

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-149603

(P2017-149603A)

(43) 公開日 平成29年8月31日(2017.8.31)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)
C03B 20/00 (2006.01) C03B 20/00 H 4G014

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2016-32798 (P2016-32798)
 (22) 出願日 平成28年2月24日 (2016.2.24)

(71) 出願人 507182807
 クアーズテック株式会社
 東京都品川区大崎二丁目11番1号
 (74) 代理人 100101878
 弁理士 木下 茂
 (74) 代理人 100187506
 弁理士 澤田 優子
 (72) 発明者 山川 敬士
 神奈川県秦野市曾屋30番地 クアーズテ
 ック株式会社 技術開発センター内
 Fターム(参考) 4G014 AH00

(54) 【発明の名称】 石英ガラスルツボの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 石英ガラスルツボの特定領域における選択的な多層化、薄層化を行うことができ、また層境界付近に残存する気泡を抑制した石英ガラスルツボの製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法は、回転するルツボ成形用型内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体を形成する工程と、前記石英ガラス成形体を加熱溶融し、その後、冷却し、石英ガラスルツボを形成する工程と、を含む。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

回転するルツボ成形用型内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体を形成する工程と、

前記石英ガラス成形体を加熱溶融し、その後、冷却し、石英ガラスルツボを形成する工程と、

を含むことを特徴とする石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 2】

前記石英ガラス成形体を形成する工程において、

ルツボ成形用型に対して、石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、一の層を形成した後、前記一の層内側領域の全体又は任意の領域に、前記石英ガラス原料粉と同一あるいは異なる石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、少なくとも一つの他の層を形成することを特徴とする請求項 1 記載の石英ガラスルツボの製造方法。

10

【請求項 3】

前記ルツボ成形用型の内周面から吸引され、前記ルツボ成形用型の内周面が $1 \sim 101.3 \text{ kPa}$ の圧力環境下において、前記石英ガラス原料粉の吹付けが実行されることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 4】

前記石英ガラス原料粉として、天然石英ガラス粉、合成石英ガラスの精製粉若しくは仮焼粉のいずれかが用いられることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 3 のいずれかに記載の石英ガラスルツボの製造方法。

20

【請求項 5】

前記石英ガラス原料粉に有機バインダーが添加されていることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 4 のいずれかに記載の石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 6】

前記石英ガラス原料粉の吹付けが、空気、窒素、酸素、アルゴン、ヘリウムの中から選択される一のガスをキャリアガスとして、実行されることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 5 のいずれかに記載の石英ガラスルツボの製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

30

【0001】

本発明は、石英ガラスルツボの製造方法に関し、例えばシリコン単結晶の引き上げに用いられる石英ガラスルツボの製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

シリコン単結晶の製造方法としては、ルツボ内に収容された原料シリコン融液の表面に種結晶を接触させ、前記ルツボを回転させるとともに、種結晶を反対方向に回転させながら上方へ引上げることにより、種結晶の下端に単結晶インゴットを育成する、チョクラルスキー法（CZ法）が広く用いられている。

このチョクラルスキー法（CZ法）に用いられるルツボは、一般的に、不透明石英ガラス層で形成される外層及びこの外層の内面に形成される透明石英ガラス層（内層）を有する、いわゆる多層構造の石英ガラスルツボが用いられる。

40

【0003】

この石英ガラスルツボの製造方法には種々の方法があるが、例えば、特許文献 1 では、ゾル・ゲル法を用いて石英ガラスルツボを製造する方法が提案されている。

また、特許文献 2 では、溶融型中で、遠心力作用により SiO_2 外層を形成し、その後、前記溶融型中に供給された SiO_2 粒子を、アークにより SiO_2 粒子を軟化させ、前記外層に吹き付ける製造方法が提案されている。

【0004】

更に、特許文献 3 では、(1) シリカ粒子である第一原料粉、非晶質シリカからなり平

50

均粒径が小さい第二原料粉、主成分がシリカであり、Al元素及び/又はOH基を含有するか、結晶核材を含有する第三原料粉、及び、高純度結晶質シリカである第四原料粉の準備、(2)第一及び第二原料粉を含有する基体形成用混合スラリーの作製、(3)基体形成用混合スラリーを鑄込み型枠の中に導入、(4)鑄込み型枠内の基体形成用混合スラリーを加熱脱水して基体を仮成形、(5)基体の焼成、(6)基体の内側から第三原料粉を散布して供給しながら溶融し、基体の内表面上に中間層を形成、(7)中間層が形成された基体の内側から第四原料粉を散布して供給しながら溶融し、中間層の内表面上に内側層を形成、の各工程を有し、(5)と、(6)(7)とのいずれかを先に行うシリカ容器の製造方法が提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2012-211081号公報

【特許文献2】特開2007-45704号公報

【特許文献3】特開2010-159173号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、特許文献1に記載された、ゾル・ゲル法を用いて石英ガラスルツボを製造方法は、ルツボの外層の内周面全体に所定の厚さを有する内層を形成するには適している。

しかしながら、ゾル・ゲル法を用いて、ルツボの内周面の特定の領域にのみ多層化することは困難であり、また層の厚さを薄層化することが困難であった。即ち、ルツボの特定領域の選択的な多層化、また薄層化が困難であるという技術的課題があった。

【0007】

一方、特許文献2,3に記載された製造方法は、基体(外層)に対して原料粉(SiO_2 粒子)を散布して供給しながら溶融し、基体(外層)の内表面上に層を形成するため、特定領域のある程度の選択的な多層化、また薄層化を行うことができる。

しかしながら、特許文献2に記載された製造方法では、供給される SiO_2 粒子を軟化させ、前記外層に吹き付けると共に、前記アークにより外層を溶融するため、前記 SiO_2 粒子の層と、外層との間の供給熱量の溶融寄与率が異なり、両者の層境界付近に気泡が残存し、無泡化が困難であるという技術的課題があった。

【0008】

同様に、特許文献3に記載された製造方法も、前記(5)基体の焼成、(6)基体の内側から第三原料粉を散布して供給しながら溶融し、基体の内表面上に中間層を形成、(7)中間層が形成された基体の内側から第四原料粉を散布して供給しながら溶融し、中間層の内表面上に内側層を形成、の各工程を有し、(5)と、(6)(7)とのいずれかを先に行うため、基体と、中間層、内側層との間の層境界付近に気泡が残存し、無泡化が困難であるという技術的課題があった。尚、基体の焼成を、中間層、内側層の形成よりも先に行った場合には、脱泡のプロセスを組み難く、層境界付近に気泡がより残存しやすいという技術的課題があった。

【0009】

本発明は、前記した技術的問題を解決するためになされたものであり、ルツボの特定領域における選択的な多層化、薄層化を行うことができ、また層境界付近に残存する気泡を抑制した石英ガラスルツボの製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記目的を達成するためになされた本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法は、回転するルツボ成形用型内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体を形成する工程と、前記石英ガラス成形体を加熱溶融し、その後、冷却し、石英ガラスルツボを形成する工程と、を含むことを特徴としている。

10

20

30

40

50

【0011】

このように、回転するルツボ成形用型内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体を形成するため、ルツボにおける特定領域を多層化、あるいは薄層化することができる。即ち、ルツボの任意の位置に、任意の範囲、任意の厚さの層を形成することができる。

尚、非加熱かつ非溶融環境下とは、前記アーク及びこれに代替する熱源、例えば抵抗加熱、酸水素バーナー等の使用によって、石英ガラス原料粉（ SiO_2 粒子）を加熱し、石英ガラス原料粉（ SiO_2 粒子）を軟化或いは焼結といった形態変化させない環境下を意味するものである。

加えて、前記積層された石英ガラス成形体を加熱溶融し、その後冷却し、石英ガラスルツボとなすため、各層の供給熱量の溶融寄与率の差が少なく（各層が溶融状態となり）、層境界付近に残存する気泡を抑制することができる。

10

【0012】

ここで、前記石英ガラス成形体を形成する工程において、ルツボ成形用型に対して、石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、一の層を形成した後、前記一の層内側領域の全体又は任意の領域に、前記石英ガラス原料粉と同一あるいは異なる石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、少なくとも一つの他の層を形成することが望ましい。

このように、一の層内側領域の全体又は任意の領域に、少なくとも一つの他の層を形成し、多層化するのが好ましい。特に、倒れ込み、座屈、液面振動等、石英ガラスルツボに生じる不具合領域を多層化するのに適している。

20

【0013】

また、前記ルツボ成形用型の内周面から吸引され、前記ルツボ成形用型の内周面が1～101.3kPaの圧力環境下において、前記石英ガラス原料粉の吹付けが実行されることが望ましい。

このように、ルツボ成形用型の内周面が1～101.3kPaの圧力環境下において、石英ガラス原料粉の吹付けが実行されるため、緻密な石英ガラス成形体を得ることができる。

【0014】

また、前記石英ガラス原料粉として、天然石英粉、合成石英の精製粉若しくは仮焼粉のいずれかが用いられることが望ましく、また前記石英ガラス原料粉に有機バインダーが添加されていても良い。

30

【0015】

更に、前記石英ガラス原料粉の吹付けが、空気、窒素、酸素、アルゴン、ヘリウムの中から選択される一のガスをキャリアガスとして、実行されることが望ましい。

このように、キャリアガスを用いて石英ガラス原料粉の吹付けを行うことにより、より緻密な石英ガラス成形体を得ることができ、より気泡の少ない石英ガラスルツボを得ることができる。

【発明の効果】

【0016】

本発明によれば、ルツボの特定領域における選択的な多層化、薄層化を行うことができ、また層境界付近に残存する気泡を抑制した石英ガラスルツボの製造方法を得ることができる。

40

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】図1は、本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法に用いられる石英ガラスルツボの製造装置（成形体を製造する装置）を示す概略図である。

【図2】図2は、本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法に用いられる石英ガラスルツボの製造装置（加熱溶融部）を示す概略図である。

【図3】図3は、本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法によって製造された石英ガラスルツボの一例を示す断面図である。

50

【図 4】図 4 は、本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法によって製造された石英ガラスルツボの他の例を示す断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

本発明に係る石英ガラスルツボの製造方法は、例えば、図 1 に示すような石英ガラスルツボ製造装置 1 を用いて行われ、回転するルツボ成形用型 2 の内側部材 3 内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体 30 を形成する。

その後、図 2 に示す石英ガラスルツボ製造装置 1 の加熱溶融部 20 によって、前記石英ガラス成形体 30 を加熱溶融した後、冷却し、石英ガラスルツボを形成する。

10

【0019】

この石英ガラスルツボの製造方法にあつては、回転するルツボ成形用型 2 の内側部材 3 内に石英ガラス原料粉を、非加熱かつ非溶融環境下で、吹付けることにより、石英ガラス成形体 30 を形成するため、石英ガラスルツボの特定領域を多層化、あるいは薄層化することができる。即ち、石英ガラスルツボの任意の位置に、任意の範囲、任意の厚さの層を形成できる。

更に、前記石英ガラス成形体 30 を加熱溶融し、その後、冷却し、石英ガラスルツボとなすため、各層の供給熱量の溶融寄与率の差が少なく（各層が溶融状態となり）、層境界付近に残存する気泡を抑制することができる。

【0020】

20

この石英ガラスルツボの製造方法に用いられる製造装置について、図 1、2 に基づいて説明する。

前記石英ガラスルツボ製造装置 1 のルツボ成形用型 2 は、例えば複数の貫通孔を穿設した金型、もしくは高純化处理した多孔質カーボン型などのガス透過性部材で構成されている内側部材 3 と、その外周に通気部 4 を設けて、内側部材 3 を保持する保持体 5 とから構成されている。

【0021】

また、保持体 5 の下部には、図示しない回転手段と連結されている回転軸 6 が固着されていて、ルツボ成形用型 2 を回転可能に支持している。通気部 4 は、保持体 5 の下部に設けられた開口部 7 を介して、回転軸 6 の中央に設けられた排気口 8 と連結されており、この通気部 4 は、減圧機構 9 と連結されている。

30

このように石英ガラスルツボ製造装置 1 は、前記減圧機構 9 を動作させることにより、内側部材 3 内部の雰囲気の内周面から吸引するように構成されている。

【0022】

また、図 1 に示すように、この石英ガラスルツボ製造装置 1 は、石英ガラス原料粉を内側部材 3 の内部に供給するための石英ガラス原料粉供給機構 10 を備えている。

この石英ガラス原料粉供給機構 10 は、石英ガラス原料粉を吹き付けるノズル 11 と、石英ガラス原料粉が収容された原料カートリッジ 12 と、前記ノズル 11 と原料カートリッジ 12 と接続する原料粉供給用ホース 13 を備えている。

また、前記ノズル 11 には、キャリアガスを供給するためのキャリアガス供給用ホース 14 を備えている。

40

【0023】

前記ノズル 11、原料粉供給用ホース 13、キャリアガス供給用ホース 14 は、水平移動台 15 上に取り付けられ、図 1 に矢印 X で示すように水平移動台 15 は基体 16 に対して水平移動可能に構成されている。

また、ノズル 11 は、図 1 に矢印 Z で示すように回動可能に構成され、内側部材 3 に対する吹き付け角度を調整できるように構成されている。

【0024】

また、前記基体 16 及び原料カートリッジ 12 の支持部 12a は、垂直移動台 18 に取り付けられている。またこの垂直移動台 18 は、保持体 5 の外周面に固定された基体 17

50

に対して、図 1 に矢印 Y で示すように垂直移動可能（内側部材 3 の軸線方向に移動可能）に構成されている。

【 0 0 2 5 】

したがって、前記ノズル 1 1 は、内側部材 3 の径方向及び内側部材 3 の軸線方向（垂直方向）に移動可能に構成されると共に、内側部材 3 に対する吹き付け角度の調整のため、回動可能に構成されている。

【 0 0 2 6 】

ここで、前記原料カートリッジ 1 2 に収容された石英ガラス原料粉としては、天然石英粉、合成石英の精製粉若しくは仮焼粉のいずれかが用いられる。

これら石英ガラス原料粉は、ルツボの製造に用いられる、石英ガラス原料粉を用いることができ、粒径は、0.005 mm ~ 0.500 mm の範囲にあるものが好ましい。

尚、石英ガラスルツボの外周層、内周層を同一の原料粉を用いても良いが、例えば、ルツボの外周層を天然石英ガラス粉、内周層を合成石英ガラスの精製粉のように異なる原料粉を用いても良い。また、ルツボの外周層を天然石英ガラス粉、内周層を合成石英ガラスの精製粉、更に内周層の特定領域に合成石英ガラスの精製粉の層を形成しても良い。更に、各層において異なる元素を含有する石英ガラス粉を用いても良い。

【 0 0 2 7 】

また前記石英ガラス原料粉に有機バインダーが添加されていても良い。有機バインダーとしては、種々の有機材料を用いることができる。例えば、ポリビニルアルコール、メチルセルロース等が挙げられる。また、噴霧及び定着性に加えて、溶融ガラス内への炭素分等残留物及び取り扱いの簡易性を考慮すると、エタノール或いは純水の使用も好ましい。

【 0 0 2 8 】

また、ノズルに供給されるキャリアガスは、空気、窒素、酸素、アルゴン、ヘリウムのいずれかのガスが用いられる。

このように、キャリアガスを用いることにより、内側部材 3（または、既に吹き付けられた石英ガラス原料粉の層）の特定の領域に原料粉を吹き付けることができる。また、キャリアガスを用いて石英ガラス原料粉の吹付けを行うことにより、より緻密な石英ガラス成形体を得ることができる。

ここで、供給されるキャリアガスの流速は、0.5 ~ 6.5 m/s であることが望ましい。

【 0 0 2 9 】

また、前記減圧機構 9 を動作させることにより、内側部材 3 内部の雰囲気の内周面から吸引し、内側部材 3 の内表面が 1 ~ 1.013 kPa の圧力になされている。このような圧力環境下において、石英ガラス原料粉の吹き付けを実行した場合には、緻密な石英ガラス成形体を得ることができる。

尚、前記したように、石英ガラス成形体 3 0 は、非加熱かつ非溶融環境下で、回転するルツボ成形用型 2 の内側部材 3 内に石英ガラス原料粉を吹付けることにより形成する。

【 0 0 3 0 】

また、図 1 に示すような石英ガラスルツボ製造装置 1 には、図 2 に示すように、石英ガラス原料粉供給機構 1 0 からの石英ガラス原料粉によって形成された石英ガラス成形体を加熱溶融する加熱溶融部 2 0 が設けられている。

この加熱溶融部 2 0 には、前記内側部材 1 2 に対向する上部にはアーク放電用のアーク電極 2 1 と、窒素ガスあるいはヘリウムガスを噴射し、ルツボの所定部位に前記ガスを吹付けるノズル 2 2 とが設けられている。

【 0 0 3 1 】

次に、本発明にかかる石英ガラスルツボの製造方法について、更に詳しく説明する。この石英ガラスルツボ製造装置 1 の回転駆動源（図示せず）を稼働させて回転軸 6 を矢印の方向に回転させることによってルツボ成形用型 2 を所定の速度で回転させる。また、前記減圧機構 9 を動作させることにより、内側部材 3 内部の雰囲気の内周面から吸引し、内側部材 3 の内表面が 1 ~ 1.013 kPa の圧力にする。

10

20

30

40

50

【0032】

そして、非加熱かつ非溶融環境下で、前記ノズル11から内側部材3に対して、石英ガラス原料粉を吹き付ける。

この回転されたルツボ成形用型2内に石英ガラス原料粉を吹き付ける際には、例えば、初めに粗粒の天然石英ガラス原料粉を吹き付け、その後、その内表面に例えば微粒の合成石英ガラス原料粉を吹き付ける。

【0033】

このルツボ成形用型11内に供給された天然石英ガラス原料粉は、遠心力及び減圧機構9の吸引により、ルツボ成形用型11の内側部材12に押圧され、一つの層(天然石英ガラス層)が形成される。そして、この天然石英ガラス原料粉に続いて合成石英ガラス原料粉がルツボ成形用型2内に供給され、合成石英ガラス原料粉は、遠心力及び減圧機構9の吸引により、天然石英ガラス原料粉の層に押圧され、一つの他の層(合成石英ガラス層)が形成される。即ち、全体としてルツボ形状の2層の石英ガラス成形体30が形成される。

10

【0034】

その後、図2に示すように、大気雰囲気中で、減圧機構9の作動による減圧を続けた状態で、カーボン電極21に通電してルツボ成形体の内側から加熱し、石英ガラス成形体30を内側から順次溶融し、ルツボ形状体の内表面に溶融層を形成する。このように減圧溶融を行うことにより、内側層の合成石英ガラス層30a中に残存する気泡を低減することができる。

20

【0035】

そして、合成石英ガラス層30aが溶融し、合成石英ガラス層30aに内在する気泡が抜け、透明石英ガラス層が形成された後、ノズル22から窒素ガスあるいはヘリウムガスを高温に成り易い部位、例えばルツボの底部等に噴射し、高温化を抑制する。

【0036】

前記減圧機構9による、減圧度合の調整によって、不透明石英ガラス層(天然石英ガラス層)30b中の気泡量および気泡径を制御するため、合成石英ガラス層30aに内在する気泡が抜け、透明石英ガラス層が形成された後、減圧を調整もしくは停止する。

【0037】

また、不透明石英ガラス層(天然石英ガラス層)を形成する際、アーク電極21への通電量を増大させる。このアーク電極21への通電量を増大によって、合成石英ガラス層30aは高温化する。そのため、高温に成り易い部位、例えば石英ルツボ成形体の底部に窒素ガスあるいはヘリウムガスを噴射し、該部位における合成石英ガラス層30aの高温化を抑止し、ペーパライズによるアルミ及び金属系元素の濃縮を抑制する。

30

【0038】

そして、天然石英ガラス層30bを溶融し、不透明石英ガラス層が形成された後、アークを停止すると共に、窒素ガスあるいはヘリウムガスの吹き付を終了し、冷却し、石英ガラスルツボを形成する。

【0039】

上記実施形態にあっては、前記石英ガラス成形体を形成する工程において、ルツボ成形用型に対して、石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、一の層(外層)を形成した後、前記一の層外側領域の全体に異なる石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、他の層(内層)を形成した場合について説明した。

40

しかしながら、本発明はこれに限定されることなく、前記内層の任意の範囲に、更に石英ガラス原料粉の吹付けを実行し、他の層を形成しても良い。この場合、前記外層あるいは内層と同一あるいは異なる石英ガラス原料粉の吹付けを実行しても良い。

【0040】

具体的には、図3に示すように、前記内層30aの内側領域の上部に、層30cを形成し、ルツボ上部を3層化し、倒れ込み、座屈、液面振動等を抑制しても良い。同様に、図4に示すように、前記内層30aの内側領域の底面部に、層30cを形成し、ルツボ底面

50

部を3層化し、倒れ込み、座屈を抑制しても良い。

【0041】

形成される各層30cは、何れもルツボ周方向において一律0.1mm以上の任意の厚さで制御される。また、ルツボ成形用型の回転軸、即ちルツボ底面部中央を原点として、同成型用型の口元端部を終点とした座標で示される多層化形成範囲は、各層30cで、ルツボ周方向において10.0±0.5mmからの任意の幅で制御される。

但し、水平面に対して、使用する石英ガラス原料粉固有の安息角を超える傾斜面、或いはルツボ内面に凹凸形状を形成する際は、これを保持するために必要な遠心力を充足する回転半径と型回転数が与えられる。

【0042】

また、上記実施形態にあつては、キャリアガスを用いた吹付けを実行したが、前記したキャリアガスを用いずに、石英ガラス原料粉を自由落下により行つても良い。

【実施例】

【0043】

以下、本実施例の基づきさらに具体的に説明するが、本発明は下記実施例により制限されるものではない。

【0044】

(実施例1)

図1に示した前記製造装置を用いて、ルツボ成形用型を速度76rpmで回転させつつ、減圧機構を動作させることにより、内側部材内部の雰囲気の内周面から吸引し、内側部材3の内表面を80kPaの圧力になす。

その後、前記ノズルから内側部材に対して、天然石英ガラス原料粉(粒径0.20mm)を吹き付けた。前記天然石英ガラス原料粉は遠心力及び減圧機構の吸引により、ルツボ成形用型の内側部材に押圧され、内側部材の内周面に天然石英ガラス層を形成した。尚、このときのキャリアガスの流速を2.8m/sとした。

【0045】

その後、上記環境下で、合成石英ガラス原料粉(粒径0.20mm)をルツボ成形用型内に供給した。尚、このときのキャリアガスの流速も2.8m/sとした。

前記合成石英ガラス原料粉は遠心力及び減圧機構9の吸引により、天然石英ガラス原料粉の層の内周面全域に押圧され、合成石英ガラス層(内層)を形成した。

その結果、ルツボ成形用型の内部に、全体としてルツボ形状の2層の石英ガラス成形体を形成した。

【0046】

その後、図2に示すように、前記石英ガラス成形体を成型型回転数及び減圧機構による圧力調整を保持した上、SiO₂の熔融温度(推定2000)を得る条件下で、カーボン電極に通電してルツボ成形体の内側から加熱し、石英ガラス成形体を内側から順次熔融し、その後冷却し、石英ガラスルツボを製造した。

【0047】

(比較例1)

実施例1と同様の製造装置を用いて、同じくルツボ成形用型を速度76rpmで回転させつつ、減圧機構により内側部材3の内表面を80kPaの圧力とした。

型内へ投入する石英原料も実施例1と同じく、天然石英ガラス原料粉(粒径0.20mm)と合成石英ガラス原料粉(粒径0.20mm)を順次積層させたが、この時、各原料粉は型内へ所定量を一括して投入した後、石英ガラスルツボの内面に沿う形状の擦り切り棒により、石英ガラス成形体の形状へ整えた。

その後、実施例1と同様の条件下において熔融処理を施し、同じく2層構造の石英ガラスルツボを製造した。

【0048】

(比較例2)

実施例1と同様の製造装置を用いて、同じくルツボ成形用型を速度76rpmで回転さ

10

20

30

40

50

せつつ、減圧機構により内側部材 3 の内表面を 80 kPa の圧力とした。この時、型内へ投入する石英原料は天然石英ガラス原料粉（粒径 0.20 mm）のみとして、実施例 2 と同じく、石英ガラスルツボの内面に沿う形状の擦り切り棒により、石英ガラス成型体の形状へ整えた。

実施例 1 と同様の条件下において溶融処理を施す際に、加熱・溶融環境下において、合成石英ガラス原料粉（粒径 0.20 mm）を流速 2.8 m/s のキャリアガスにより吹き付けることで、合成石英ガラス層（内層）を形成した。その後冷却し、実施例 1 及び比較例 1 と同じく 2 層構造の石英ガラスルツボを製造した。

【0049】

そして、実施例 1 及び比較例 1、比較例 2 の気泡密度と内層厚さ寸法を測定した結果、実施例 1 及び比較例 1 の内層の気泡密度は 0.0043 個/mm³未満であり、気泡レスな層が得られた。

一方、比較例 2 の内層の気泡密度は、0.013 個/mm³であった。また、内層と外層の層境界に 0.40 個/mm³の気泡密度の高い部位が生じた。

また、実施例 1 及び比較例 2 の内層厚さ寸法は 0.5 ~ 1.5 mm の薄層を得ることが出来た。

一方、比較例 1 の内層厚さ寸法は部位によるバラツキが大きく最大 6.0 mm の肉厚部が生じた。

【0050】

このように、比較例 1 では低気泡密度を達成することができるが、薄層化が困難であり、比較例 2 では薄層化を達成することができるが、低気泡密度が困難である。

これに対して、実施例 1 では内層及び、内層と外層の層境界においても、低気泡密度を達成することができ、更に薄層化を達成することができることが確認された。

【符号の説明】

【0051】

- 1 石英ガラスルツボ製造装置
- 2 ルツボ成形用型
- 3 内側部材
- 4 通気部
- 5 保持体
- 6 回転軸
- 7 開口部
- 8 排気口
- 9 減圧機構
- 10 石英ガラス原料供給機構
- 11 ノズル
- 12 原料カートリッジ
- 20 加熱溶融部
- 21 アーク電極
- 30 石英ガラス成型体
- 30a 合成石英ガラス層
- 30b 天然石英ガラス層

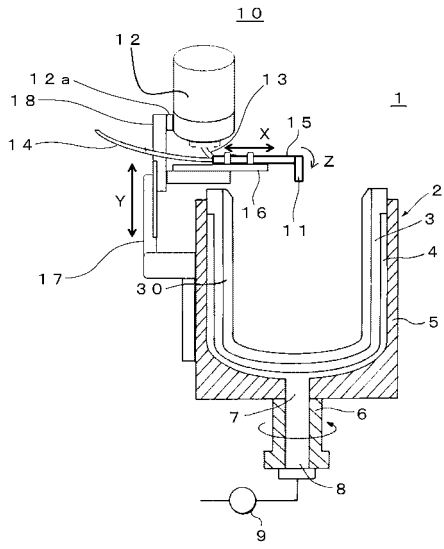
10

20

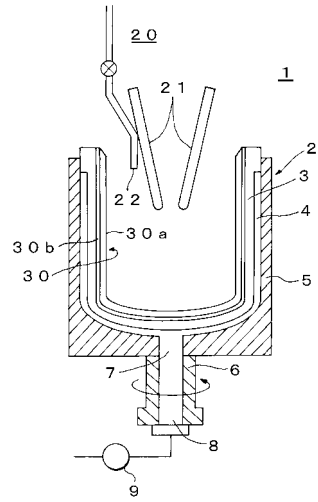
30

40

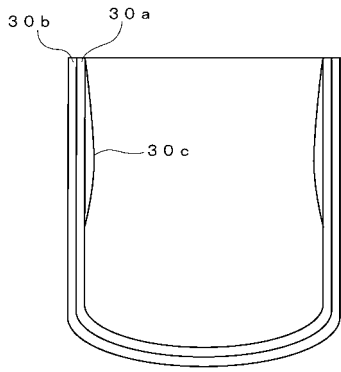
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】

