I795571

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本　**(11)證書號數：TW I795571 B**

(45)公告日： 中華民國 112 (2023) 年 03 月 11 日

(21)申請案號：108120019　(22)申請日： 中華民國 108 (2019) 年 06 月 11 日

(51)Int. Cl.：　***C30B15/10　(2006.01)***

(30)優先權：2018/08/09　日本　2018-150790

(71)申請人：日商信越石英股份有限公司 (日本) SHIN-ETSU QUARTZ PRODUCTS CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：馬場裕二 BABA, YUJI (JP)

(74)代理人：李世章

(56)參考文獻：

TW　I447391B　JP　2000-247778A

JP　2018-104247A

審查人員：鐘文宏

申請專利範圍項數：7 項　圖式數：7　共 38 頁

(54)名稱

石英玻璃坩堝

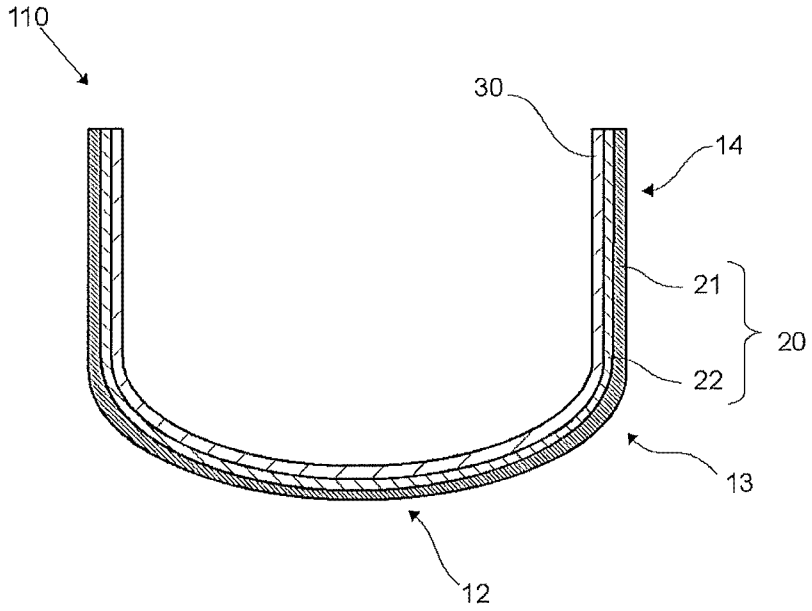
(57)摘要

本發明是一種石英玻璃坩堝，其由底部、彎曲部及直筒部構成，其中，該石英玻璃坩堝具有外層與內層，該外層由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層由透明石英玻璃構成；前述外層在至少前述直筒部的一部分中是由複數個層構成；前述複數個層之中，至少 1 層是易失透層，以 1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱 24 小時後，該易失透層的失透斑點數為 50 個/cm^3 以上且 70 個/cm^3 以下；並且，前述複數個層之中，在前述石英玻璃坩堝的厚度方向上的位於前述易失透層的內側之層是低失透層，以 1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱 24 小時後，該低失透層的失透斑點數為 2 個/cm^3 以下。藉此，提供一種石英玻璃坩堝，其能夠抑制因加熱而導致的變形，並且能夠抑制失透過度進展。

無

指定代表圖：

第1圖



符號簡單說明：

12:底部

13:彎曲部

14:直筒部

20:外層

21:易失透層

22:低失透層

30:內層

110:石英玻璃坩堝

公告本

I795571

【發明摘要】

【中文發明名稱】石英玻璃坩堝

【英文發明名稱】無

【中文】本發明是一種石英玻璃坩堝，其由底部、彎曲部及直筒部構成，其中，該石英玻璃坩堝具有外層與內層，該外層由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層由透明石英玻璃構成；前述外層在至少前述直筒部的一部分中是由複數個層構成；前述複數個層之中，至少1層是易失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該易失透層的失透斑點數為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下；並且，前述複數個層之中，在前述石英玻璃坩堝的厚度方向上的位於前述易失透層的內側之層是低失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該低失透層的失透斑點數為2個/cm^3以下。藉此，提供一種石英玻璃坩堝，其能夠抑制因加熱而導致的變形，並且能夠抑制失透過度進展。

【英文】無

【指定代表圖】第 1 圖

【代表圖之符號簡單說明】

12 底部

13 彎曲部

14 直筒部

20 外層

21 易失透層

22 低失透層

30 內層

110 石英玻璃坩堝

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】石英玻璃坩堝

【英文發明名稱】無

【技術領域】

【0001】 本發明有關一種石英玻璃坩堝。

【先前技術】

【0002】 以往，在製造單晶半導體材料這種單晶物質時，廣泛採用所謂稱為柴可斯基法(Czochralski method)的方法。此方法是使多晶矽在容器內熔融後，將晶種的端部浸入此熔融浴(熔融液)內並一邊使其旋轉一邊提拉。在此方法中，於晶種下方會成長具備相同晶體方位(crystal orientation)的單晶。在提拉單晶矽時，就此單晶提拉容器而言，一般使用石英玻璃坩堝。此石英玻璃坩堝具有外層與內層，該外層由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層由實質上不含有氣泡的透明石英玻璃構成。

【0003】 近年來，伴隨提拉矽單晶的操作時間的長時間化，要求石英玻璃坩堝多功能化。具體而言，雖然發生了因長時間加熱而導致石英玻璃坩堝變形這樣的變形問題，但是藉由設置結晶化促進層來作為其對策，從而能夠解決變形問題。例如，專利文獻1記載了一種在石英玻璃坩堝的外層設置由添加有結晶化促進劑的二氧化矽玻璃

所構成之層。又，專利文獻2記載了一種3層結構的石英玻璃坩堝，其中，坩堝的外層由添加有鋁(Al)之石英層構成，中間層由天然石英層或高純度合成石英層構成，內層由透明高純度合成石英層構成。專利文獻3記載了下述內容：對使用於坩堝用途的原料加熱，並進行失透評估。

[先前技術文獻]

(專利文獻)

【0004】

專利文獻1：日本特開2008-081374號公報

專利文獻2：日本特開2000-247778號公報

專利文獻3：日本特開2015-155375號公報

【發明內容】

【0005】 [發明所欲解決的問題]

如上所述，對於因長時間加熱而導致石英玻璃坩堝變形的問題，能夠藉由在坩堝外層設置結晶化促進層來加以解決。然而，如果結晶化過度進展，則會衍生下述失透問題：失透現象過度進展或失透現象朝向坩堝的厚度方向進展。因此，抑制結晶化的應對是必要的。如果失透現象過度進展，則會發生下述問題：坩堝中產生龜裂等的破損等。關於這些問題，需要在1個石英玻璃坩堝內實施下述相反的對策：對於變形問題，促進結晶化；對於失透問題，抑制結晶化。

【0006】 又，以往，以二氧化矽以外的鋁、鋇(Ba)等的雜質元素的雜質濃度來規定對石英玻璃坩堝加熱時的失透的容易程度。然而，根據本發明人的研究可知，即便在以相同加熱條件來對具有相同雜質濃度之二氧化矽玻璃加熱的情況下，有時失透的狀況仍會不同。例如， 如上所述，專利文獻1記載了在石英玻璃坩堝的外層添加結晶化促進劑，但是關於失透的容易程度，是以結晶化促進劑(鋁、鋇、鈣(Ca)、鉀(K))的濃度來規定。又，專利文獻2亦記載了藉由坩堝各層中的鋁濃度來控制坩堝各層的結晶化的程度。然而，這些雜質濃度與失透的程度，不一定具有高相關性。

【0007】 本發明是有鑑於上述情事而完成，其目的在於提供一種石英玻璃坩堝，其能夠抑制因加熱而導致的變形，並且能夠抑制失透過度進展。

[解決問題的技術手段]

【0008】 本發明是為了解決上述問題而完成的，提供一種石英玻璃坩堝，其由底部、彎曲部及直筒部構成，該石英玻璃坩堝的特徵在於：具有外層與內層，該外層由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層由透明石英玻璃構成；前述外層在至少前述直筒部的一部分中是由複數個層構成；前述複數個層之中，至少1層是易失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該易失透層的失透斑點數為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下；並且，前述複數個層之中，在前述石英玻璃坩堝的厚度方向上的位

於前述易失透層的內側之層是低失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該低失透層的失透斑點數為2個/cm^{3}以下。

【0009】 這種石英玻璃坩堝，藉由在構成外層的複數個層中具有易失透層，能夠製成在加熱時容易失透的層。藉此，加熱時能夠確保坩堝的強度。並且，同時藉由在構成外層的複數個層中的比易失透層更內側具有低失透層，能夠防止因易失透層的存在而導致失透過度進展。藉由這些層的存在，能夠兼顧抑制坩堝變形及抑制失透過度進展。又，藉由根據失透斑點數來定義這些各層，能夠確實地控制失透的狀態。

【0010】 此時，由前述複數個層所構成之外層，較佳是：具有中失透層作為前述易失透層和前述低失透層以外之層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該中失透層的失透斑點數為超過2個/cm^{3}且10個/cm^{3}以下。

【0011】 如果是這種在構成外層的複數個層中具有中失透層之石英玻璃坩堝，則能夠藉由利用中失透層來進行適度地失透，從而使得坩堝的強度容易提高。

【0012】 又，較佳是：前述外層的前述複數個層之中，最外層為前述易失透層。

【0013】 如此一來，藉由將構成外層的複數個層之中的最外層設為易失透層，能夠使坩堝最外層容易失透，從而

容易高度地保持坩堝強度，並且能夠容易抑制失透向內層方向傳遞。

【0014】 又，較佳是：前述外層是由天然石英玻璃構成，前述內層是由合成石英玻璃構成。

【0015】 如此一來，藉由將坩堝內層設為由合成石英玻璃構成，能夠減少雜質對於保持於坩堝內的內容物的汙染。並且，藉由將坩堝外層設為由天然石英玻璃構成，能夠適度地調整外層中的失透密度而維持強度，並且能夠降低成本。

【0016】 又，較佳是：前述易失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的5%以上，前述低失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的20%以上且70%以下，前述內層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的5%以上。

【0017】 如此一來，若將易失透層的厚度設為石英玻璃坩堝的厚度的5%以上，則能夠更充分地確保要進行失透的部分。又，藉由將低失透層的厚度設為石英玻璃坩堝的厚度的20%以上，能夠更有效地抑制由易失透層所產生的失透傳遞。又，藉由將低失透層的厚度設為石英玻璃坩堝的厚度的70%以下，能夠更確實地確保坩堝強度。又，藉由將內層的厚度設為石英玻璃坩堝的厚度的5%以上，能夠適當地保持坩堝的內容物，並且能夠更有效地抑制雜質對於內容物的汙染。

[發明的功效]

【0018】 本發明的石英玻璃坩堝，藉由在構成外層的複數個層中具有根據失透斑點數所定義的易失透層與位於其內側的低失透層，能夠兼顧抑制坩堝變形及抑制失透過度進展。

【圖式簡單說明】

【0019】 第1圖是本發明的石英玻璃坩堝的第1實施態樣的概略剖面圖。

第2圖是本發明的石英玻璃坩堝的第2實施態樣的概略擴大剖面圖。

第3圖是本發明的石英玻璃坩堝的第3實施態樣的概略擴大剖面圖。

第4圖是本發明的石英玻璃坩堝的第4實施態樣的概略擴大剖面圖。

第5圖是以往的石英玻璃坩堝的概略擴大剖面圖。

第6圖是另一個以往的石英玻璃坩堝的概略擴大剖面圖。

第7圖是產生於石英玻璃中的失透斑點的照片。

【實施方式】

【0020】 以往，在石英玻璃坩堝中的用以促進失透的結晶化促進層中，一般是添加鋁、鋇等的金屬雜質。又，如專利文獻1、專利文獻2所記載，結晶化促進層，一般是規定其雜質濃度。然而，根據本發明人的研究，發現當使

用不同的原料粉(例如不同的生產地和生產者等的原料粉)作為基底之原料粉時，即便雜質濃度固定，有時失透的發生狀態仍不同。如果使添加有雜質之石英原料粉玻璃化，並對該石英玻璃加熱，則會以斑點狀的方式發生被稱為「失透」的現象。第7圖中表示失透斑點的照片。

【0021】 例如，當使用作為不同原料粉的石英粉1～3來作為原料粉時，在各石英粉中添加作為結晶化促進雜質的鋁，然後將添加後的鋁濃度設為50質量ppm並使其固定。然而，發現即便以相同的加熱條件來對這些添加有結晶化促進劑之原料粉加熱，所發生的失透斑點數(失透斑點的個數密度)仍不同。將其彙整於表1。

[表1]

作為基底的原料粉	結晶化促進雜質濃度 [ppm]	失透斑點發生數 [個/cm^3]
石英粉1	50	50～60
石英粉2	50	30～40
石英粉3	50	10～20

【0022】 如此一來，根據原料粉的不同，可知存在一種即便結晶促進劑的濃度高但結晶化等級仍低的原料粉等。當欲藉由失透來提高坩堝的強度時，在結晶化促進坩堝中重要的是作為結果的結晶(失透斑點)的發生數，而非促進劑的濃度。因此，本發明中，發現以失透斑點數來定義易失透層和低失透層。藉此，能夠在加熱石英玻璃坩堝時比以往更確實地控制坩堝各層的失透狀態。

【0023】 如上所述，即便結晶化促進雜質濃度相同，失透斑點數仍隨著作為基底的原料粉而不同，被認為是其他

因素影響，而非鋁、鋇等的結晶化促進雜質元素，但是詳細的理由不明。然而，不論如何，只要在製成石英玻璃後根據加熱時的失透斑點數來規定，就能夠直接規定為了獲得下述效果所需的構成：確保石英玻璃坩堝中的強度或抑制失透過度進展。而且，例如只要對樣品實施1600℃、24小時的熱處理，就能夠簡單地且實驗性地確認失透斑點數。

【0024】 又，本發明人發現在石英玻璃坩堝的外層中，適當地在內側設置易失透層(結晶化促進層)與低失透層，該易失透層用以防止坩堝變形和挫曲(buckling)，該低失透層用以不使易失透層(結晶化促進層)的失透進行至必要程度以上，藉此能夠兼顧抑制坩堝變形及抑制失透過度進展，從而完成本發明。

【0025】 以下，參照圖式來更具體地說明本發明。在各圖中，類似的構成要素是附上相同的元件符號來加以說明。

【0026】 (第1實施態樣)

第1圖中表示本發明的石英玻璃坩堝的一例(第1實施態樣)的概略剖面圖。如第1圖所示，本發明的石英玻璃坩堝110，是由底部12、彎曲部13及直筒部14構成。直筒部14，是指坩堝形狀中的約略圓筒形的部分。將直筒部14與底部12之間的區域稱為彎曲部13。坩堝的底部12，例如能夠定義為具有坩堝外徑的約三分之二以下的直徑之部分。直筒部14的高度，例如能夠定義為坩堝高

度中的上部的四分之三之部分，但是依據坩堝的形狀而有所不同。

【0027】 又，石英玻璃坩堝110，具有外層20與內層30，該外層20由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層30由透明石英玻璃構成。內層30實質上不含有氣泡，因此是看起來透明的部分。又，本發明的石英玻璃坩堝110，其外層21在至少直筒部14的一部分中是由複數個層構成。第1圖中示出了下述例子：整個外層20(全部的底部12、彎曲部13及直筒部14)由2層構成，且外層20具有下述易失透層21和低失透層22。進一步，本發明的石英玻璃坩堝110，其中，構成外層20的複數個層之中，至少1層是易失透層21，以1600℃對石英玻璃坩堝110加熱24小時後，該易失透層21的失透斑點數為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下；並且，該複數個層之中，在石英玻璃坩堝110的厚度方向上的位於易失透層21的內側之層是低失透層22，以1600℃對石英玻璃坩堝110加熱24小時後，該低失透層22的失透斑點數為2個/cm^3以下。

【0028】 如上所述，易失透層21，是在以1600℃對石英玻璃坩堝110加熱24小時後，失透斑點數為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下的層。能夠藉由下述方式來測定失透斑點數：由熱處理後的石英玻璃坩堝製作樣品，並以光學顯微鏡來放大觀察。

【0029】 石英玻璃坩堝容易在直筒部14發生變形和挫曲，因此易失透層21以至少存在於石英玻璃坩堝110的直筒部14的一部分為佳，較佳是：當將直筒部的高度設為100%時，至少存在於其50%以上。其中，易失透層21，可存在於直筒部14的全部高度，如第1圖所示，亦可存在於全部的直筒部14、彎曲部13、底部12。易失透層21，較佳是其上端存在於直到直筒部14中的下述位置為止：比當將矽熔融液保持於石英玻璃坩堝110中之時的熔融液面更高的位置。又，易失透層21的下端，較佳是超過直筒部14並設定在彎曲部13。原因在於，藉由設定在這樣的位置，能夠更有效的保持石英玻璃坩堝110在加熱時的強度。

【0030】 如上所述，低失透層22，是在石英玻璃坩堝110的厚度方向上的位於易失透層21的內側之層。又，低失透層22，是在以1600℃對石英玻璃坩堝110加熱24小時後，失透斑點數為2個/cm^3以下的層。藉由在外層20具有低失透層22，能夠防止因易失透層21的存在而導致失透過度進展。此時，低失透層22，較佳是：如第1圖所示，在石英玻璃坩堝110的厚度方向上以鄰接的方式位於易失透層21的內側；但是在低失透層22與易失透層21之間亦可存在有其他層，例如下述的中失透層。任一態樣都能夠獲得下述效果：抑制失透向內側進展。

【0031】 又，本發明的石英玻璃坩堝的外層20，可具有易失透層21和低失透層22以外之層。尤其，本發明的

石英玻璃坩堝，較佳是由複數個層所構成之外層具有中失透層來作為易失透層和低失透層以外之層。此處的中失透層，是指在以1600℃對石英玻璃坩堝加熱24小時後，失透斑點數為超過2個/cm^3且10個/cm^3以下的層。

【0032】（第2實施態樣）

第2圖所示的第2實施態樣中，石英玻璃坩堝120在外層20中的直筒部14的一部分中，具有易失透層21和低失透層22。低失透層22，鄰接易失透層21且存在於從易失透層21至內層30為止的位置。進一步，外層20中的不存在易失透層21和低失透層22之部分，存在有中失透層23。

【0033】具有這樣的構成之石英玻璃坩堝120，當提拉矽單晶時等，能夠在石英玻璃坩堝120被加熱時，於易失透層21中產生失透，從而提高坩堝強度。並且，藉由低失透層22的存在，能夠抑制產生於易失透層21中的失透傳遞，從而能夠防止石英玻璃坩堝120中產生龜裂或破損。

【0034】（第3實施態樣）

第3圖所示的第3實施態樣中，石英玻璃坩堝130在外層20中的直筒部14的一部分中，具有易失透層21和低失透層22。進一步，亦在直筒部14中的存在有易失透層21和低失透層22之部分中，以鄰接低失透層22的方式存在有中失透層23。又，石英玻璃坩堝130中，中失透層

23亦存在於不存在有易失透層21和低失透層22之部分中。

【0035】 具有這樣的構成之石英玻璃坩堝130，藉由利用易失透層21來促進坩堝壁失透，從而提高坩堝強度，另一方面，利用低失透層22來抑制失透進展、傳遞。此處，低失透層22本身不易發生失透，因此低失透層22本身在加熱時的強度較弱。因此，藉由中失透層23的存在，能夠彌補坩堝強度，從而能夠提高石英玻璃坩堝整體的耐變形性。

【0036】 又，本發明的石英玻璃坩堝的外層20，除了易失透層21、低失透層22、中失透層23以外，還可進一步具有其他層。又，易失透層21、低失透層22，可分別在石英玻璃坩堝的厚度方向上為各1層，亦可存在複數個層。當外層20中存在中失透層23或其他層時，亦可以是各1層，亦可存在複數個層。

【0037】 (第4實施態樣)

第4圖所示的第4實施態樣中，亦與第3實施態樣同樣地，石英玻璃坩堝140在外層20中的直筒部14的一部分中，具有易失透層21和低失透層22。但是，此第4實施態樣中，在易失透層21與低失透層22之間具有中失透層23。此時，亦能夠藉由利用加熱使易失透層21中發生失透，來提高石英玻璃坩堝140的強度。又，即便大量發生於易失透層21中的失透通過中失透層23而進展，至少仍

能藉由低失透層22來抑制失透傳遞。藉此，能夠抑制整個石英玻璃坩堝140中的失透過度進展。

【0038】 如第1、2、3、4圖所示，本發明的石英玻璃坩堝110、120、130、140中，較佳是外層20的複數個層之中的最外層為易失透層21。藉由將構成外層20的複數個層之中的最外層設為易失透層21，能夠使最外層容易失透，從而容易高度地保持坩堝強度，並且能夠容易抑制失透向內層30的方向傳遞。

【0039】 又，本發明的石英玻璃坩堝110、120、130、140中，較佳是外層20是由天然石英玻璃構成，內層30是由合成石英玻璃構成。藉由將內層30設為由合成石英玻璃構成，能夠減少雜質對於保持於石英玻璃坩堝110、120、130、140內的內容物(矽熔融液)的汙染。並且，藉由將外層20設為由天然石英玻璃構成，能夠容易適度地調整外層20中的失透密度而維持強度，並且能夠降低成本。

【0040】 又，本發明的石英玻璃坩堝110、120、130、140中，較佳是易失透層21的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的5%以上。藉此，能夠在石英玻璃坩堝110、120、130、140中更充分地確保要進行失透的部分。又，進一步更佳是此易失透層21的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的30%以下。若是石英玻璃坩堝的厚度的30%以下的厚度的易失透層，則能夠抑制失透過度進展。又，較佳是低失透層22

的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的20%以上且70%以下。藉此，能夠更有效地抑制由易失透層21所產生的失透傳遞，並且能夠更確實地確保坩堝強度。進一步更佳是此低失透層22的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的20%以上且60%以下。又，較佳是內層30的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的5%以上。藉此，能夠適當地保持石英玻璃坩堝110、120、130、140的內容物(矽熔融液)，並且能夠更有效地抑制雜質對於內容物的汙染。進一步更佳是內層30的厚度為石英玻璃坩堝110、120、130、140的厚度的10%以上。

【0041】 又，當以第3圖的石英玻璃坩堝130的方式具有中失透層23時，較佳是中失透層23的厚度為石英玻璃坩堝130的厚度的10%以上。藉此，能夠更有效地確保石英玻璃坩堝130的強度。

【0042】 構成石英玻璃坩堝的各層的厚度，能夠利用例如剖面觀察來測定。亦即，只要破壞石英玻璃坩堝，並從剖面方向測定各層的厚度即可。此時，亦能夠使用偏光板來確認各層的交界。又，若預先在製造石英玻璃坩堝時藉由模具的旋轉速度差異來賦予各層氣泡密度分佈，則較容易測定各層的厚度。此外，能夠藉由感應耦合電漿(ICP)測定來實行雜質層別剖面分析，並確認各層的厚度。

【0043】 說明本發明的石英玻璃坩堝的製造方法。此處是以第1圖的石英玻璃坩堝110和第3圖的石英玻璃坩堝130作為例子來進行說明。

【0044】 能夠使用一種用於構成外層20的複數個層的各原料粉、及用於內層30的原料粉，來製造第1圖、第3圖所示的本發明的石英玻璃坩堝110、130。能夠藉由例如下述方式來製造石英玻璃坩堝110、130：使用各原料粉(原料石英粉)，並以對應要製造的石英玻璃坩堝110、130的各層的方式，在旋轉模具內成型原料粉成型體，然後藉由電弧放電等來從內部對該原料粉成型體進行加熱等。又，預先將相當於外層20的部分製成原料粉成型體，並在旋轉模具內成型，關於內層30，可藉由下述方式來在外層20的內表面上形成內層30：藉由電弧放電來從外層用原料粉成型體的內部進行加熱熔融的同時，將合成石英玻璃粉等的原料粉供給至該高溫氣氛中。

【0045】 能夠藉由下述方式來準備易失透層21的原料粉：準備作為基底的原料粉(實行摻雜處理前的原料粉)，並對其摻雜例如結晶化促進劑(鋁、鋇等)。此處，如上所述，本發明是在構成石英玻璃坩堝110、130時，根據在規定條件(以1600℃加熱24小時)下的失透斑點數來規定易失透層21。此與像以往那樣以鋁、鋇等的雜質元素的雜質濃度來規定失透的容易程度的情形不同。因此，易失透層21的原料粉中的結晶化促進劑的濃度，較佳是根據構成易失透層21時的失透斑點數來設定。亦即，只要

預先藉由對易失透層21的原料粉摻雜結晶化促進劑等來調整雜質濃度，使得在由原料粉形成石英玻璃坩堝110、130的易失透層21後，以1600℃加熱24小時後的失透斑點數成為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下，然後使用此原料來製作樣品，並對所製作的樣品實行上述加熱處理，然後調查是否達到希望的失透斑點數，並根據該結果來篩選要使用的原料粉即可。亦能夠使用即便不調整雜質濃度仍能獲得上述失透斑點數之原料粉。

【0046】 低失透層22的原料粉，是選擇下述原料粉來加以使用：在由原料粉形成石英玻璃坩堝110、130的易低透層22後，以1600℃加熱24小時後的失透斑點數成為2個/cm^3以下的原料粉。

【0047】 當以第3圖的石英玻璃坩堝130的方式具有中失透層23時，中失透層23的原料粉是選擇下述原料粉來加以使用：在由原料粉形成石英玻璃坩堝130的中失透層23後，以1600℃加熱24小時後的失透斑點數成為超過2個/cm^3且10個/cm^3以下的原料粉。

【0048】 作為用於石英玻璃坩堝110、130的內層30的原料粉，較佳是使用合成石英粉。藉此，能夠將內層30製成合成石英玻璃層。

【0049】 以對應所欲製造的石英玻璃坩堝110、130的構成外層20的各層的方式，將上述各原料粉分別配置於旋轉模具內，並實行加熱。確認由各原料粉所形成之石英玻璃中的以1600℃加熱24小時後的失透斑點數的值

時，可由各原料粉製作作為樣品的石英玻璃片，然後實行加熱實驗(以1600℃進行24小時)並進行測定，較佳是：實際製作石英玻璃坩堝，並以1600℃加熱24小時後，由各層取出樣品並加以測定。原因在於，能夠依據實際製作石英玻璃坩堝時的條件來規定失透斑點數。如此製作石英玻璃坩堝並測得的各層的失透斑點數，即便是由相同批次的原料粉所形成之各層，亦能夠視為同等。

[實施例]

【0050】 以下，列舉本發明的實施例及比較例來進一步具體地進行說明，但是本發明不限定於這些實施例，只要不超出本發明的技術思想，當然能夠進行各種變化。

【0051】 (實施例1)

如以下方式進行，來製作如第3圖所示的石英玻璃坩堝130。作為用以形成易失透層21的原料粉(原料粉A)，準備一種摻雜有鋁且由粒徑為50～500 μm的天然石英粉所組成之原料粉。摻雜鋁前的原料粉(基底原料粉)，是於製成石英玻璃後，在以1600℃加熱24小時的情況下失透斑點數成為13個/cm^3的原料粉。藉由對此基底原料粉摻雜鋁，以將摻雜鋁之原料粉製成石英玻璃後在以1600℃加熱24小時的情況下失透斑點數成為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下的方式，來調整摻雜量。

【0052】 又，作為用以形成低失透層22的原料粉，準備一種由失透斑點數成為1個/cm^3且粒徑為50～500 μm的天然石英粉所組成之原料粉(原料粉B)。又，作為用

以形成中失透層23的原料粉，準備一種由失透斑點數成為8個/cm^{3}且粒徑為50～500μm的天然石英粉所組成之原料粉(原料粉C)。

【0053】繼而，將原料粉A供給至進行旋轉的內徑為830mm的模具內直筒部，來成型厚度為10mm的粉體層A(作為易失透層21的粉體層)。此時，將成型粉體層A成型為：所欲製造的石英玻璃坩堝130的易失透層21，如第3圖所示地位於直筒部14的一部分。繼而，將原料粉B供給至模具內直筒部，來在粉體層A的內側成型厚度為10mm的粉體層B(作為低失透層22的粉體層)。繼而，將原料粉C供給至模具內直筒部、彎曲部、底部，來成型剩餘的需要成型的粉體層C(作為中失透層23的粉體層)。此時，將粉體層C成型為：所欲製造的石英玻璃坩堝130的中失透層23，如第3圖所示地位於低失透層22的內側、及易失透層21和低失透層22的上方、下方。

【0054】藉由電弧放電來對此成型體從該成型體的內部進行加熱熔融的同時，以100～200g/分鐘的比例來將合成石英玻璃粉等的原料粉供給至該高溫氣氛中，在整個內面區域形成厚度1～3mm的無氣泡的透明玻璃層。對於熔融結束並冷卻後的直徑為805～815mm的石英玻璃坩堝，以高度達到500mm的方式來切割上端部，而製作石英玻璃坩堝130。

【0055】破壞這樣的石英玻璃坩堝130，並從剖面方向來測定易失透層21和低失透層22的厚度，結果易失透層

21的厚度相對於石英玻璃坩堝130的直筒部14的厚度的比例是約15%。低失透層22的厚度相對於石英玻璃坩堝130的直筒部14的厚度的比例是約40%。

【0056】 以1600℃對以與上述相同方式製作的石英玻璃坩堝130加熱24小時後，測定易失透層21、低失透層22、中失透層23的失透斑點。其結果，失透斑點數，易失透層21是60個/cm^3，低失透層22是1個/cm^3，中失透層23是8個/cm^3。

【0057】 又，使用以與上述相同方式製作的石英玻璃坩堝130來實行矽單晶的提拉，並評估操作結果。作為操作結果的評估，是評估耐變形性、失透狀態。作為評估基準，關於耐變形性，是將發生了對操作有影響的變形的情況設為「不良」，將觀察到對操作無影響的輕微變形的情況設為「良好」，將操作中幾乎未觀察到變形的情況設為「特別良好」。又，關於失透狀態，是將操作後的失透層(失透進展並結晶化後的層)的厚度為石英玻璃坩堝130的厚度的60%以上的情況設為「不良」。將此厚度為低於石英玻璃坩堝130的厚度的60%的情況設為「良好」。將此厚度為低於石英玻璃坩堝130的厚度的50%的情況設為「特別良好」。

【0058】 實施例1中，操作結果並未觀察到問題，因而為良好的結果。

【0059】 實施例1中的構成外層的層(子層)的數量、根據構成外層的複數個層的失透斑點數所規定的層的種類

和失透斑點數、內層的種類，如表2中所示。又，表2中亦示出操作前的石英玻璃坩堝中的易失透層21和低失透層22的厚度相對於坩堝的厚度的比例(以下亦僅稱為「層厚比例」)。又，表2中示出耐變形性、失透狀態的評估，作為操作結果的評估。

【0060】 (實施例2)

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將中失透層配置在最外層，並將易失透層與低失透層配置在其內側。又，各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。

【0061】 (實施例3)

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將低失透層22的層厚比例設為22%。又，各層中的失透斑點數和易失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。

【0062】 (實施例4)

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將低失透層22的層厚比例設為18%。又，各層中的失透斑點數和易失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。失透狀態為「良好」，雖然相較於實施例1，失透較進展，但是在操作上不成問題。

【0063】（實施例5）

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將易失透層21的層厚比例設為5%。又，各層中的失透斑點數和低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。雖然失透的進展少於實施例1，但是在操作上成為問題的變形並未發生。

【0064】（實施例6）

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將易失透層21的層厚比例設為35%。又，各層中的失透斑點數和低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。相較於實施例1，雖然失透較進展，但是在操作上不成問題。

【0065】（實施例7）

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是作為用以形成相當於實施例1中的中失透層23的層的原料粉，是使用一種在製成石英玻璃後失透更容易因加熱而進展的原料粉。各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載，在相當於實施例1中的中失透層23的層中，失透點數是12個。此比本發明中的「中失透層」的範圍更高，相較於實施例1，失透更容易因提拉矽單晶時的加熱而進展。對於所製造的石英玻璃坩堝，以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。

失透狀態為「良好」，相較於實施例1，失透較進展。但是，在操作上不成問題。

【0066】（實施例8）

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，將低失透層22的層厚比例設為10%。又，各層中的失透斑點數和易失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。雖然失透狀態為「良好」，相較於實施例1，失透較進展。被認為是因低透層22較薄所導致。但是，在操作上不成問題。

【0067】（實施例9）

以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是作為用以形成相當於實施例1中的中失透層23的層的原料粉，是使用一種在製成石英玻璃後失透更容易因加熱而進展的原料粉。各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載，在相當於實施例1中的中失透層23的層中，失透點數是15個。此比本發明中的「中失透層」的範圍更高，相較於實施例1，失透更容易因提拉矽單晶時的加熱而進展。對於所製造的石英玻璃坩堝，以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。失透狀態為「良好」，相較於實施例1，雖然失透較進展，但是在操作上不成問題。

【0068】（實施例10）

製作第2圖所示的石英玻璃坩堝120。作為原料，是使用一種在實施例1中所使用的用以形成易失透層21的原料粉(原料粉A)和用以形成低失透層22的原料粉(原料粉B)、用以形成中失透層23的原料粉(原料粉C)、及用於形成內層30的原料粉。

【0069】 原料粉成型體的製作方法如以下所述。首先，將原料粉A供給至進行旋轉的內徑為830mm的模具內直筒部，來成型厚度為10mm的粉體層A(作為易失透層21的粉體層)。此時，將成型粉體層A成型為：所欲製造的石英玻璃坩堝120的易失透層21，如第2圖所示地位於直筒部14的一部分。繼而，將原料粉B供給至模具內直筒部，來在粉體層A的內側成型厚度為18mm的粉體層B(作為低失透層22的粉體層)。繼而，將原料粉C供給至模具內直筒部、彎曲部、底部中的未成型粉體A、B層的區域，來成型剩餘的需要成型的粉體層C(作為中失透層23的粉體層)。此時，將粉體層C成型為：所欲製造的石英玻璃坩堝120的中失透層23，如第2圖所示地位於易失透層21和低失透層22的上方、下方。

【0070】 藉由電弧放電來對此成型體從該成型體的內部進行加熱熔融的同時，以100～200g/分鐘的比例來將合成石英玻璃粉等的原料粉供給至該高溫氣氛中，在整個內面區域形成厚度1～3mm的無氣泡的透明玻璃層。對於熔融結束並冷卻後的直徑為805～815mm的石英玻璃坩

堝，以高度達到500mm的方式來切割上端部，而製作石英玻璃坩堝120。

【0071】 破壞這樣的石英玻璃坩堝120，並從剖面方向測定易失透層21和低失透層22的厚度，結果相對於石英玻璃坩堝120的直筒部140的厚度的比例，易失透層21是約15%。低失透層22是約70%。

【0072】 以1600℃對以與上述相同方式製作的石英玻璃坩堝120加熱24小時後，測定易失透層21、低失透層22、中失透層23的失透斑點。其結果，失透斑點數，易失透層21是60個/cm^3，低失透層22是1個/cm^3。又，如第2圖所示地位於易失透層21和低失透層22的上方、下方的中失透層23中，失透斑點數是7個/cm^3。

【0073】 對於所製作的石英玻璃坩堝120，以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。耐變形性為「良好」，相較於實施例1，雖然存在坩堝變形的情形，但是在操作上不成問題。

【0074】 (實施例11)

製作一種石英玻璃坩堝，其在外層中具有以低失透層包夾易失透層之構成。作為原料粉，是使用一種在實施例1中所使用的用以形成易失透層21的原料粉(原料粉A)和用以形成低失透層22的原料粉(原料粉B)、及用於形成內層30的原料粉。

【0075】 原料粉成型體的製作方法如以下所述。首先，將原料粉B供給至模具內直筒部，來成型粉體層B(作為低

失透層的粉體層)。繼而，在模具內直筒部中將原料粉A成型為粉體層A(作為易失透層的粉體層)。進一步，將原料粉B供給至模具內直筒部，來成型第2層的粉體層B(作為低失透層的粉體層)。繼而，將原料粉C供給至模具內直筒部、彎曲部、底部之中的未成型粉體A、B層之區域，來成型剩餘的需要成型的粉體層C(作為中失透層的粉體層)。

【0076】 藉由電弧放電來對此成型體從該成型體的內部進行加熱熔融的同時，以100～200g/分鐘的比例來將合成石英玻璃粉等的原料粉供給至該高溫氣氛中，在整個內面區域形成厚度1～3mm的無氣泡的透明玻璃層。對於熔融結束並冷卻後的直徑為805～815mm的石英玻璃坩堝，以高度達到500mm的方式來切割上端部，而製作石英玻璃坩堝。

【0077】 破壞這樣的石英玻璃坩堝，並從剖面方向測定低失透層的厚度，結果低失透層的厚度相對於石英玻璃坩堝的直筒部的厚度的比例，分別是約35%。又，各層中的失透斑點數和易失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。耐變形性為「良好」，相較於實施例1，雖然存在坩堝變形的情形，但是在操作上不成問題。

【0078】 (比較例1)

以與實施例1的石英玻璃坩堝130調換外層20中的各層的順序的方式，來製造石英玻璃坩堝。亦即，從外層

開始製成中失透層、低失透層、易失透層的構成，來製作製造石英玻璃坩堝。此時，易失透層與內層相接，因此即便在內層，失透亦過度進展，操作結果的評估皆為「不良」。

【0079】（比較例2）

基本上以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，減少相當於第3圖的易失透層21的層的原料粉中的鋁摻雜濃度，並調整成失透斑點數少於50個/cm^3。又，各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。耐變形性為「不良」，因而對操作結果有影響。被認為原因在於，外層中的失透不足。

【0080】（比較例3）

基本上以與實施例1相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是在外層中，增加相當於第3圖的易失透層21的層的原料粉中的鋁摻雜濃度，並調整成失透斑點數超過70個/cm^3。又，各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。因相當於易失透層的層而導致過度發生失透，因此失透狀態為「不良」。

【0081】（比較例4）

基本上以與比較例2相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是進一步在外層中，作為相當於第3圖的低失透層

22的層(從最外層起算第2層)的原料粉，是使用一種能夠成為中失透層的原料粉(其中，是失透斑點數變得比從最外層起算第3層更少之原料粉)。又，各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。耐變形性為「不良」，因而對操作結果有影響。被認為原因在於，外層中的失透不足。失透狀態為「良好」，相較於實施例1，失透較進展。

【0082】 (比較例5)

基本上以與比較例3相同的方式來製造石英玻璃坩堝，但是進一步在外層中，作為相當於第3圖的低失透層22的層(從最外層起算第2層)的原料粉，是使用一種能夠成為中失透層的原料粉(其中，是失透斑點數變得比從最外層起算第3層更少之原料粉)。又，各層中的失透斑點數和易失透層、低失透層的層厚比例，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。因相當於易失透層的層而導致過度發生失透，因此失透狀態為「不良」。

【0083】 (比較例6)

製造具有如第5圖所示的構成之石英玻璃坩堝200。此石英玻璃坩堝200，其外層220全部由中失透層223構成，在該外層220上形成有內層230。作為原料粉，是使用一種在實施例1的石英玻璃坩堝130中所使用的用以形成中失透層23的原料粉和用於形成內層30的原料粉。

【0084】 外層220中的失透斑點數，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。耐變形性為「不良」，因而對操作結果有影響。被認為原因在於，外層中的失透不足。

【0085】 (比較例7)

製造具有如第6圖所示的構成之石英玻璃坩堝300。此石英玻璃坩堝300，在外層220中是由易失透層221和中失透層223構成，在該外層220上形成有內層230。不具有低失透層。作為原料粉，是使用一種在實施例1的石英玻璃坩堝130中所使用的用以形成易失透層21的原料粉和用以形成中失透層23的原料粉、及用於形成內層30的原料粉。

【0086】 構成外層的各層中的失透斑點數，如表2所記載。以與實施例1相同的方式來評估操作結果，如表2所示。失透狀態為「不良」，因而對操作結果有影響。原因在於，在外層中失透過度進展。

【００８７】 [表２]

	外層構成層數	外層			內層	易失透層厚比例[%]	低失透層厚比例[%]	操作結果	
		最外層失透斑點數[個/cm^3]	從外側起算第2層失透斑點數[個/cm^3]	從外側起算第3層失透斑點數[個/cm^3]				耐變形性	失透狀態
實施例1	3	易失透層60	低失透層1	中失透層8	合成層	15	40	特別良好	特別良好
實施例2	3	中失透層6	易失透層55	低失透層2	合成層	20	50	特別良好	特別良好
實施例3	3	易失透層55	低失透層1	中失透層6	合成層	15	22	特別良好	特別良好
實施例4	3	易失透層55	低失透層1	中失透層6	合成層	15	18	特別良好	良好
實施例5	3	易失透層65	低失透層1	中失透層5	合成層	5	40	良好	特別良好
實施例6	3	易失透層60	低失透層1	中失透層6	合成層	35	40	特別良好	良好
實施例7	3	易失透層60	低失透層1	失透度高於中失透層12	合成層	20	40	特別良好	良好
實施例8	3	易失透層60	低失透層1	中失透層5	合成層	15	10	特別良好	良好
實施例9	3	易失透層60	低失透層2	失透度高於中失透層15	合成層	20	40	特別良好	良好
實施例10	2	易失透層60	低失透層1	—	合成層	15	70	良好	特別良好
實施例11	3	低失透層1	易失透層60	低失透層1	合成層	15	70(各35%)	良好	特別良好
比較例1	3	中失透層8	低失透層1	易失透層60	合成層	15	40	不良	不良
比較例2	3	失透度低於易失透層45	低失透層2	中失透層3	合成層	15	40	不良	特別良好
比較例3	3	失透度高於易失透層75	低失透層2	中失透層3	合成層	15	40	特別良好	不良
比較例4	3	失透度低於易失透層45	中失透層3	中失透層7	合成層	15	0	不良	良好
比較例5	3	失透度高於易失透層80	中失透層3	中失透層7	合成層	15	0	特別良好	不良
比較例6	1	中失透層7	—	—	合成層	0	0	不良	特別良好
比較例7	2	易失透層60	中失透層7	—	合成層	15	0	特別良好	不良

【００８８】 由實施例１～１１及比較例１～７的結果可知，藉由以失透斑點數來規定的易失透層和位於其內側的低

失透層的存在，能夠兼顧抑制坩堝變形及抑制失透過度進展。

【0089】 再者，本發明並不限定於上述實施形態。上述實施形態為例示，任何具有實質上與本發明的申請專利範圍所記載的技術思想相同的構成且發揮相同功效者，皆包含在本發明的技術範圍內。

【符號說明】

【0090】

12 底部

13 彎曲部

14 直筒部

20、220 外層

21、221 易失透層

22 低失透層

23、223 中失透層

30、230 內層

110、120、130、140、200、300 石英玻璃坩堝

【生物材料寄存】

【0091】 國內寄存資訊 (請依寄存機構、日期、號碼順序註記)

無

【0092】 國外寄存資訊 (請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記)

無

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種石英玻璃坩堝，其由底部、彎曲部及直筒部構成，該石英玻璃坩堝的特徵在於：

具有外層與內層，該外層由含有氣泡的不透明石英玻璃構成，該內層由透明石英玻璃構成；

前述外層在至少前述直筒部的一部分中是由複數個層構成；

前述複數個層之中，至少1層是易失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該易失透層的失透斑點數為50個/cm^3以上且70個/cm^3以下；

並且，前述複數個層之中，在前述石英玻璃坩堝的厚度方向上的位於前述易失透層的內側之層是低失透層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該低失透層的失透斑點數為2個/cm^3以下。

【第2項】 如請求項1所述之石英玻璃坩堝，其中，由前述複數個層所構成之外層，具有中失透層作為前述易失透層和前述低失透層以外之層，以1600℃對前述石英玻璃坩堝加熱24小時後，該中失透層的失透斑點數為超過2個/cm^3且10個/cm^3以下。

【第3項】 如請求項1所述之石英玻璃坩堝，其中，前述外層的前述複數個層之中，最外層為前述易失透層。

【第4項】 如請求項2所述之石英玻璃坩堝，其中，前

述外層的前述複數個層之中，最外層為前述易失透層。

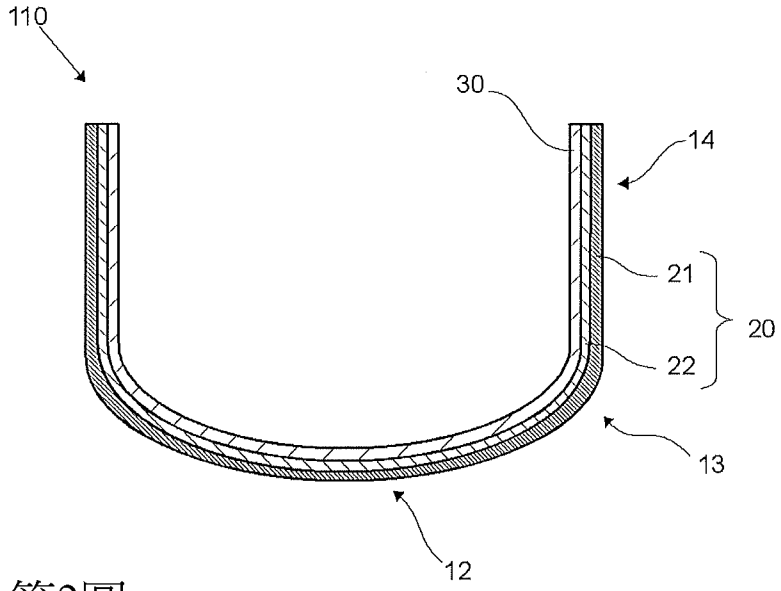
【第5項】 如請求項1～4中任一項所述之石英玻璃坩堝，其中，前述外層是由天然石英玻璃構成，前述內層是由合成石英玻璃構成。

【第6項】 如請求項1～4中任一項所述之石英玻璃坩堝，其中，前述易失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的5%以上，前述低失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的20%以上且70%以下。

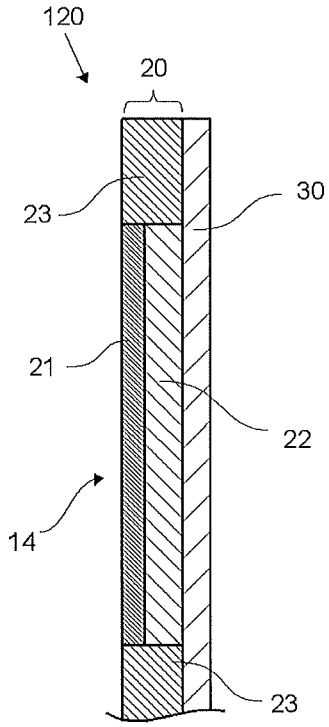
【第7項】 如請求項5所述之石英玻璃坩堝，其中，前述易失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的5%以上，前述低失透層的厚度為前述石英玻璃坩堝的厚度的20%以上且70%以下。

【發明圖式】

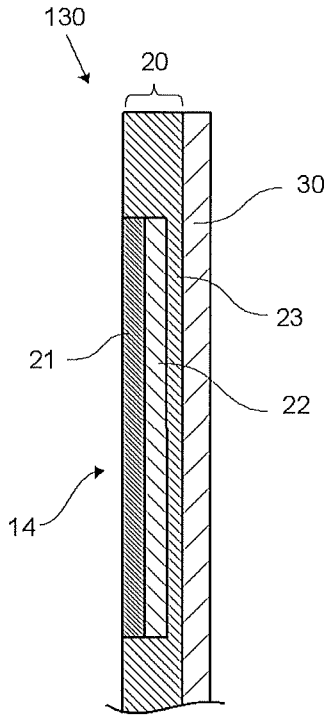
第1圖



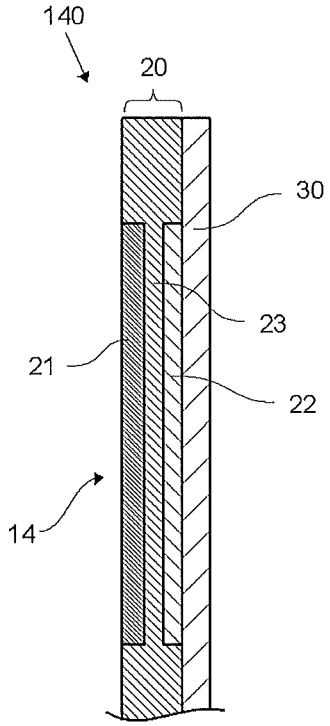
第2圖



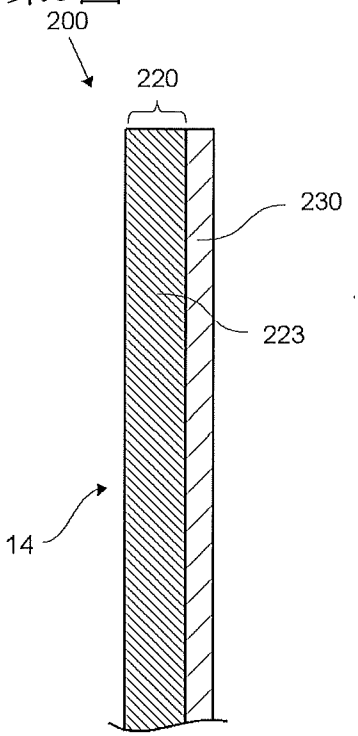
第3圖



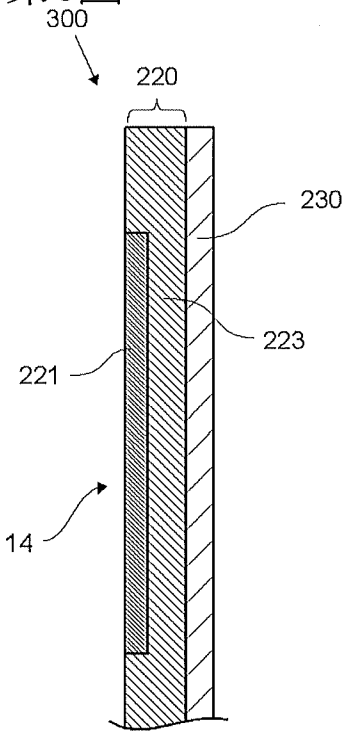
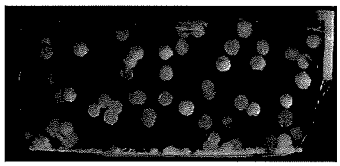
第4圖



第5圖



第6圖



第7圖