示されている。

30

【0010】

ルツボのこれらの問題に加え、排気ファンによりNO_x及びオゾンと周囲空気とが交ざり合うことは、排気ファンが回収したガスを、NO_x及びオゾンによって生じる可能性のある環境的損害を防ぐように経済的及び効果的に処理することをさらに困難にする。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】特開平09-020586号公報

【発明の概要】

【0012】

すなわち、本発明の請求項1に係る方法は、内部のシリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことができる形式のモールドキャビティにおいて石英ルツボを製造する方法であって、前記モールドキャビティ内にシリカ粒子層を形成し、前記モールドキャビティにガスを導入し、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことなく前記シリカ粒子層を加熱し、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出ししながら前記シリカ粒子層の少なくとも一部を熔融してなることを特徴とする。

40

【0013】

50

本発明の請求項 2 に係る方法は、石英ガラスルツボを製造する方法であって、シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すように動作可能なポートを有するモールドのキャビティ内にシリカ粒子層を形成し、前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出すことなく前記シリカ粒子を加熱し、前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出しながら前記シリカ粒子の少なくとも一部を溶融してなることを特徴とする。

【0014】

本発明の請求項 3 に係る方法は、モールドキャビティにおいて石英ルツボを製造する方法であって、前記モールドキャビティ内にシリカ粒子層を形成し、前記モールドキャビティにガスを導入し、前記モールドキャビティから周囲雰囲気を排気することなく前記シリカ粒子層を加熱し、その後、前記モールドキャビティから周囲雰囲気を排気してなることを特徴とする。

10

【0015】

本発明の請求項 4 に係る方法は、前記シリカ粒子層の加熱開始後に、前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気を排気することをさらに含むことを特徴とする。

【0016】

本発明の請求項 5 に係る方法は、前記シリカ粒子層の加熱開始から 25 秒以上後に開始する、前記モールドキャビティからより多くの周囲雰囲気を排気することをさらに含むことを特徴とする。

【0017】

本発明の請求項 6 に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に電力を印加することを含み、前記方法は、前記電力が平均ピーク電力の 20% を超えた後に前記モールドキャビティからより多くの周囲雰囲気を排気することをさらに含むことを特徴とする。

20

【0018】

本発明の請求項 7 に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に電力を印加することを含み、前記シリカ粒子層の加熱開始後に前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気を排気することは、前記電力が平均ピーク電力の 20% 未満である限り、前記モールドキャビティから少なくとも比較的少量の周囲雰囲気を排気することを含むことを特徴とする。

30

【0019】

本発明の請求項 8 に係る方法は、前記モールドキャビティにガスを導入することをさらに含むことを特徴とする。

【0020】

本発明の請求項 9 に係る方法は、前記ガスの導入後、前記モールドキャビティから周囲雰囲気を排気することをさらに含むことを特徴とする。

【0021】

本発明の請求項 10 に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、前記ガスの導入から 50 秒以上後に開始することを特徴とする。

【0022】

本発明の請求項 11 に係る方法は、前記モールドキャビティにガスを導入することは、前記モールドキャビティから周囲雰囲気を追い出すことをさらに含むことを特徴とする。

40

【0023】

本発明の請求項 12 に係る方法は、前記モールドキャビティにガスを導入することは、前記モールドキャビティから空気を追い出すことをさらに含むことを特徴とする。

【0024】

本発明の請求項 13 に係る方法は、前記ガスはヘリウム又は水素又は水素とヘリウムから成る混合物又は窒素のいずれかを含むことをさらに含むことを特徴とする。

【0025】

本発明の請求項 14 に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、一組の電極に

50

電力を印加することを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことは、十分な排気を含み、前記方法は、前記電力が平均ピーク電力の20%を超えるまで、十分な排気の少なくとも5%排気することをさらに含むことを特徴とする。

【0026】

本発明の請求項15に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、前記シリカ粒子を焼成又は焼結又は溶融する際に一組の電極に電力を印加することを含むことを特徴とする。

【0027】

本発明の請求項16に係る方法は、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出すことは、前記シリカ粒子を介して比較的高容量の周囲雰囲気を引き出すことを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出さないことは、前記シリカ粒子を介してより少ない容量の周囲雰囲気を引き出すことを含むことを特徴とする。

10

【0028】

本発明の請求項17に係る方法は、前記ポートを介して周囲雰囲気を引き出すことは、前記ポートを介して比較的高容量の周囲雰囲気を引き出すことを含み、前記シリカ粒子を介して周囲雰囲気を引き出さないことは、前記ポートを介してより少ない容量の周囲雰囲気を引き出すことを含むことを特徴とする。

【0029】

本発明の請求項18に係る方法は、前記周囲雰囲気は、加熱に応じて前記シリカ粒子から放出されるガス状副産物を含むことを特徴とする。

20

【0030】

本発明の請求項19に係る方法は、前記シリカ粒子層の加熱開始後に前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことをさらに含むことを特徴とする。

【0031】

本発明の請求項20に係る方法は、前記シリカ粒子を溶融することをさらに含み、前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことは、前記シリカ粒子の最内層を溶融する前に該シリカ粒子を介して比較的低容量のガスを引き出すこと、及び、前記最内層を溶融した後に前記シリカ粒子を介してより多くの容量のガスを引き出すことを含むことを特徴とする。

【0032】

本発明の請求項21に係る方法は、前記シリカ粒子層の加熱開始から25秒以上後に開始する、前記シリカ粒子を介して前記ガスを引き出すことをさらに含むことを特徴とする。

30

【0033】

本発明の請求項22に係る方法は、前記シリカ粒子層を加熱することは、前記ガスの導入から50秒以上後に開始することを特徴とする。

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】本方法の一実施形態を実施するシステムの非常に概略的な図である。

【図2A】本方法の一実施形態を用いるルツボ形成における一連の段階のうち一段階を示す図である。

40

【図2B】本方法の一実施形態を用いるルツボ形成における一連の段階のうち一段階を示す図である。

【図2C】本方法の一実施形態を用いるルツボ形成における一連の段階のうち一段階を示す図である。

【図2D】本方法の一実施形態を用いるルツボ形成における一連の段階のうち一段階を示す図である。

【図2E】本方法の一実施形態を用いるルツボ形成における一連の段階のうち一段階を示す図である。

【図3】CZ法をシミュレートする真空焼成試験後の、本発明の一実施形態に従って製造

50

されたルツボの断面の写真である。

【発明を実施するための形態】

【0035】

図1に、本発明の一実施形態に従ってルツボを製造することが可能なシステムを全体として10で示す。システム10は、後にさらに十分に説明するように、ルツボを形成するようにシリカ粒子を加熱及び溶融しているところを示す。対称軸14回りに回転するように取り付けられているモールド12を横断面で示す。システム10では、モールド12は公称外径が609mm及び平均壁厚が約12.0mmのルツボを製造するサイズになっている。本明細書に記載の実施形態及び実施例はこのサイズのルツボに関するものであるが、本方法は他のサイズのルツボの場合にも同様に十分に使用することができる。シリカ粒子16の層が、軸14回りにモールド12を回転させることによって生じる遠心力により所定位置に保持される。

10

【0036】

モールド12は、モールド内表面22に連通する流路18、20のような複数の空気路を含む。流路20のような各空気路は、シリカ粒子がモールドキャビティから空気路に引き込まれることを防ぐ多孔質グラファイトプラグ24を含む。空気路は多岐管26、28、30のような多岐管に連通し、これらの多岐管はさらに穴32に連通している。回転ユニオン34も穴32に連通している。

【0037】

回転ユニオン34はさらに導管36を介して三方弁38に接続されている。三方弁の1つの分岐が先に真空ポンプ40に接続され、次に排気処理システム42に接続され、これにより排気する。真空ポンプ40は空気をモールドキャビティから流路18、20のような空気路を介して最終的に穴32、弁38及び排気処理システム42を介して引き出すように構成される。真空ポンプ40はまた、少なくとも開始時間及び停止時間の制御に関して、プログラム可能な排気力を供給するように構成される。弁38を用いて導管36のガス抜き、したがって真空引きを行ってもよい。ガス抜きは雰囲気に対するものであってもよく、又は任意選択的に図示のように排気ファン46と接続する導管44に対するものであってもよい。排気ファンは空気をフード48から引き出して排気する。排気ファンの速度は制御することができる。排気ファンは、導管44又はフード48から引き出されるガスの中に存在し得る不純物を濾過するフィルタを含む。第2の排気ファン50が空気を第2のフード52に引き込み、濾過後、同様にフード52から排気する。

20

30

【0038】

排気フード48、52は、モールド12の上部と遮蔽板56との間にそれぞれの周囲に画定されている開口54に近接して位置決めされていることが分る。遮蔽板は業界では冷却板と呼ばれる場合があるが、この2つの主要な機能は冷却に関連していない。第一に、遮蔽板は紫外線を反射させてモールドキャビティに戻す機能を果たし、これにより、ルツボ形成中の室内におけるオゾン及びNO_x等、問題となるガスの形成が防止される。第二に、遮蔽板は、モールドキャビティを周囲雰囲気から部分的にシールすることで、キャビティに圧送される高濃度ガス(例えばヘリウム)をキャビティに収容させる。本方法は、遮蔽板56のような遮蔽板の使用が望ましいが、その使用なしに実施することも可能である。

40

【0039】

プログラム可能な電源58が、図示のように遮蔽板56の複数の開口を通して延びている一組の電極60、62の両端間に電圧を供給する。既知のように、AC給電又はDC給電され得る2つ又はそれよりも多くの電極が存在することができる。十分な電圧が電極の両端間に印加されると、高温アークプラズマ64が形成する。このプラズマは、簡単に説明すれば、シリカ粒子16を溶融するのに十分に高温である。

【0040】

また、遮蔽板56の1つの開口を通してガス管66が延びている。ガス管はガス供給制御装置68に接続され、このガス供給制御装置は、ガス管66を介してモールドキャビテ

50

ィにガスを供給するために、ヘリウム、窒素及び水素のうちから選択するように、又はそれらのうち任意の2つ若しくは3つから成る選択可能な混合物を選択するように動作可能である。

【0041】

図2A～図2E及び下記の表1を参照しながら、次に本発明の幾つかの実施形態の説明を行う。表1は、4つのプロセス変数、すなわちプロセスの各段階中の真空(ポンプ)、ガス供給(ヘリウム及び/又は窒素)、排気(ファン)及び電力の状態を記載している同期テーブルである。表1に従って実施されるプロセスの開始前に、全て既知のやり方で、シリカ粒子16を回転モールド12に堆積し、図1に示すようなルツボ形状に成形する。その直後、表1の「待機」に示すように、4つのプロセス変数のそれぞれをオフにする。次に、表1の工程1にて、管66を介してヘリウムをモールドキャビティに供給する。これによりモールドキャビティ内の空気がヘリウムで置換され、シリカ粒子間の空気もヘリウムに入れ替えられる。ヘリウムへの浸漬は、シリカ粒子がモールドに導入されて図1及び図2Aに示す形状に成形される際に開始することができるか、又はシリカ粒子がそのように成形された後で開始することができる。表1の最下列は、対応工程の持続時間を秒で示す(工程1ではヘリウム浸漬は50秒続く)。さらに、若干の排気を行うようにポンプ40を任意選択的に低レベルで開始してもよく、これにより、シリカ粒子間でヘリウムによる空気の入れ替えが高まる。

10

【0042】

次に、工程2にて、電源58を作動させて低電力アークを生じさせ、これに対応して比較的低い熱をモールドキャビティ内に生じさせる。この段階中、シリカ粒子を、焼成するのに十分高い温度に加熱する。その後、任意選択的にシリカ粒子を焼結する。初め、シリカは焼成する、すなわち、ガス放出の開始時点まで熱くなる。その後、任意選択的な焼結が開始する、すなわち、シリカ粒子は溶融せずに凝集体の形成を開始する。工程2におけるシリカの焼成及び焼結開始は30秒間続く。この段階中、排気は任意選択的に、モールドキャビティ内のヘリウム濃度が維持されている限り低レベルとすることができる。

20

【0043】

次に、工程3にて、真空ポンプ40を中レベルにオンにし、電源58はその電力を低から高にランプアップする。この段階中、最内層70が溶融してガス不透過性バリアを形成する。上述のように、シリカ粒子16の残りにおける真空は、ガスの流れがシリカ粒子に入り込むことにより増加し、成形した粒子の上部71にもっばら生じる。排気は任意選択的に、この工程3において、シリカヒューム、オゾン及びNO_xを置換するのに十分なヘリウムを供給する際に開始されてもよい。層70はおよそ0.3mm厚である。

30

【0044】

工程4にて、無気泡層72が層70の真下で溶融される。そのように溶融するため、電力及び真空はいずれも表1に示すように高レベルである。この段階は約15秒間続く。層70の形成に起因する高真空により、層72は実質的に透明である。さらに、シリカ粒子16の上部71に引き出されるガスが主としてヘリウムであるように、ヘリウムガスの流れが続く。この層72は約2.0mm厚である。強度のCZ法工程の実施中に溶解するのは層70と共にこの層である。

40

【0045】

工程5にて、溶融が続き、より深い無気泡層76に至るが、この層はCZ法工程実施中に溶解することはない。この工程では、ヘリウム供給をオフにし、窒素供給をオンにし、電力(したがって熱)を中に下げる。およそ1.0mm厚～3.0mm厚であるこの層は、層72と同程度に透明である必要はなく、その理由は、層76は、溶解して融解物となることがないからである。そのため、この層が幾つかの気泡を含んでいてもルツボの性能が害を被ることはない。この工程にて窒素供給をオンにするが、その理由は、プラズマアークが生じているときに空気(より正確には酸素)をモールドキャビティから追い出すことが望ましいからである。酸素がなくなると、オゾン及びNO_x等、環境的に望ましくないガスの形成が最小限となる。第1の段階では、ヘリウムにより空気をルツボから追い出

50

し、そのため、シリカ粒子中の空気をヘリウムで置換するという有益な効果に加え、これらのガスの形成が最小限となる。工程5から先の各工程ではヘリウムが空気を置換し続けることができるであろうが、窒素のほうがより廉価であり、ヘリウム雰囲気中でのルツボの形成に対する主要な利益は実質的に満たされている。

【0046】

工程6にて、層78が形成される。この層はCZ法工程実施中にヒータからの放射を拡散させる気泡を含む。これらの気泡は、真空引きにより、層78内で溶解しているシリカ中のガスを残すことによって形成される。弁38を用いて導管36から導管44へガス抜きすることによって真空引きされる。これにより、排出ガスが雰囲気に対してではなくファン46及びその関連のフィルタアセンブリに送られる結果、より多くのガスの処理が得られる。層78は約5.0mm厚～8.0mm厚である。

10

【0047】

工程7は冷却段階であり、ここでは冷却中に排気ファンが稼動し続ける。

【0048】

工程8にて、プロセスが待機状態に戻る。

【0049】

この実施態様は、幾つかの他のプロセスを用いて行われねばならないように最内層70を取り除く必要がない。この理由は、層70が、ヘリウムに富んだ雰囲気中で形成されているからである。そのため、層70中に形成されるいかなる気泡も主としてヘリウム気泡であり、これらの気泡は溶解が完了する前につぶれる。従来技術のシステムはアーク点火及びガス供給の前に真空ポンプ及び排気ファンを始動させる。その結果、層70中のシリカ粒子は、ヘリウム飽和となつてその飽和状態のままとなる機会を有することがない。

20

【0050】

一変形態態では、供給されるヘリウムガスを、ヘリウムのように石英ルツボ中で容易に拡散する水素ガスと置換しても又は混合してもよい。別の実施形態では、管66を介して供給される1種又は複数種のガスに水蒸気を射出する。水蒸気の存在中での溶解により、完成ルツボにおける気泡特性が改善され、モールドキャビティ内に供給されるガスのかさ密度が上がる。

【0051】

【表1】

30

	待機	工程1	工程2	工程3	工程4	工程5	工程6	工程7	工程8
		浸漬	焼成	皮膜	第1の透明層	第2の透明層	不透明層	冷却	待機
排気ファン 46, 50	オフ	オフ	オフ	オフ	オン	オン	オン	オン	オフ
供給ガス ヘリウム 窒素	オフ オフ	オン オフ	オン オフ	オン オフ	オン オフ	オフ オン	オフ オン	オフ オフ	オフ オフ
真空ポンプ 40	オフ	オフ	オフ	中	高	高	低	オフ	オフ
電力 プラズマ 64	オフ	オフ	低	ランプアップ	高	中	中	オフ	オフ
持続時間 (秒)	-	50	30	20	15	200	500	250	-

40

【0052】

下記の表2は別の実施形態を示す。表2は、ヘリウムガスを使用していないこと以外、表1で参照される実施形態と同様である。表2に見られるように、アークが生じる直前に窒素を供給し、アークが励起している限り供給し続ける。これは、気泡の存在が決定的な問題とならないか、又は、ヘリウムを必要としない他の方法によって無気泡の最内層が形成される用途において使用されるルツボに関して十分に作用し得る。弁38を介して導管44に対しガス抜きを行うことによる真空引き後であっても窒素を供給してその供給を続ける結果、オゾン及びNO_xのレベルが下がる。導管44を介してファン46及びその関連

50

のフィルタアセンブリに対する真空排気により、生じる排出ガスの効果的な処理が行われる。オゾン及び NO_x が室内空気によって薄くなる（このことは、これらのガスがフード48、52のようなフードを介して排気される場合に当てはまる）と、処理がより困難となる。

【0053】

【表2】

	待機	工程1	工程2	工程3	工程4	工程5	工程6	工程7	工程8
		パージ	焼成	皮膚	第1の透明層	第2の透明層	不透明層	冷却	待機
排気 ファン 46, 50	オフ	オフ	オフ	オフ	オン	オン	オン	オン	オフ
供給ガス 窒素	オフ	低	低	高	高	高	高	オフ	オフ
真空 ポンプ 40	オフ	オフ	オフ	高	高	高	低	オフ	オフ
電力 プラズマ 64	オフ	オフ	低	ランプ アップ	高	中	中	オフ	オフ
持続時間 (秒)	-	50	30	20	15	200	500	250	

10

【0054】

第1の実施例では、天然石英粒子がモールド12のキャピティ内に粒子16の形状で形成される。プログラム可能な電源58は1000kVA容量を有し、ファン46、50はそれぞれ800m³/時の排気容量を有する。工程のシーケンス及びタイミングを下記で表3に示す。この実施例は表1の実施形態に多少とも対応し、ここではヘリウム及び窒素のいずれも使用される。この第1の実施例に関して、ヘリウムの全消費量は5.0立方メートルであり、窒素の全消費量は30.0立方メートルであり、各工程での各ガス消費量及び総量は表3の下列に示す。この実施例において形成されるルツボ断面の真空焼成試験（CZ法をシミュレートする）の結果を図3の写真に示す。分かるように、写真の上部である最内層に気泡又は気泡成長はない。図3における目盛りの各ラインの間は0.5mmあり、2.0mmを超える無気泡層を示す。

20

【0055】

【表3】

	待機	工程1	工程2	工程3	工程4	工程5	工程6	工程7	工程8
		浸漬	焼成	皮膚	第1の透明層	第2の透明層	不透明層	冷却	待機
排気 ファン 46, 50	5%	5%	5%	5%	80%	100%	100%	50%	5%
供給ガス (m ³ /時)									
ヘリウム	0	100	200	200	200	0	0	0	0
窒素	0	0	0	0	0	200	200	0	0
真空 ポンプ 40	0%	0%	0%	30%	100%	100%	15%	0%	0%
電力 プラズマ 64	0%	0%	5%	ランプ アップ	100%	80%	80%	0%	0%
持続時間 (秒)	-	50	25	15	25	40	500	250	-
ヘリウム (m ³)	5.00	1.39	1.39	0.83	1.39	0.00	0.00	0.00	
窒素 (m ³)	30.00	0.00	0.00	0.00	0.00	2.22	27.78	0.00	

30

40

【0056】

表4に示す第2の実施例は、表2の実施形態に多少とも対応し、ここでは窒素のみを使用する。この実施例に関してルツボを製造するのに用いるシステムは第1の実施例におけるのと同じである。窒素ガスの全消費量は32.43立方メートルであった。オゾン及び NO_x の著しい低減が観察された。

50

【 0 0 5 7 】

いずれもの実施形態及び実施例では、排気ファンの速度、したがってフード48、52を介するガス排気率、及びガス管66を介するガス供給率を制御することによってキャビティ圧力を制御して、遮蔽板56の下のキャビティ内の圧力を約1気圧に維持し得るが、本発明は他のキャビティ圧力で実施することもできる。

【 0 0 5 8 】

【表4】

	待機	工程1	工程2	工程3	工程4	工程5	工程6	工程7	工程8
		パーズ	焼成	皮膜	第1の透明層	第2の透明層	不透明層	冷却	待機
排気ファン 46, 50	5%	5%	5%	20%	100%	100%	100%	50%	5%
供給ガス窒素	0	30	30	100	200	200	200	0	0
真空ポンプ 40	0%	0%	0%	100%	100%	100%	15%	0%	0%
電力プラズマ 64	0%	0%	5%	ランプアップ	100%	80%	80%	0%	0%
持続時間 (秒)		50	25	15	25	40	500	250	-
窒素 (m ³)	32.43	0.42	0.21	0.42	1.39	2.22	27.78	0.00	

10

20

【 0 0 5 9 】

本発明の原理をその好適な実施形態において説明し示してきたが、本発明は、かかる原理から逸脱しない限り、配置及び細部において変更することができることが明らかであろう。全ての変更及び変形は添付の特許請求の範囲の精神及び範囲内にあるものとする。

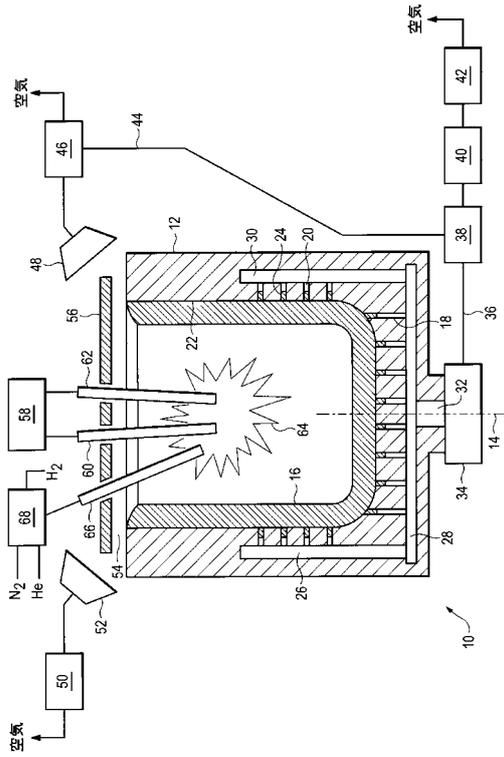
【符号の説明】

【 0 0 6 0 】

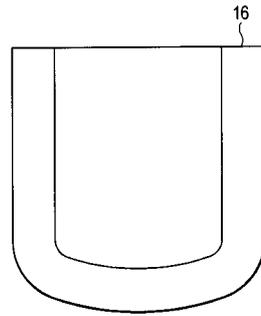
10：システム、12：モールド、14：対称軸、16：シリカ粒子、18, 20：流路、22：モールド内表面、24：多孔質グラファイトプラグ、26, 28, 30：多岐管、32：穴、34：回転ユニオン、36：導管、38：三方弁、40：真空ポンプ、42：排気処理システム、44：導管、46：排気ファン、48：フード、50：排気ファン、52：フード、54：開口、56：遮蔽板、58：電源、60, 62：電極、64：高温アークプラズマ、66：ガス管、68：ガス供給制御装置、70：最内層、71：上部、72：無気泡層、76：無気泡層、78：層。

30

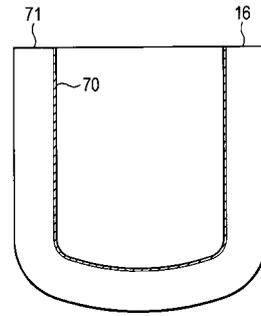
【 図 1 】



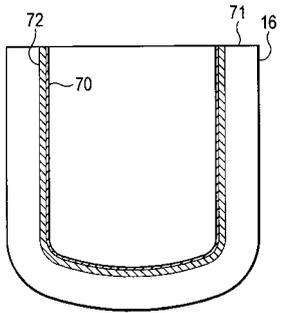
【 図 2 A 】



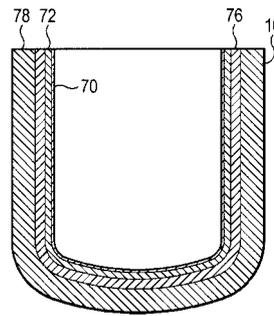
【 図 2 B 】



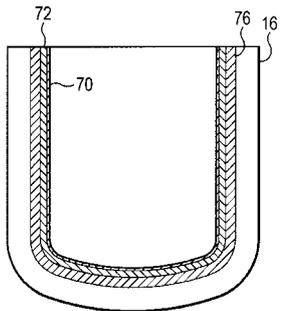
【 図 2 C 】



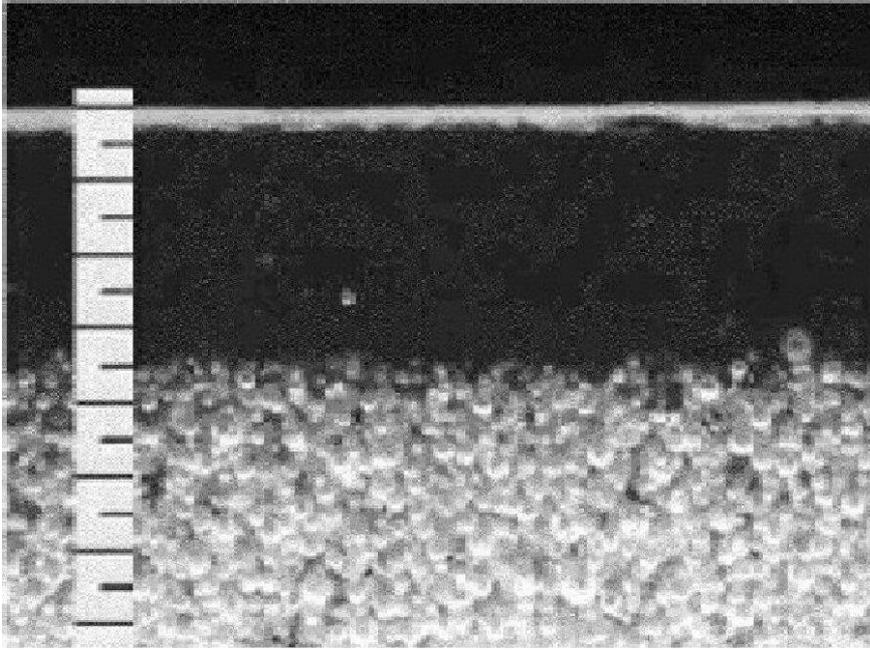
【 図 2 E 】



【 図 2 D 】



【 図 3 】



フロントページの続き

(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22番2号

(74)代理人 100080230

弁理士 石原 詔二

(74)代理人 100147935

弁理士 石原 進介

(72)発明者 剣持 克彦

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

(72)発明者 トーマス カイセル

ドイツ連邦共和国 ライプチヒ 04105 ヒンクセンストラッセ 21

(72)発明者 ロバート ジョセフ クーリッチ

アメリカ合衆国 ワシントン州 98607 ケーマス 4600 エヌダブリュー パシフィ
ック リム ブルバード

(72)発明者 ウォルター レーマン

ドイツ連邦共和国 ライプチヒ 04155 ペリッツストラッセ 22

審査官 横山 敏志

(56)参考文献 特開平09-020586(JP,A)

特表2004-518601(JP,A)

特開2007-070221(JP,A)

特開2008-081398(JP,A)

国際公開第2007/063996(WO,A1)

特開2005-206446(JP,A)

特開2001-233629(JP,A)

特開2001-328831(JP,A)

特開2003-034593(JP,A)

国際公開第2009/041684(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B1/00-35/00

C03B20/00