(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013 年 8 月 29 日(29.08.2013)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2013/125207 A1

(51) 国際特許分類:
C01B 33/035 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2013/000892

(22) 国際出願日: 2013 年 2 月 19 日(19.02.2013)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2012-037150 2012 年 2 月 23 日(23.02.2012) JP

(71) 出願人: 信越化学工業株式会社 (**SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.**) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目６番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 祢津　茂義(**NETSU, Shigeyoshi**); 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島２８－１　信越化学工業株式会社　合成技術研究所内 Niigata (JP). 黒澤　靖志(**KUROSAWA, Yasushi**); 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島２８－１　信越化学工業株式会社　合成技術研究所内 Niigata (JP). 星野　成大(**HOSHINO, Naruhiro**); 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島２８－１　信越化学工業株式会社　合成技術研究所内 Niigata (JP).

(74) 代理人: 大野　聖二，外 (**OHNO, Seiji** et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内１丁目６番５号　丸の内北口ビル２１階　大野総合法律事務所 Tokyo (JP).

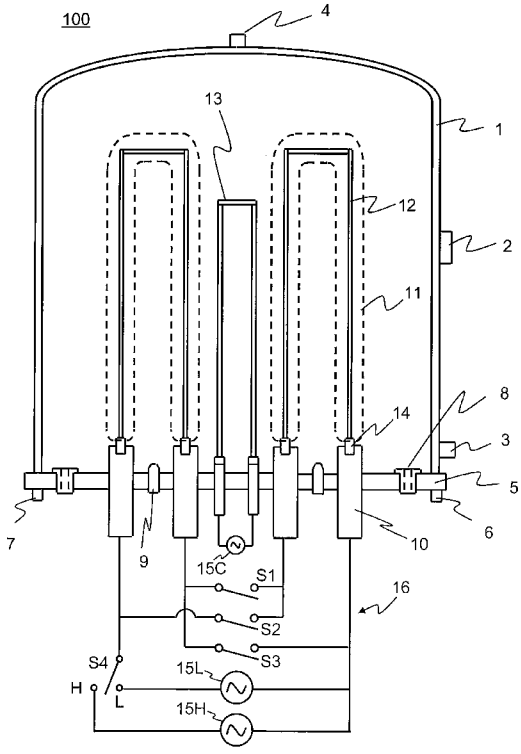
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

[続葉有]

(54) **Title**: POLYCRYSTALLINE SILICON ROD MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称 : 多結晶シリコン棒の製造方法



(57) **Abstract**: Switches (S1-S3) allow switching between parallel / series configuration in a circuit (16) provided between a pair of rectangular gate-shaped silicon cores (12) arranged in a bell jar (1). In the circuit (16), current is supplied from one low-frequency power source (15L) supplying a low-frequency current, or from one high-frequency power source (15H) supplying a high-frequency current having a frequency of 2kHz or greater. The pair of rectangular gate-shaped silicon cores (12) (and polycrystalline silicon rods (11)) are connected in series by closing the switch (S1) and opening the switches (S2 and S3), and when the switch (S4) is switched to the side of the high-frequency power source (15H), and electric heating can be performed by supplying a high-frequency current of a frequency greater than or equal to 2kHz to the series-connected rectangular gate-shaped silicon cores (12) (and polycrystalline silicon rods (11)).

(57) 要約:　ベルジャ１内に配置された２対の鳥居型のシリコン芯線１２の間に設けられた回路１６の直列／並列の切り替えは、スイッチＳ１～３により行う。当該回路１６には、低周波数電流を供給する１つの低周波電源１５Ｌ、若しくは、２ｋＨｚ以上の周波数を有する高周波電流を供給する１つの高周波電源１５Ｈから、電流が供給される。スイッチＳ１を閉としスイッチＳ２および３を開として２対の鳥居型のシリコン芯線１２（乃至は多結晶シリコン棒１１）を直列に連結し、スイッチＳ４を高周波電源１５Ｈ側に切り替えると、直列接続された鳥居型のシリコン芯線１２（乃至は多結晶シリコン棒１１）に２ｋＨｚ以上の周波数の高周波電流を供給して通電加熱することができる。

WO 2013/125207 A1

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— 補正された請求の範囲（条約第 19 条(1)）

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： 多結晶シリコン棒の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、高純度多結晶シリコンを得るための多結晶シリコン棒の製造技術に関する。

背景技術

[0002] 多結晶シリコンは、半導体デバイス製造用単結晶シリコン基板や太陽電池製造用シリコン基板の原料である。一般に、多結晶シリコンの製造は、クロロシランを含む原料ガスを加熱されたシリコン芯線に接触させ、当該シリコン芯線の表面に化学気相反応法（ＣＶＤ：Chemical Vapor Deposition）により多結晶シリコンを析出させるシーメンス法により行われる。

[0003] シーメンス法により多結晶シリコンを成長する場合、反応炉内に、鉛直方向に２本と水平方向に１本のシリコン芯線を鳥居型に組み立て、この鳥居型シリコン芯線の端部のそれぞれを芯線ホルダに収容し、これらの芯線ホルダをベースプレート上に設けた一対の金属電極に固定する。金属電極を介して鳥居型シリコン芯線に通電することによりシリコン芯線が通電加熱され、このシリコン芯線に原料ガスが接触することにより多結晶シリコンの析出が生じ、多結晶シリコン棒が得られる。なお、一般的な反応炉では、ベースプレート上に複数組の鳥居型シリコン芯線が配置される構成となっている。

[0004] 反応炉に設けられたドーム型の反応容器（ベルジャ）の内部空間はベースプレートで密閉され、この密閉空間が多結晶シリコンの気相成長反応空間となる。鳥居型シリコン芯線通電用の金属電極は絶縁物を挟んでベースプレートを貫通し、ベルジャ下方に設けられた電源に接続されるか、若しくは、ベルジャ内に配置されている別の鳥居型シリコン芯線への通電用金属電極に接続される。

[0005] 鳥居型シリコン芯線以外の部分への多結晶シリコンの析出防止、並びに、反応炉を構成する部材が過剰な高温となって損傷することを防止するため、

金属電極、ベースプレート、およびベルジャは、水などの冷媒により冷却される。なお、芯線ホルダは、金属電極を介して冷却される。

[0006] 多結晶シリコン析出用の原料ガスとして、例えばトリクロロシランと水素の混合ガスを用いる場合、鳥居型シリコン芯線上に多結晶シリコンを所望の直径で析出させるためには、シリコン芯線の表面温度は９００℃～１３００℃の範囲にある必要がある。従って、多結晶シリコンの析出反応開始に先立ち、シリコン芯線の表面を９００℃～１３００℃の範囲の温度とする必要があり、そのためには、一般的には、シリコン芯線に断面積当たり０．３Ａ/ｍｍ^2～４Ａ/ｍｍ^{2}の電流を流す必要がある。

[0007] 多結晶シリコンの析出開始後は、通電量を制御して多結晶シリコン棒の表面温度を上記９００℃～１３００℃の範囲に維持する必要がある。このとき、商用電源周波数である５０Ｈｚ乃至６０Ｈｚで通電を行った場合には、多結晶シリコン棒の直径が太くなるにつれて多結晶シリコン棒の中心部と表面側との温度差が顕著になる。この傾向は多結晶シリコン棒の直径が８０ｍｍ以上で特に強くなるが、これは、多結晶シリコン棒の中心部は特別な冷却がなされない一方で、多結晶シリコン棒の表面側はチャンバ内に供給される原料ガスとの接触によって冷却を受けるためである。

[0008] シリコン結晶は、温度が高いほど電気的抵抗が低くなるという性質を有している。このため、相対的に温度の高い多結晶シリコン棒の中心部の電気抵抗は相対的に低くなり、相対的に温度の低い多結晶シリコン棒の表面側の電気抵抗は相対的に高くなる。このような多結晶シリコン棒内部での電気抵抗の分布が生じると、金属電極から供給された電流は、多結晶シリコン棒の中心部に流れやすくなる一方、表面側へは流れ難くなるから、多結晶シリコン棒の中心部と表面側との温度差は益々大きくなる。

[0009] このような状態で成長を続けて多結晶シリコン棒の直径が１３０ｍｍ以上となると、中心部の温度と表面側の温度の差は１５０℃以上にもなり、多結晶シリコンの析出面である表面側の温度を９００℃～１３００℃の範囲に維持しようとすると中心部の温度が高くなり過ぎ、最悪の場合には、中心部が

部分的に溶融してシリコン芯線が倒壊してしまうといった事故も発生し得る。

[0010] このような問題に鑑み、特開昭６３－７４９０９号公報（特許文献１）では、高周波数の電流により生じる表皮効果を利用して多結晶シリコン棒の表面付近に相対的に多くの電流を流すという方法が提案されている。

[0011] また、特表２００２－５０８２９４号公報（特許文献２）では、クロロシランよりも反応温度の低いモノシランを原料ガスとして用い、多結晶シリコンの析出温度を８５０℃程度とし、２００ｋＨｚの高周波数の電流を通電加熱に用いることで多結晶シリコン棒の中心部と表面側の温度差を小さくする試みが報告されており、これにより、全容積にわたって１１ＭＰより多くない応力を有する直径３００ｍｍまでの多結晶シリコン棒を得ることができたとされている。

先行技術文献

特許文献

[0012] 特許文献1：特開昭６３－７４９０９号公報

特許文献2：特表２００２－５０８２９４号公報

特許文献3：特開昭５５－１５９９９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0013] 結晶成長中の多結晶シリコン棒の表面側と中心部との間に生じる温度差を抑えるためには、上述の特許文献に開示されているように、多結晶シリコン棒の通電加熱に高周波電流を行い、その表皮効果を利用することが有効である。しかし、ひとつのベルジャ中に複数の鳥居型シリコン芯線をセットしてＣＶＤ反応をシステムでかかる高周波電流を使用した場合、以下のような問題がある。

[0014] 複数の鳥居型シリコン芯線をベルジャ内にセットする場合でも、鳥居型シリコン芯線毎に高周波電流電源を準備することとすれば、特許文献１や２に

記載されているような効果を得ることはできる。しかし、このような構成とした場合、鳥居型シリコン芯線の数と同数の高周波電流電源が必要となり、システム構成が複雑となり、コスト的にも不利である。

[0015] 一方、単一の高周波電流電源から複数の鳥居型シリコン芯線に通電する構成とした場合、高い電圧が必要となる。このような場合、通常は、複数の鳥居型シリコン芯線を並列に接続することになるが、高周波電流の表皮効果は、多結晶シリコン棒のみで生じるわけではなく、上記並列接続に用いられる導線においても生じる。この点は特許文献１や２で見逃されているようであるが、導線において表皮効果が生じると、高周波電流電源と鳥居型シリコン芯線とを接続する電流経路の一部に大きな電流が流れることによる部分的な発熱等が生じてしまう。

[0016] また、特許文献２では原料ガスとしてモノシランが用いられているが、原料ガスとしてはトリクロロシランを用いるのが一般的であるといえ、この場合の析出温度は上述のとおり９００℃～１３００℃であってより高い温度にまで多結晶シリコン棒を通電加熱する必要がある。

[0017] 本発明者らは、特許文献２に開示の手法に則り、トリクロロシランを原料ガスとし、２００ｋＨｚの周波数の電流を多結晶シリコン棒に通電して表面温度を概ね１０００℃として実験を試みたが、多結晶シリコン棒の直径が１６０ｍｍを超えたあたりから鳥居型に組んだ多結晶シリコン棒が崩壊してしまうといったケースが多発した。このような多結晶シリコン棒の崩壊は、表面側と中心部での温度差に起因するものと考えられるため、表皮効果を高めるために電流の周波数を更にあげて実験を行ったが、多結晶シリコン棒の崩壊頻度は寧ろ高くなってしまうという事実が判明した。

[0018] 本発明は、このような従来手法の問題点に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、クロロシラン類などのシラン化合物、特にトリクロロシランを原料として大口径の多結晶シリコン棒を製造する際に発生し易い多結晶シリコン棒の崩壊を防止し、大口径多結晶シリコン棒を高効率で製造するための技術を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0019] 上述の課題を解決するために、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、下記の構成を備えている。

[0020] 反応器中にｍ本（ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、前記反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱された前記シリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造する方法であって、

前記方法は、前記多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を備えており、

該高周波電流通電工程は、前記多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の直列に連結された多結晶シリコン棒に対し、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源から高周波電流を供給する工程を含み、

前記高周波電流の周波数を、前記直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定すること、を特徴とする。

[0021] 本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法において、低周波数電流乃至高周波電流の通電により前記シリコン芯線の加熱開始を行い、該シリコン芯線の表面が所望の温度となった後に前記多結晶シリコンの析出を開始する態様としてもよい。

[0022] このとき、前記シリコン芯線の加熱開始を、前記ｍ本のシリコン芯線を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの前記並列連結されたシリコン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0023] また、前記シリコン芯線の加熱開始を、前記ｍ本のシリコン芯線同士を１番目からｍ番目へと順次直列に連結し、前記１つの低周波電源若しくは前記１つの高周波電源からの前記直列連結されたシリコン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0024] 本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法において、前記多結晶シリコン

の析出開始後から前記多結晶シリコン棒の直径が前記所定値D_0に達するまでは、前記多結晶シリコン棒の加熱を、前記ｍ本の多結晶シリコン棒を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの前記並列連結された多結晶シリコン棒への電流供給により行う態様としてもよい。

[0025] また、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法において、前記反応器中にさらにＭ本（Ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、前記１つの高周波電源とは別個に設けられた高周波電源であって２ｋＨｚ以上の単一高周波電流を供給する１つの高周波電源を用い、前記Ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出を前記ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行う態様としてもよい。

[0026] さらに、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法において、前記原料ガスとしてトリクロロシランを含有するガスを選択し、前記多結晶シリコン棒の表面温度を９００℃以上で１２５０℃以下に制御して多結晶シリコンを析出させる態様としてもよい。

発明の効果

[0027] 本発明により、クロロシラン類などのシラン化合物、特にトリクロロシランを原料として大口径の多結晶シリコン棒を製造する際に発生し易い多結晶シリコン棒の崩壊を防止し、大口径多結晶シリコン棒を高効率で製造するための技術が提供される。

図面の簡単な説明

[0028] [図1]本発明により多結晶シリコン棒を製造する際の反応炉の構成の一例を示す断面概略説図である。

[図2]本発明で用いられる、２ｋＨｚ以上の周波数電流を供給する周波数可変の高周波電源の構成を説明するためのブロック図である。

[図3A]３対のシリコン芯線を配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第１例を示したブロック図である。

[図3B]３対のシリコン芯線を配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第１例を示したブロック図である。

[図4A]３対のシリコン芯線を配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第２例を示したブロック図である。

[図4B]３対のシリコン芯線を配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第２例を示したブロック図である。

[図5A]それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループを反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第１例を示したブロック図である。

[図5B]それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループを反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第１例を示したブロック図である。

[図6A]それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループを反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第２例を示したブロック図である。

[図6B]それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループを反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第２例を示したブロック図である。

[図7A]誘導磁界により生じる強い抵抗を抑制するために好ましい金属電極対の配置関係の第１例である。

[図7B]誘導磁界により生じる強い抵抗を抑制するために好ましい金属電極対の配置関係の第２例である。

[図7C]誘導磁界により生じる強い抵抗を抑制するために好ましい金属電極対の配置関係の第３例である。

[図8A]真円性の高い断面形状の多結晶シリコン棒を得るために好ましい金属電極対の配置関係の第１例である。

[図8B]真円性の高い断面形状の多結晶シリコン棒を得るために好ましい金属電極対の配置関係の第２例である。

[図8C]真円性の高い断面形状の多結晶シリコン棒を得るために好ましい金属電極対の配置関係の第３例である。

[図9]本発明による多結晶シリコン棒の製造プロセス例を説明するためのフロー図である。

[図10A]直径が１６０ｍｍの多結晶シリコン棒に８０ｋＨｚの周波数の電流を通電した場合の、断面内での電流分布を説明するための図である。

[図10B]図１０Ａに示した電流分布（I_x／I_0）のI_xとI_0の関係を説明するための図である。

[図11]本発明で用いる高周波電流の適切な周波数を検討した結果を示す図である。

[図12A]多結晶シリコン棒の割れ発生の様子を説明するための図である。

[図12B]多結晶シリコン棒の割れ発生の様子を説明するための拡大図である。

[図13]直径が１６０ｍｍの多結晶シリコン棒に８０ｋＨｚおよび２００ｋＨｚの周波数の電流を通電した場合の、断面内での電流分布を説明するための図である。

[図14]通電量の変化に伴って高周波電流の周波数を変化させつつ多結晶シリコン棒の径拡大を図る工程のプロセス例を説明するためのフロー図である。

発明を実施するための形態

[0029] 以下に、図面を参照して、本発明を実施するための形態について説明する。

[0030] 図１は、本発明により多結晶シリコン棒を製造する際の反応炉１００の構成の一例を示す断面概略説図である。反応炉１００は、シーメンス法によりシリコン芯線１２の表面に多結晶シリコンを気相成長させ、多結晶シリコン棒１１を得る装置であり、ベースプレート５とベルジャ（チャンバ）１により構成される。

[0031] ベースプレート５には、シリコン芯線１２に電流を供給する金属製の電極１０と、窒素ガス、水素ガス、トリクロロシランガスなどのプロセスガスを供給する原料ガス供給ノズル９と、排気ガスを排出する反応排ガス出口８が配置されている。

[0032] ベルジャ１には、これを冷却するための冷媒入口３と冷媒出口４および内

部を目視確認するためののぞき窓２が設けられている。また、ベースプレート５にも、これを冷却するための冷媒入口６と冷媒出口７が設けられている。

[0033] 金属電極１０の頂部にはシリコン芯線１２を固定するためのカーボン製の芯線ホルダ１４を設置する。図１では、ベルジャ１内に２対の鳥居型に組まれたシリコン芯線１２を配置した状態を示したが、シリコン芯線１２の対数はこれに限定されるものではなく、３対以上の複数のシリコン芯線１２を配置してもよい。そのような態様の回路については後述する。

[0034] ２対の鳥居型のシリコン芯線１２の間には、これらを直列若しくは並列に接続する回路１６が設けられている。この回路の直列／並列の切り替えは、スイッチＳ１～３により行う。具体的には、スイッチＳ１を閉としスイッチＳ２および３を開とするとこれら２対の鳥居型シリコン芯線１２は直列に接続され、スイッチＳ１を開としスイッチＳ２および３を閉とするとこれら２対の鳥居型シリコン芯線１２は並列に接続される。

[0035] 当該回路１６には、低周波数電流（例えば商用周波数である５０Ｈｚ乃至６０Ｈｚの電流）を供給する１つの低周波電源１５Ｌ、若しくは、２ｋＨｚ以上の単一の周波数を有する高周波電流を供給する１つの高周波電源１５Ｈから、電流が供給される。なお、この低周波電源１５Ｌ／高周波電源１５Ｈの切り替えは、スイッチＳ４により行う。

[0036] 従って、スイッチＳ１を閉としスイッチＳ２および３を開として２対の鳥居型のシリコン芯線１２（乃至は多結晶シリコン棒１１）を直列に連結し、スイッチＳ４を高周波電源１５Ｈ側に切り替えると、直列接続された鳥居型のシリコン芯線１２（乃至は多結晶シリコン棒１１）に２ｋＨｚ以上の単一周波数の高周波電流を供給して通電加熱することができる。

[0037] また、多結晶シリコンの析出開始後から多結晶シリコン棒１１の直径が所定値D_0に達するまでは並列に接続した多結晶シリコン棒に低周波電源１５Ｌから電流供給し、その後、多結晶シリコン棒１１の接続を直列として高周波電源１５Ｈから電流供給するなども可能である。

[0038] なお、鳥居型のシリコン芯線１２が３対以上配置されている場合には、鳥居型のシリコン芯線１２（乃至は多結晶シリコン棒１１）を順次直列に連結してゆくようにすることも可能である。

[0039] 図１には、多結晶シリコンの析出反応開始に先立って行われるシリコン芯線１２の初期加熱用として、電源１５Ｃから電力供給されシリコン芯線１２表面を輻射加熱するためのカーボンヒータ１３を図示した。このカーボンヒータ１３は、輻射加熱によりシリコン芯線１２の抵抗を下げることにより初期通電時のシリコン芯線１２への印加電圧を低く抑えるのを目的に設けられているものであるが、かかるカーボンヒータ１３に代え若しくはこれと併用する態様で、低周波電源１５Ｌ乃至高周波電源１５Ｈを利用してもよい。例えば、シリコン芯線１２を並列に連結して低周波電源１５Ｌから電流供給したり、或いは、順次直列に接続されるシリコン芯線１２に低周波電源１５Ｌから電流供給したり、更にまた、順次直列に接続されるシリコン芯線１２に高周波電源１５Ｈから電流供給したりすることにより通電加熱を行うこともできる。

[0040] 図１に示した例では、高周波電源１５Ｈを、２ｋＨｚ以上の単一の周波数を有する高周波電流を供給する電源としたが、２ｋＨｚ以上の周波数電流を供給する周波数可変の高周波電源としてもよい。この場合、当該周波数可変の高周波電源は、周波数を連続的に変えることができるものであってもよく、複数のレベル間で変化させることができるものであってもよい。

[0041] 図２は、このような周波数可変の高周波電源１５Ｈの構成例を説明するためのブロック図で、図中に符号で示したものは、受電部１５１、低圧気中遮断器（ＡＣＢ）１５２、電源変圧器１５３、出力制御部１５４、出力部１５５、出力変圧器１５６、周波数変換器１５７である。このような周波数可変の高周波電源１５Ｈを用いることとすれば、多結晶シリコン棒に供給する高周波電流の周波数を多結晶シリコン棒の表面温度変動に応じて変化させ、多結晶シリコン棒の径に応じて表皮深さを制御することが容易となる。

[0042] 図１に示した態様では、ベルジャ１内に２対の鳥居型に組まれたシリコン

芯線１２が配置されているが、３対以上の複数のシリコン芯線１２を配置してもよい。

[0043] 図３Ａおよび図３Ｂは、３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃを配置する際の、シリコン芯線１２同士を接続する回路の第１例を示したブロック図である。

[0044] 図３Ａに示した態様では、６個のスイッチ（Ｓ１～Ｓ６）で回路を構成しており、スイッチＳ１およびＳ２が開とされ、スイッチＳ３、Ｓ４、およびＳ５が閉とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃが並列に接続され、スイッチＳ６が低周波電源１５Ｌ側に切り替えられて上記並列接続回路に電流が供給される状態にある。また、スイッチＳ１およびＳ２を閉とし、スイッチＳ３、Ｓ４、およびＳ５を開とすると、低周波電源１５Ｌにより直列接続での電流供給状態になる。

[0045] 図３Ｂに示した態様では、スイッチＳ１およびＳ２が閉とされ、スイッチＳ３、Ｓ４、およびＳ５が開とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃが直列に接続され、スイッチＳ６が高周波電源１５Ｈ側に切り替えられて上記直列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0046] 図４Ａおよび図４Ｂは、３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃを配置する際の、シリコン芯線１２同士を接続する回路の第２例を示したブロック図である。

[0047] 図４Ａに示した態様では、３個のスイッチ（Ｓ１～Ｓ３）で回路を構成しており、スイッチＳ１、Ｓ２及びＳ３が閉とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃが並列に接続され、スイッチＳ４が低周波電源１５Ｌ側に切り替えられて上記並列接続回路に電流が供給される状態にある。また、この状態よりスイッチＳ１およびＳ２を開とすると、低周波電源１５Ｌにより直列接続での電流供給状態になる。

[0048] 図４Ｂに示した態様では、スイッチＳ１およびＳ２が開とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃが直列に接続され、スイッチＳ３が高周波電源１５Ｈ側に切り替えられて上記直列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0049] なお、これまで説明してきた接続関係を有する複数（ｍ本：ｍは２以上の整数）のシリコン芯線のグループ（第１のグループ）と一緒に、別のグルー

プ（第２のグループ）を成す複数（Ｍ本：Ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を、同じ反応炉内に設ける態様としてもよい。

[0050] つまり、反応器中に、第１のグループを成すｍ本のシリコン芯線に加え、さらに第２のグループを成すＭ本のシリコン芯線を配置し、上記第１のグループに対応付けられて設けられる高周波電源とは別個に、第２のグループに対応付けられる２ｋＨｚ以上の周波数電流を供給する高周波電源を設けることとし、上記第２のグループを成すＭ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出を、上述の第１のグループを成すシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行うようにしてもよい。

[0051] 図５Ａは、それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループ（ｍ＝３、Ｍ＝３）を反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第１例を示したブロック図である。図３Ａに示した態様と同様に、何れのグループにおいても、６個のスイッチ（Ｓ１～Ｓ６、Ｓ１´～Ｓ６´）で回路を構成しており、スイッチＳ１およびＳ２、Ｓ１´およびＳ２´が開とされ、スイッチＳ３、Ｓ４、およびＳ５、Ｓ３´、Ｓ４´、およびＳ５´が閉とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃ、１２Ａ´～Ｃ´が並列に接続され、スイッチＳ６、Ｓ６´が低周波電源１５Ｌ、１５Ｌ´側に切り替えられて上記並列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0052] 図５Ｂは、それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループ（ｍ＝３、Ｍ＝３）を反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第１例を示したブロック図である。図３Ｂに示した態様と同様に、何れのグループにおいても、スイッチＳ１およびＳ２、Ｓ１´およびＳ２´が閉とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃ、１２Ａ´～Ｃ´が直列に接続され、スイッチＳ６、Ｓ６´が高周波電源１５Ｈ、１５Ｈ´側に切り替えられて上記直列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0053] 図６Ａは、それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループ（ｍ＝３、Ｍ＝３）を反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を並列接続する回路の第２例を示したブロック図である。図４Ａに示した態様と同様に、何れ

のグループにおいても、スイッチＳ１、Ｓ２及びＳ３、Ｓ１´、Ｓ２´及びＳ３´が閉とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃ、１２Ａ´～Ｃ´が並列に接続され、スイッチＳ４、Ｓ４´が低周波電源１５Ｌ、１５Ｌ´側に切り替えられて上記並列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0054] 図６Ｂは、それぞれが３対のシリコン芯線から成る２つのグループ（ｍ＝３、Ｍ＝３）を反応炉内に配置する際のシリコン芯線同士を直列接続する回路の第２例を示したブロック図である。図４Ｂに示した態様と同様に、何れのグループにおいても、スイッチＳ１およびＳ２、Ｓ１´およびＳ２´が開とされて３対のシリコン芯線１２Ａ～Ｃ、１２Ａ´～Ｃ´が直列に接続され、スイッチＳ３、Ｓ３´が高周波電源１５Ｈ、１５Ｈ´側に切り替えられて上記直列接続回路に電流が供給される状態にある。

[0055] 本発明では、上述したような構成の反応システムを用い、反応器中に２本以上のシリコン芯線を配置し、反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱されたシリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造する。そして、多結晶シリコンの製造プロセス中に、多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を設けることにより、高周波電流による表皮効果を適切に利用することにより、多結晶シリコン棒の局部的な異常加熱を抑制して、大口径の多結晶シリコン棒を安定的に製造することを可能としている。

[0056] なお、上述したように、２ｋＨｚ以上の周波数を有する高周波電流の供給電源としては、単一高周波電流を供給するもの乃至周波数可変のものの何れも用いることが可能である。

[0057] 詳細については後述するが、単一高周波電流を供給する高周波電源を用いる場合、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、下記の構成とすることができる。

[0058] 本発明の多結晶シリコン棒の製造方法では、反応器中にｍ本（ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、反応炉内にシラン化合物を含有する原料

ガスを供給し、通電により加熱された前記シリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造するプロセス中に、多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を設ける。この高周波電流通電工程は、多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の直列に連結された多結晶シリコン棒に対し、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源から高周波電流を供給する工程を含み、高周波電流の周波数を、直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定する。

[0059] 周波数可変の高周波電源を用いる場合、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、下記の構成とすることができる。

[0060] 反応器中にシリコン芯線を配置し、前記反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱された前記シリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造するプロセス中に、周波数可変の高周波電源により、多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を設ける。この高周波電流通電工程は、直列に連結された多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達した多結晶シリコン棒に高周波電流を供給する工程を含み、該高周波電流の供給工程では、高周波電流が多結晶シリコン棒中を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下となる範囲内で、高周波電流の周波数が多結晶シリコン棒の表面温度変動に応じて選択される。

[0061] これらの態様の何れにおいても、低周波数電流乃至高周波電流の通電によりシリコン芯線の加熱開始を行い、該シリコン芯線の表面が所望の温度となった後に多結晶シリコンの析出を開始することとしてもよい。

[0062] このとき、シリコン芯線の加熱開始を、ｍ本のシリコン芯線を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの並列連結されたシリコ

ン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0063] また、シリコン芯線の加熱開始を、ｍ本のシリコン芯線同士を１番目からｍ番目へと順次直列に連結し、１つの低周波電源若しくは１つの高周波電源からの直列連結されたシリコン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0064] 本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、多結晶シリコンの析出開始後から多結晶シリコン棒の直径が所定値D_0に達するまでは、多結晶シリコン棒の加熱を、ｍ本の多結晶シリコン棒を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの並列連結された多結晶シリコン棒への電流供給により行う態様としてもよい。

[0065] また、反応器中にさらにＭ本（Ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、１つの高周波電源とは別個に設けられた高周波電源であって２ｋＨｚ以上の単一高周波電流を供給する１つの高周波電源若しくは２ｋＨｚ以上の周波数電流を供給する周波数可変の１つの高周波電源を用い、Ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出をｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行う態様としてもよい。

[0066] さらに、原料ガスとしてトリクロロシランを含有するガスを選択し、多結晶シリコン棒の表面温度を９００℃以上で１２５０℃以下に制御して多結晶シリコンを析出させる態様としてもよい。

[0067] なお、金属電極１０は、チャンバ１内に配置される鳥居型シリコン芯線１２の対と同数又は同数未満の対だけ設けられることとなるが、これらの金属電極１０の対は、高周波電流を流した際に、近接する金属電極対に保持されている鳥居型シリコン芯線１２乃至は多結晶シリコン棒１１により形成される誘導磁界によって強い抵抗が生じないような相互配置関係とすることが好ましい。或いは、高周波電流の位相調整により、誘導磁界により生じる強い抵抗を抑制するようにしてもよい。

[0068] 図７Ａ～Ｃは、このような金属電極対の配置関係を例示により説明するための、上方向から眺めた状態の図で、図中に示した矢印はシリコン芯線への

通電により形成される磁場方向である。

[0069] 図７Ａに示した態様では、鳥居型シリコン芯線１２の２本の柱部とこれら柱部を繋ぐ梁部で形成される長方形の面が、近隣に配置された鳥居型シリコン芯線１２の上記長方形の面と、部分的にも対向しないように配置されている。

[0070] 図７Ｂに示した態様では、鳥居型シリコン芯線１２の２本の柱部とこれら柱部を繋ぐ梁部で形成される長方形の面が、近接する鳥居型シリコン芯線１２の上記長方形の面と直交するように配置されている。

[0071] 図７Ｃに示した態様では、鳥居型シリコン芯線１２の２本の柱部とこれら柱部を繋ぐ梁部で形成される長方形の面が、近接する鳥居型シリコン芯線１２の上記長方形の面と平行に配置されており、これらのシリコン芯線１２には、各シリコン芯線１２が形成する磁場の方向が逆向きとなるように位相調整された電流（i_a、i_b）が通電されている。

[0072] また、真円性の高い断面形状の多結晶シリコン棒を得るためには、ベースプレートの中央を中心とする同心円上にシリコン芯線を配置することが好ましい。

[0073] 図８Ａ～Ｃは、このような金属電極対の配置関係を例示するもので、図中に示した破線はベースプレートの中央を中心とする同心円である。

[0074] 図８Ａに示した態様では、上記同心円上に、例えば４対のシリコン芯線１２が配置されている。

[0075] チャンバ内に多数のシリコン芯線１２を配置する場合には、例えば８対のシリコン芯線１２を異なる直径の２つの同心円上に４対ずつ配置するなどすることが好ましく、図８Ｂに示した態様では、内側の同心円上に配置されるシリコン芯線１２の上記長方形の面と外側の同心円上に配置された近隣のシリコン芯線１２の長方形の面とが、部分的にも対向しないように配置されている。

[0076] また、図８Ｃに示した態様では、内側の同心円上に配置されるシリコン芯線１２の上記長方形の面と外側の同心円上に配置された近隣のシリコン芯線

１２の長方形の面とは対向してはいるが、図７Ｃで示したのと同様に、これらのシリコン芯線１２には、各シリコン芯線１２が形成する磁場の方向が逆向きとなるように位相調整された電流（i_a、i_b）が通電されている。

[0077] 次に、本発明による多結晶シリコン棒の製造プロセスについて説明する。

[0078] 図９は、図１に示した構成の反応炉１００を用いた場合の、本発明による多結晶シリコン棒の製造プロセス例を説明するためのフロー図である。

[0079] 先ず、チャンバ１をベースプレート５上に密着載置し、原料ガス供給ノズル９から窒素ガスを供給してチャンバ１内の空気を窒素に置換する（Ｓ１０１）。チャンバ１内の空気と窒素は、排ガス出口８からチャンバ１外へと排出される。チャンバ１内の窒素置換終了後、窒素ガスに代えて、水素ガスを原料ガス供給ノズル９から供給し、チャンバ１内を水素雰囲気とする（Ｓ１０２）。

[0080] 次に、シリコン芯線１２の初期加熱（予備加熱）を行う（Ｓ１０３）。図１に示した構成の反応炉１００では、この初期加熱にはカーボンヒータ１３が用いられるが、加熱した水素ガスをチャンバ１内に供給することにより行ってもよい。この初期加熱によりシリコン芯線１２の温度は３００℃以上となり、シリコン芯線１２の電気抵抗は、効率的な通電が得られる値となる。

[0081] 続いて、金属電極１０から電力供給し、芯線ホルダ１４を介して、シリコン芯線１２に通電し、この通電によりシリコン芯線１２を９００℃～１３００℃程度にまで加熱（本加熱）する（Ｓ１０４）。そして、キャリアガスである水素ガスとシラン化合物を含有する原料ガスであるトリクロロシランガスの混合ガスを比較的低い流量（流速）でチャンバ１内に供給し、シリコン芯線１２上への多結晶シリコンの気相成長を開始する（Ｓ１０５）。またシリコン芯線の初期加熱を窒素雰囲気で行うことも可能であるが、この場合はトリクロルシランガスを供給する前に水素置換が必要である。

[0082] シリコン芯線１２は細く力学的な強度は高いとは言えない。このため、多結晶シリコンの気相成長反応の初期においては、供給ガスがチャンバ１内に供給される際の噴出圧によってシリコン芯線１２が倒壊等するといったトラ

ブルが発生し易い。そこで、気相成長反応の初期段階での供給ガス流量（流速）を比較的小さく設定することが好ましい（Ｓ１０６）。

[0083] 一方、多結晶シリコンの析出速度（反応速度）を大きくして収率を高めるためには、チャンバ内１に供給する原料ガスのバルク濃度（供給ガス中の原料ガスの濃度）を高く保つ必要がある。具体的には、多結晶シリコン棒の直径が少なくとも１５ｍｍ（好ましくは２０ｍｍ）となるまでの間は、原料ガス（トリクロロシラン）のバルク濃度を１５モル％以上４０モル％以下とすることが好ましい。

[0084] また、析出速度を大きくするため、シリコン芯線１２（多結晶シリコン棒１１）の倒壊等のおそれがなくなった後は、供給ガス流量（流速）を最大値近くにまで高めることが好ましい（Ｓ１０７）。このような供給ガス流量（流速）設定は、例えば多結晶シリコン棒１１の直径が２０ｍｍに達した時点で行うことができるが、４０ｍｍを目安としてもよい。また、このときのガス供給は、好ましくはチャンバ１内の圧力が０．３ＭＰａ～０．９ＭＰａとなるように行われ、原料ガス供給ノズル９の噴出口での流速は１５０ｍ／ｓｅｃ以上であることが好ましい。

[0085] この間の多結晶シリコン棒１１の表面温度は、１０００℃以上の比較的高い温度に保つことが好ましく、例えば１０００℃～１２５０℃の範囲に制御する。

[0086] 更に多結晶シリコン棒の直径が大きくなると、チャンバ１内に原料ガスが滞留し易い部位が生じてくる。このような状態で高濃度にシラン化合物を含有する原料ガスを供給するとシリコン微粉末の多量発生の危険があり、これら微粉末が多結晶シリコン棒１１の表面に付着して汚染等の原因となる可能性がある。

[0087] そこで、遅くとも多結晶シリコン棒１１の直径が１３０ｍｍになる段階までには、供給ガス中の原料ガスのバルク濃度を下げることが好ましい（Ｓ１０８）。例えば、原料ガス（トリクロロシラン）のバルク濃度を、３０モル％以上５０モル％以下の範囲の値から、１５モル％以上４５モル％以下の範

囲の値とする。好ましくは、トリクロロシランのバルク濃度を、２０モル％以上４０モル％以下とする。

[0088] ところで、シリコン結晶は、温度が高いほど電気的抵抗が低くなるという性質を有しているため、商用周波数の電源を用いて多結晶シリコン棒の通電加熱を行った場合、多結晶シリコン棒の直径が一定以上になると、通電による加熱と表面付近での冷却により、多結晶シリコン棒の中心部の温度が表面付近の温度よりも高い状態になる。この場合、多結晶シリコン棒の中心部の電気抵抗は表面側の電気抵抗に比較して低くなり、この傾向は直径が大きくなるにつれて顕著になる。

[0089] そして、多結晶シリコン棒に供給された電流はより低い電気抵抗を示す中心部に流れ易いため、中心部の電流密度は高まる一方で表面側の電流密度は低下するため、上述の温度不均一は益々増幅されることになる。例えば、多結晶シリコン棒の表面温度が１０００℃以上となるように加熱を行った場合、直径が１３０ｍｍ以上であれば中心部と表面側の温度差は１５０℃以上にもなる。

[0090] これに対し、高周波電流は表皮効果(skin effect)を示し、導体に通電した場合には表面近傍の電流密度が高くなることは上述したとおりである。この表皮効果は周波数が高いほど顕著になり、表面に電流が集中し易くなる。なお、その電流の流れる深さを表皮深さ(skin depth)あるいは電流浸透深さと呼ばれる。表皮深さδは、電流の周波数ｆ、多結晶シリコンの透磁率μ、および多結晶シリコンの導電率ｋと、$\delta^{-1}=(\pi\cdot f\cdot \mu\cdot k)^{1/2}$の関係にある。

[0091] 図１０Ａおよび図１０Ｂはそれぞれ、直径が１６０ｍｍの多結晶シリコン棒に８０ｋＨｚの周波数の電流を通電した場合の断面内での電流分布を説明するための様子を説明するための図および電流分布（I_x/I_0）のI_xとI_0の関係を説明するための図である。電流分布は、多結晶シリコン棒の表面（半径R_0＝８０ｍｍ）を流れる電流値（I_0）と多結晶シリコン棒の中心Ｃから半径R_xの部位を流れる電流値（I_x）との比で規格化している。

[0092] この図に示すように、高周波電流を通電することにより多結晶シリコン棒を加熱することとすれば、表面付近の優先的な加熱が可能となるから、多結晶シリコン棒が径拡大したとしても、表面近傍を優先的に加熱することができるため、多結晶シリコン内部での温度分布が製造上の障害となるほどに大きくなることを回避することができる。

[0093] このような高周波電流の通電は、多結晶シリコン棒の直径が８０φｍｍ以上の所定値Ｄ$_0$となったものに対して行うことが好ましい。

[0094] 図１１は、本発明で用いる高周波電流の適切な周波数を検討した結果を示す図である。周波数は２ｋＨｚから２００ｋＨｚまで検討している。この図に示した結果によれば、周波数が８００ｋＨｚの場合には、多結晶シリコン棒の表面温度が１１５０℃の条件下での浸透深さδは僅かに４ｍｍ程度であり、９００℃の場合でも７ｍｍ程度に過ぎない。また、周波数が２００ｋＨｚの場合、多結晶シリコン棒の表面温度が１１５０℃の条件下での浸透深さδは９ｍｍ弱であり、９００℃の場合でも１３．７ｍｍに過ぎない。

[0095] このような浅い浸透深さしか得られない場合には、特に、鳥居型のシリコン芯線の屈曲部において電流密度が集中することによる多結晶シリコンの部分的な溶解が生じてしまい、製造上の支障をきたすおそれがある。

[0096] 本発明者らが行った実験によっても、２００ｋＨｚの高周波電流で通電加熱を行ってトリクロロシランを原料ガスとする多結晶シリコン棒の育成を試みたところ、多結晶シリコン棒が直径１６０ｍｍ程度となった段階で崩落してしまうというトラブルが生じた。原因を確認したところ、この多結晶シリコン棒は、鳥居型に組んだシリコン芯線の屈曲部（上端角部）に割れが生じていた。

[0097] 図１２Ａおよび図１２Ｂは、上述の多結晶シリコン棒の割れ発生の様子を説明するための図で、破線で示した部分が割れの発生個所である。

[0098] このような割れの発生原因について、本発明者らはいわゆる「ポップコーン」の発生が関与しているものと考えている。

[0099] トリクロロシランを用いた多結晶シリコン棒の製造を行う場合、棒の表面

温度に応じて決まる適切な原料ガス供給がなされないと局所的な過剰結晶成長が起こり、「ポップコーン」と呼ばれるごつごつした表面形状となる（例えば、特許文献３：特開昭５５－１５９９９号公報を参照）が、割れが生じた部分にはポップコーンの発達が観察された。また、このポップコーンはクラック状の隙間を伴っていた。

[0100] つまり、このクラック状の隙間の周辺で高周波電流の表皮効果が局所的に強く作用した結果、多結晶シリコンの溶融等が生じて割れ（崩壊）が生じたものと推定される。このような高周波電流による局所的な過剰加熱およびそれが及ぼす製造上の不都合は、これまで知られていなかった知見である。

[0101] 図１３は、直径が１６０ｍｍの多結晶シリコン棒に８０ｋＨｚおよび２００ｋＨｚの周波数の電流を通電した場合の、断面内での電流分布を説明するための図である。なお、電流分布（I_x/I_0）の算出は、図１０Ｂに示したとおりである。

[0102] 図１３に示したように、２００ｋＨｚの周波数の電流を通電した場合、多結晶シリコン棒の表面から３０ｍｍ以上中心側に位置する部位には殆ど電流は流れず、表面側に集中している。

[0103] 従って、周波数が２００ｋＨｚ以上の高周波電流は、本発明で用いる通電加熱用の電流として適切なものとは言えない。換言すれば、直径が１６０ｍｍを超える多結晶シリコン棒を製造するに際しては、上記式により算出される浸透深さ（表皮深さ）δは少なくとも１３．７ｍｍを超える値である必要がある。このような理由から、本発明では、高周波電流の周波数を、多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定する。

[0104] 高周波電流の浸透深さは多結晶シリコン棒の温度に依存するが、１２００℃であれば６７．２ｋＨｚ～２．０ｋＨｚ、１１００℃であれば９３．７ｋＨｚ～２．８ｋＨｚ、１０００℃であれば１３７．８ｋＨｚ～４．１ｋＨｚ、９５０℃であれば１７１．１ｋＨｚ～５．１ｋＨｚ、９００℃であれば２１６．３ｋＨｚ～６．４ｋＨｚ、の周波数の電流により上記範囲の浸透深さ

を得ることができる。

[0105] なお、上述のポップコーンの発生防止には、多結晶シリコン棒の表面に十分な原料ガスを供給すればよいのであるが、多結晶シリコン棒が径拡大してその表面積が大きくなればなるほど原料ガスの供給が不足の状態となり易い。そこで、多結晶シリコン棒の直径が１３０φｍｍ以上となった後は、徐々に表面温度を下げてゆくことが好ましい（Ｓ１０９）。例えば、直径が１６０ｍｍ程度になった段階では表面温度を９５０℃以上１０３０℃未満の範囲に低下させ、更に径拡大させる場合には最終段階での表面温度が９００～９８０℃の範囲となるように低下させていくことが好ましい。

[0106] このような適切な浸透深さが得られる高周波電流は多結晶シリコン棒の析出反応開始に先立つシリコン芯線の初期加熱段階から用いることも可能であるが、反応器中に配置されたｍ本（ｍは２以上の整数）のシリコン芯線上に多結晶シリコンが析出して直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の直列に連結された多結晶シリコン棒において、このｎ本の多結晶シリコン棒に高周波電流を供給するようにし、それ以前は商用周波数の電流（低周波数電流）を加熱用として用いるようにしてもよい。

[0107] この高周波電流の通電に用いられる電源は、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源であってもよいし周波数可変の１つの高周波電源であってもよい。ここで、「周波数可変」は、連続的に可変であってもよいし複数レベル間での段階的可変であってもよい。

[0108] 周波数可変の高周波電源を用いる利点とは、例えば下記のようなものである。多結晶シリコン棒表面の温度を適切に制御するためには、析出反応の進行に伴うシリコン棒の径拡大に合わせて、多結晶シリコン棒への通電量を高めてゆく必要がある。

[0109] しかし、周波数が単一のものである場合には、周波数の高めのものを使用する方が総電流量の抑制が可能となり経済的となるものの、周波数の高めのものを使用するほど、多結晶シリコン棒の直径に応じて周波数を変えて浸透

深さ（表皮深さ）δをより適切に制御することが難しくなる。

[0110] 具体的には、ある周波数ｆの電流の通電量を増やすと表面温度は上がり導電率が上がる（ｋが大きくなる）ためにδ値は小さくなるが、浸透深さ（表皮深さ）δが小さくなると更に表面温度が上がるという循環を生むことで温度制御が難しくなり、上述のような表皮効果が強く現れる形状を持った領域でのシリコン棒の溶融や割れといった事故が起きやすくなる。

[0111] そこで、２ｋＨｚ以上の周波数を複数（例えばf_1とf_2）選択できるようにしておき、先ず、高周波数f_1の電流による通電加熱を行い、表面温度維持のために通電量を上げる必要が生じた際には、先の周波数f_1よりも低めの高周波数f_2の電流通電に切り替えてその通電量を上げるといった操作を行うことが可能である。このように低めの高周波数f_2により通電量を上げることで、表皮効果が強く出過ぎることを防止できる。なお、このような通電量の制御は、電流制御によってでも電圧制御によってでもよい。

[0112] また、低めの高周波数f_2の電流通電を行っている際に表面温度維持のために表面付近における発熱量を上げたい場合には、通電量一定のまま高めの周波数f_1に切り替えて表皮効果を高めることとすると、通電量を増加させなくても表面付近の発熱量を上げることができる。

[0113] このような周波数の可変範囲は、２ｋＨｚから４００ｋＨｚであることが好ましく、連続的乃至選択可能周波数が多いほど好ましいことは言うまでもない。

[0114] 例えば、直径が１６０ｍｍ程度でその表面温度が９８０℃程度の多結晶シリコン棒の加熱が１００ｋＨｚの周波数の電流により行われている場合、通電量を上げることにより表面温度を１０００℃程度に上げたい場合には、電流の周波数を１００ｋＨｚより低い８０ｋＨｚに切り替え、通電量を１ステップ当たり１０Ａ～５０Ａずつ徐々に増加させて温度の上昇を観察する。逆に、８０ｋＨｚで多結晶シリコン棒の表面温度が下がり始めた場合には、通電量を維持したまま、電流の周波数を１００ｋＨｚに引き上げ、更に表面温度が低下し始めた場合には通電量を維持したまま１２０ｋＨｚに引き上げる

といった操作を行って温度の上昇を観察する。上記操作によっても表面温度が低下し始めた場合には周波数を８０ｋＨｚに下げ、通電量を１０Ａ～５０Ａずつ徐々に増加させる。このような通電量および電流周波数の制御を交互に行うことにより、強すぎる表皮効果の発生を避けて、多結晶シリコン棒の表面付側と中心部での温度差発生の抑制に加え、使用電力量の抑制も効率的に行うことができる。

[0115] 図１４は、このような通電量の変化を伴って高周波電流の周波数を変化させつつ多結晶シリコン棒の径拡大を図る工程のプロセス例を説明するためのフロー図である。径拡大が進むと（Ｓ２０１）、シリコン棒表面の温度が下がってくる。ここで通電量を上げると温度上昇に伴い低効率が下がって浸透深さδが浅くなり、表面温度が高くなりすぎる可能性があるため、高周波電流の周波数を先ず下げて浸透深さδを深くする操作（Ｓ２０２）および電流量を増加させる操作（Ｓ２０３）を行う。このように浸透深さδを予め深くすることで安全に通電量をアップさせ、これにより表面温度を上昇させて径拡大させる（Ｓ２０４）。径拡大に伴ってシリコン棒表面の温度が下がった際（Ｓ２０５）、今度は高周波電流の周波数を上げて浸透深さδを浅くする操作を行い（Ｓ２０６）、表面温度を上昇させる（Ｓ２０７）。以降は、多結晶シリコン棒表面の温度を適切に制御しながらシリコン棒の径拡大を図る（Ｓ２０１）。

[0116] これまでの説明は多結晶シリコン棒の育成プロセスについてのものであったが、高周波電流の利用は多結晶シリコン棒の育成が終了した後の冷却工程においても有用である。

[0117] クロロシラン類を原料とした場合のように、析出反応温度が高いプロセスを経て得られる多結晶シリコン棒の内部には、表面側と中心部の温度差に基づく歪みが蓄積し易い。従って、このような多結晶シリコン棒を冷却する際にも、なるべく、表面側と中心部の温度差が小さくなるようなプロセス設計が必要である。

[0118] 例えば、多結晶シリコン棒の育成が終了した後の工程において、多結晶シ

リコン棒の表面が所定の温度以下となるまでの間は、２ｋＨｚ以上の周波数をもつ電流を流して表面側のみを僅かに加熱し、表面側と中心部の温度差がなるべく小さくなるように冷却する。このような冷却工程用の高周波電源は別途用意する必要はなく、上述した単一周波数の若しくは周波数可変の高周波電源を用いればよい。なお、冷却工程で流す高周波電流の周波数は２ｋＨｚ以上１００ｋＨｚ以下であることが好ましい。

[0119] このような冷却工程での通電は、多結晶シリコン棒の表面温度が例えば５００℃以下となった段階で終了することとしてもよい。なお、冷却工程時の高周波電流の通電時間の目安は、多結晶シリコン棒の直径等にも依存するが、４時間程度とすることが好ましい。

[0120] 従来、直径が１６０ｍｍを超える程度の大口径の多結晶シリコン棒の製造では、育成後に反応炉外に取り出すまでに多結晶シリコン棒が倒壊したり、多結晶シリコン塊に加工する段階においても内部残留歪みによって割れが生じる等の問題があった。しかし、上述したような冷却方法によれば、内部残留歪みの小さな多結晶シリコン棒を得ることができる。

[0121] 以上説明したように、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法では、多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を備え、該高周波電流通電工程は、多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の直列に連結された多結晶シリコン棒に、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源若しくは周波数可変の１つの高周波電源から、上記直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒に高周波電流を供給する工程を含み、この際の高周波電流の周波数を、直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定する。

実施例

[0122] ［実施例］

反応炉１００のチャンバ１内に高純度多結晶シリコンからなるシリコン芯

線１２をセットした。カーボンヒータ１３を用い、シリコン芯線１２を３７０℃まで初期加熱した後、シリコン芯線１２に、印加電圧２０００Ｖ、商用周波数である５０Ｈｚの低周波電流の通電を開始した。

[0123] シリコン芯線１２上への多結晶シリコンの析出反応は、シリコン芯線１２に１０５０Ｖの電圧を印加して表面温度を１１６０℃とし、キャリアガスである水素ガスと原料ガスであるトリクロロシランの混合ガスの供給により開始した。

[0124] その後、多結晶シリコンの直径が８２ｍｍとなるまでは上記通電条件の下で析出反応を継続し、その後、周波数８０ｋＨzの高周波電流に切り替えて通電し、多結晶シリコン棒が直径１６３ｍｍになるまで反応を継続した。なお、反応終了時点、すなわち多結晶シリコン棒の直径が１６３ｍｍとなった時点での供給電力は３６３ｋＷであった。

[0125] 混合ガスの供給を停止して析出反応を終了した後、周波数８０ｋＨzの高周波電流の通電を維持したまま、多結晶シリコン棒の表面温度が６００℃に低下するまでの間、徐々に通電量を下げながら冷却し、その後は通電を停止した。多結晶シリコン棒１１の表面温度が４５℃となるまでチャンバ１内で放置した後に取り出しを行った。

[0126] 得られた多結晶シリコン棒にクラックの発生は認められなかった。

[0127] ［比較例１］

反応炉１００のチャンバ１内に高純度多結晶シリコンからなるシリコン芯線１２をセットした。カーボンヒータ１３を用い、シリコン芯線１２を３４０℃まで初期加熱した後、シリコン芯線１２に、印加電圧２０００Ｖ、商用周波数である５０Ｈｚの低周波電流の通電を開始した。

[0128] シリコン芯線１２上への多結晶シリコンの析出反応は、シリコン芯線１２に１０５０Ｖの電圧を印加して表面温度を１１３０℃とし、キャリアガスである水素ガスと原料ガスであるトリクロロシランの混合ガスの供給により開始した。

[0129] その後、多結晶シリコンの直径が８０ｍｍとなるまでは上記通電条件の下

で析出反応を継続し、その後も、周波数５０Ｈzの低周波電流の通電を継続させて、多結晶シリコン棒が直径１５６ｍｍになるまで反応を継続した。なお、反応終了時点、すなわち多結晶シリコン棒の直径が１５６ｍｍとなった時点での供給電力は４２８ｋＷであった。

[0130] 混合ガスの供給を停止して析出反応を終了した後、周波数５０Ｈzの低周波電流の通電を維持したまま、多結晶シリコン棒の表面温度が６００℃に低下するまでの間、徐々に通電量を下げながら冷却し、その後は通電を停止した。

[0131] 多結晶シリコン棒１１は、この冷却工程中にチャンバ１内で倒壊した。倒壊原因はクラックの発生と推定される。

[0132] ［比較例２］

反応炉１００のチャンバ１内に高純度多結晶シリコンからなるシリコン芯線１２をセットした。カーボンヒータ１３を用い、シリコン芯線１２を３５５℃まで初期加熱した後、シリコン芯線１２に、印加電圧２０００Ｖ、商用周波数である５０Ｈｚの低周波電流の通電を開始した。

[0133] シリコン芯線１２上への多結晶シリコンの析出反応は、シリコン芯線１２に１０１０Ｖの電圧を印加して表面温度を１１００℃とし、キャリアガスである水素ガスと原料ガスであるトリクロロシランの混合ガスの供給により開始した。

[0134] その後、多結晶シリコンの直径が８０ｍｍとなるまでは上記通電条件の下で析出反応を継続し、その後も、周波数５０Ｈzの低周波電流の通電を継続させて径拡大させたが、多結晶シリコン棒は直径１５９ｍｍになった時点で倒壊してしまった。なお、多結晶シリコン棒の直径が１５９ｍｍとなった時点での供給電力は４４８ｋＷであった。

[0135] 多結晶シリコン棒１１の倒壊原因は、同じくクラックの発生と推定される。

[0136] 以上、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法について説明したが、ここで開示された発明を再度整理すると下記のとおりとなる。

[0137] 単一高周波電流を供給する高周波電源を用いる場合、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、下記の構成とすることができる。

[0138] 反応器中にｍ本（ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱されたシリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造するプロセス中に、多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を設ける。この高周波電流通電工程は、多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の多結晶シリコン棒を直列に連結し、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源から直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒に高周波電流を供給する工程を含み、高周波電流の周波数を、直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定する。

[0139] 周波数可変の高周波電源を用いる場合、本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、下記の構成とすることができる。

[0140] 上述の高周波電流通電工程において、多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の多結晶シリコン棒を直列に連結し、周波数可変の１つの高周波電源から直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒に高周波電流を供給する工程を含み、高周波電流の周波数を、直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲内で、多結晶シリコン棒の表面温度変動に応じて変化させる。

[0141] これらの態様の何れにおいても、低周波数電流乃至高周波電流の通電によりシリコン芯線の加熱開始を行い、該シリコン芯線の表面が所望の温度となった後に多結晶シリコンの析出を開始することとしてもよい。

[0142] このとき、シリコン芯線の加熱開始を、ｍ本のシリコン芯線を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの並列連結されたシリコン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0143] また、シリコン芯線の加熱開始を、ｍ本のシリコン芯線同士を１番目からｍ番目へと順次直列に連結し、１つの低周波電源若しくは１つの高周波電源からの直列連結されたシリコン芯線への電流供給により行うこととしてもよい。

[0144] 本発明に係る多結晶シリコン棒の製造方法は、多結晶シリコンの析出開始後から多結晶シリコン棒の直径が所定値D_0に達するまでは、多結晶シリコン棒の加熱を、ｍ本の多結晶シリコン棒を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの並列連結された多結晶シリコン棒への電流供給により行う態様としてもよい。

[0145] また、反応器中にさらにＭ本（Ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、１つの高周波電源とは別個に設けられた高周波電源であって２ｋＨｚ以上の単一高周波電流を供給する１つの高周波電源若しくは２ｋＨｚ以上の周波数電流を供給する周波数可変の１つの高周波電源を用い、Ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出をｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行う態様としてもよい。

[0146] さらに、原料ガスとしてトリクロロシランを含有するガスを選択し、多結晶シリコン棒の表面温度を９００℃以上で１２５０℃以下に制御して多結晶シリコンを析出させる態様としてもよい。

産業上の利用可能性

[0147] 以上説明したように、本発明によれば、クロロシラン類などのシラン化合物、特にトリクロロシランを原料として大口径の多結晶シリコン棒を製造する際に発生し易い多結晶シリコン棒の崩壊を防止し、大口径多結晶シリコン棒を高効率で製造するための技術が提供される。

符号の説明

[0148] １　ベルジャ（チャンバ）

２　のぞき窓

３　冷媒入口（ベルジャー）

４　冷媒出口（ベルジャー）

５　ベースプレート

６　冷媒入口（ベースプレート）

７　冷媒出口（ベースプレート）

８　反応排ガス出口

９　原料ガス供給ノズル

１０　電極

１１　多結晶シリコン棒

１２　シリコン芯線

１３　カーボンヒータ

１４　芯線ホルダ

１５Ｌ，Ｈ，Ｃ　電源

１６　直列／接続切り替え回路

１００　反応炉

１５１　受電部

１５２　低圧気中遮断器（ＡＣＢ）

１５３　電源変圧器

１５４　出力制御部

１５５　出力部

１５６　出力変圧器

１５７　周波数変換器

請求の範囲

[請求項1] 反応器中にｍ本（ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、前記反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱された前記シリコン芯線上にＣＶＤ法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造する方法であって、

前記方法は、前記多結晶シリコン棒に２ｋＨｚ以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を備えており、

該高周波電流通電工程は、前記多結晶シリコンの析出により直径が８０ｍｍ以上の所定値D_0に達したｎ本（ｎは２以上でｍ以下の整数）の直列に連結された多結晶シリコン棒に対し、単一高周波電流を供給する１つの高周波電源から高周波電流を供給する工程を含み、

前記高周波電流の周波数を、前記直列連結されたｎ本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが１３．８ｍｍ以上で８０．０ｍｍ以下の範囲の所望の値となるように設定すること、を特徴とする多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項2] 低周波数電流乃至高周波電流の通電により前記シリコン芯線の加熱開始を行い、該シリコン芯線の表面が所望の温度となった後に前記多結晶シリコンの析出を開始する、請求項１に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項3] 前記シリコン芯線の加熱開始を、前記ｍ本のシリコン芯線を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの前記並列連結されたシリコン芯線への電流供給により行う、請求項２に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項4] 前記シリコン芯線の加熱開始を、前記ｍ本のシリコン芯線同士を１番目からｍ番目へと順次直列に連結し、前記１つの高周波電源からの前記直列連結されたシリコン芯線への電流供給により行う、請求項２に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項5] 前記多結晶シリコンの析出開始後から前記多結晶シリコン棒の直径

が前記所定値D_0に達するまでは、前記多結晶シリコン棒の加熱を、前記ｍ本の多結晶シリコン棒を並列に連結し、低周波数電流を供給する１つの低周波電源からの前記並列連結された多結晶シリコン棒への電流供給により行う、請求項１乃至４の何れか１項に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

［請求項6］ 請求項１乃至４の何れか１項に記載の多結晶シリコン棒の製造方法において、

前記反応器中にさらにＭ本（Ｍは２以上の整数）のシリコン芯線を配置し、前記１つの高周波電源とは別個に設けられた高周波電源であって２ｋＨｚ以上の単一高周波電流を供給する１つの高周波電源を用い、前記Ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出を前記ｍ本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行う、多結晶シリコン棒の製造方法。

［請求項7］ 前記原料ガスとしてトリクロロシランを含有するガスを選択し、前記多結晶シリコン棒の表面温度を９００℃以上で１２５０℃以下に制御して多結晶シリコンを析出させる、請求項１乃至４の何れか１項に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

補正された請求の範囲
[2013年6月14日(14.06.2013)国際事務局受理]

[請求項1](補正後) 反応器中にm本(mは2以上の整数)のシリコン芯線を配置し、前記反応炉内にシラン化合物を含有する原料ガスを供給し、通電により加熱された前記シリコン芯線上にCVD法により多結晶シリコンを析出させて多結晶シリコン棒を製造する方法であって、

前記方法は、前記多結晶シリコン棒に2kHz以上の周波数を有する電流を通電させて加熱する高周波電流通電工程を備えており、

該高周波電流通電工程は、前記多結晶シリコンの析出により直径が80mm以上の所定値D_0に達したn本(nは2以上でm以下の整数)の直列に連結された多結晶シリコン棒に対し、単一高周波電流を供給する1つの高周波電源から高周波電流を供給する工程を含み、

前記高周波電流の周波数を、前記直列連結されたn本の多結晶シリコン棒を流れる際の表皮深さが13.8mm以上で80.0mm以下の範囲の所望の値となるように設定し、

前記原料ガスとしてトリクロロシランを含有するガスを選択し、前記多結晶シリコン棒の表面温度を900℃以上で1250℃以下に制御して多結晶シリコンを析出させること、を特徴とする多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項2] 低周波数電流乃至高周波電流の通電により前記シリコン芯線の加熱開始を行い、該シリコン芯線の表面が所望の温度となった後に前記多結晶シリコンの析出を開始する、請求項1に記載の多結晶シリコンの製造方法。

[請求項3] 前記シリコン芯線の加熱開始を、前記m本のシリコン芯線を並列に連結し、低周波数電流を供給する1つの低周波電源からの前記並列連結されたシリコン芯線への電流供給により行う、請求項2に記載の多結晶シリコンの製造方法。

[請求項4] 前記シリコン芯線の加熱開始を、前記m本のシリコン芯線同士を1番目からm番目へと順次直列に連結し、前記1つの高周波電源からの前記直列連結されたシリコン芯線への電流供給により行う、請求項2に記載の多結晶シリコンの製造方法。

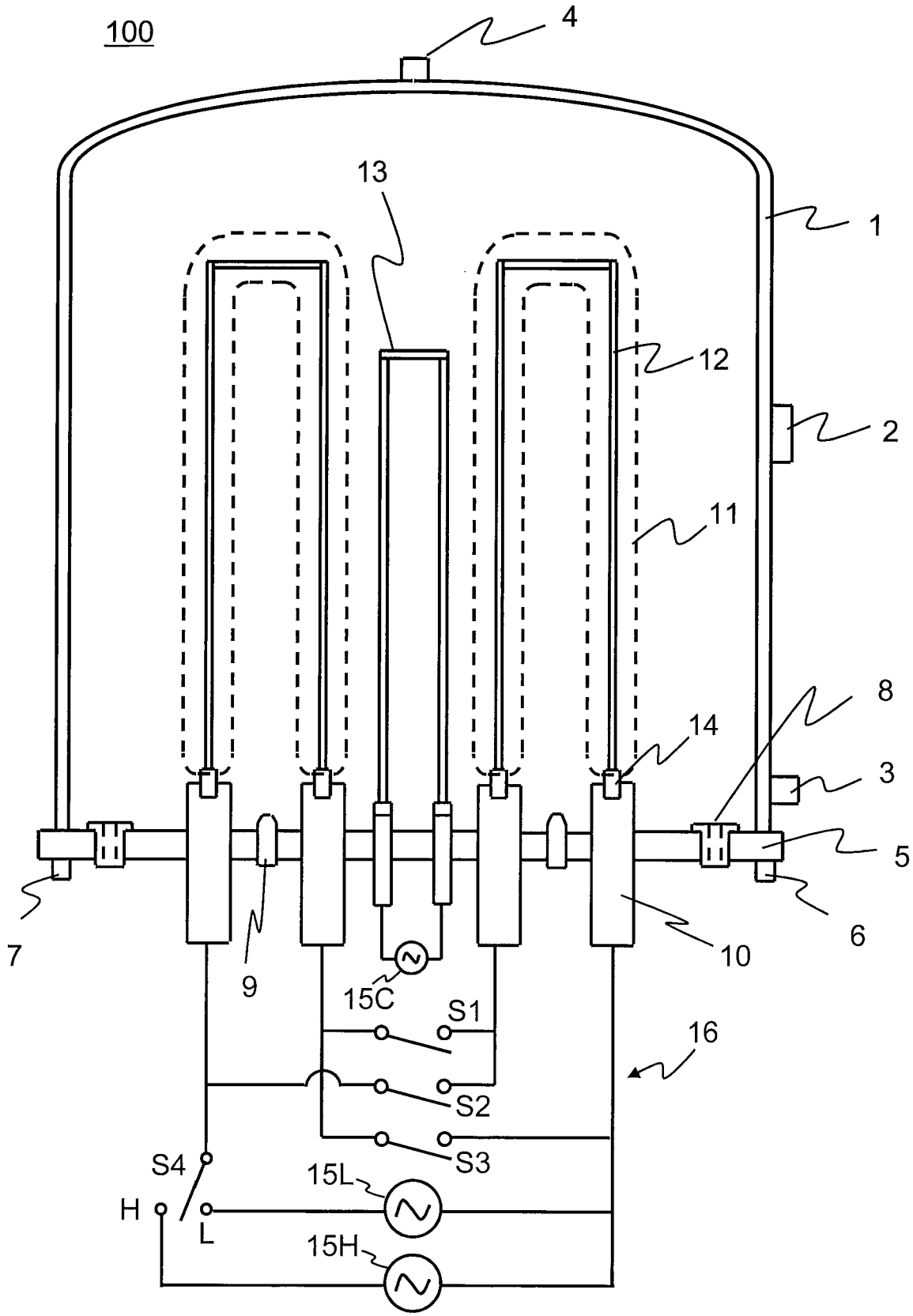
[請求項5] 前記多結晶シリコンの析出開始後から前記多結晶シリコン棒の直径が前記所定値D_0に達するまでは、前記多結晶シリコン棒の加熱を、前記m本の多結晶シリコン棒を並列に連結し、低周波数電流を供給する1つの低周波電源からの前記並列連結された多結晶シリコン棒への電流供給により行う、請求項1乃至4の何れか1項に記載の多結晶シリコンの製造方法。

[請求項6] 請求項1乃至4の何れか1項に記載の多結晶シリコン棒の製造方法において、

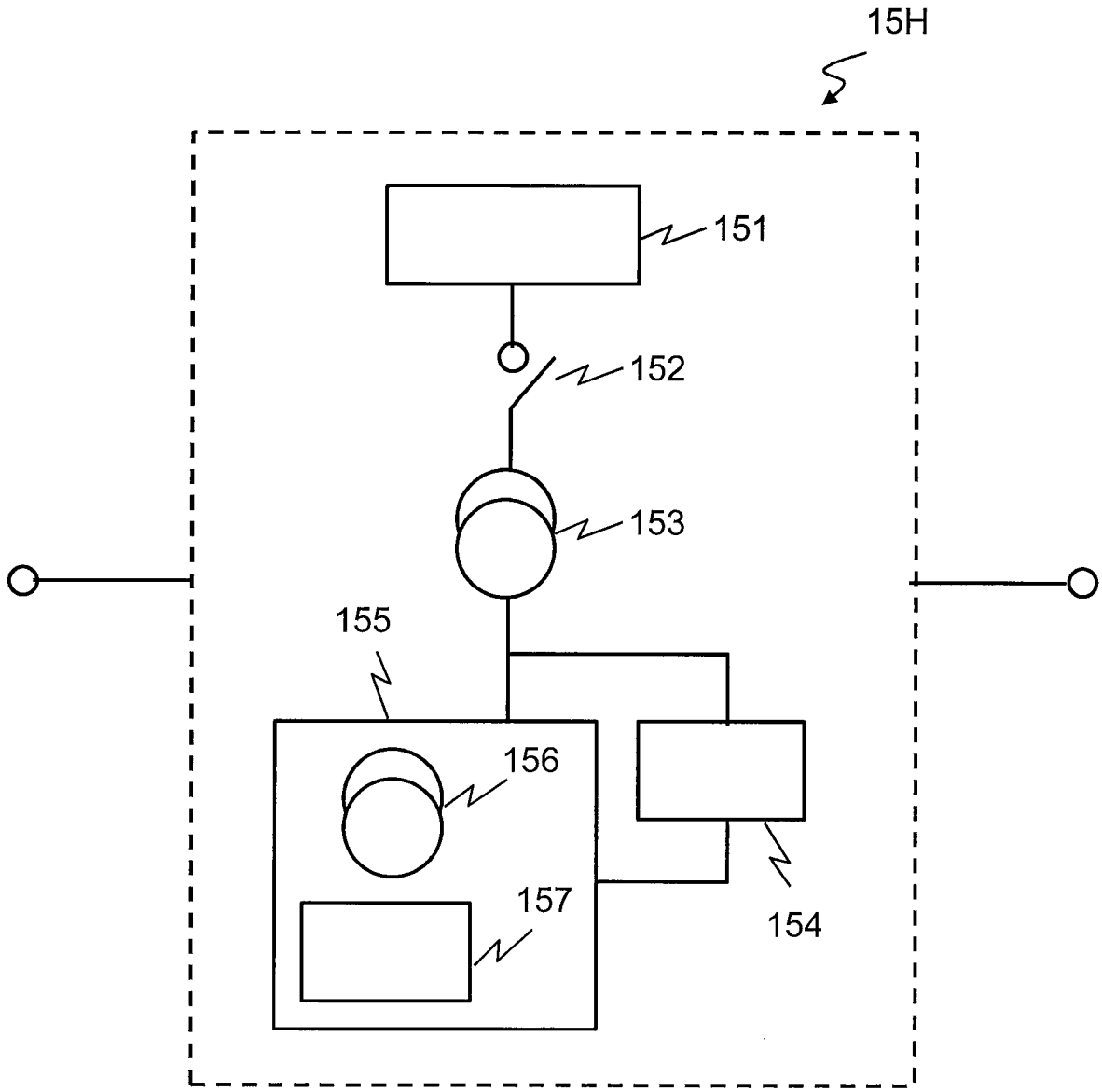
前記反応器中にさらにM本(Mは2以上の整数)のシリコン芯線を配置し、前記1つの高周波電源とは別個に設けられた高周波電源であって2kHz以上の単一高周波電流を供給する1つの高周波電源を用い、前記M本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出を前記m本のシリコン芯線上への多結晶シリコンの析出と同様に行う、多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項7](削除)

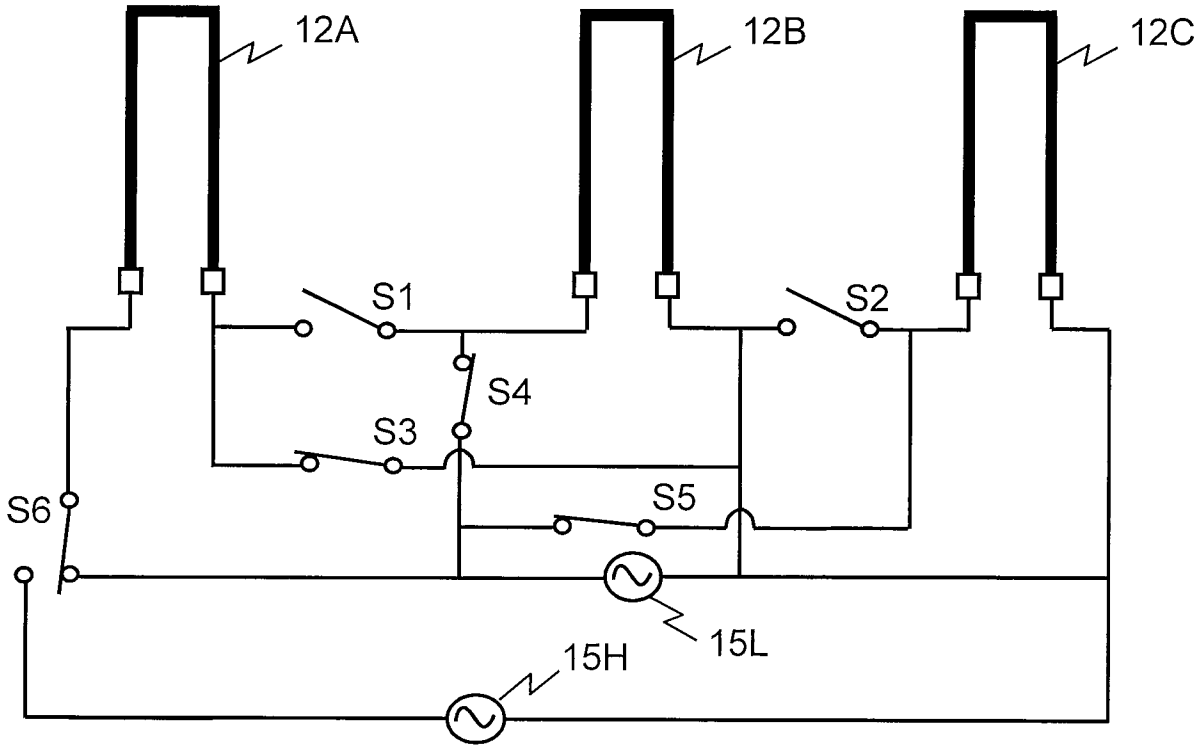
[図1]



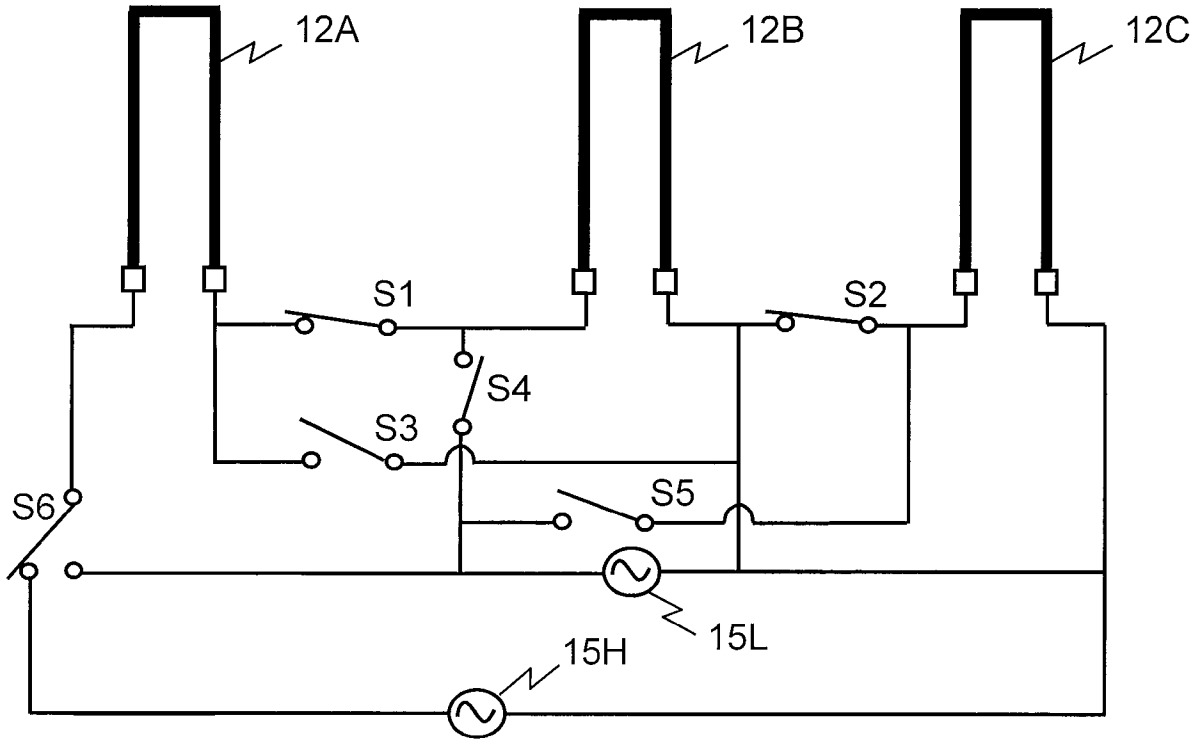
[図2]



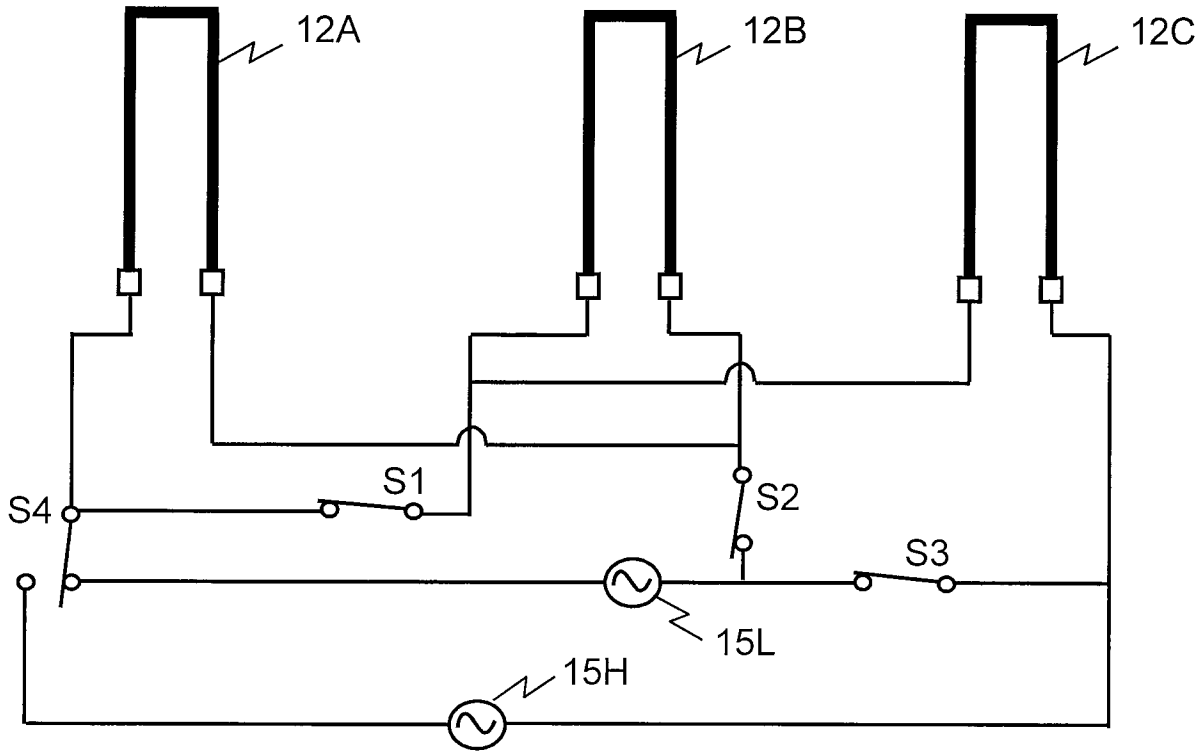
[図3A]


12A
12B
12C
S1
S2
S4
S3
S6
S5
15L
15H

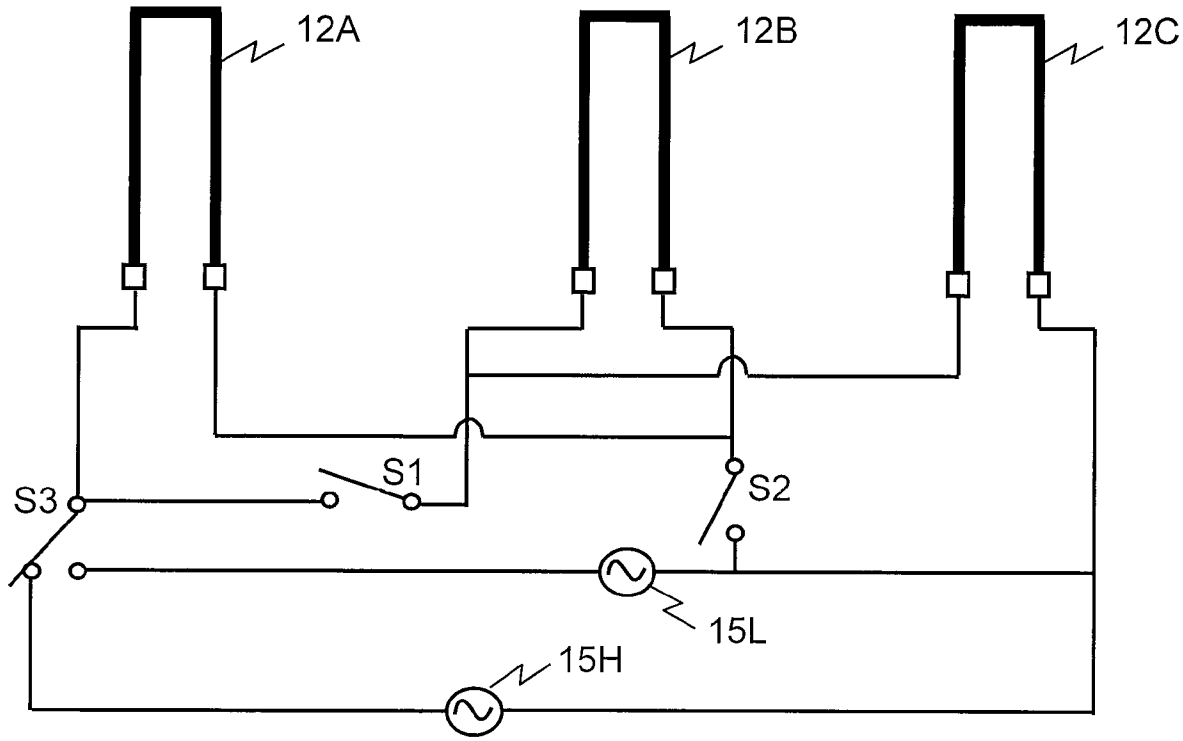
[図3B]


12A
12B
12C
S1
S2
S4
S3
S6
S5
15L
15H

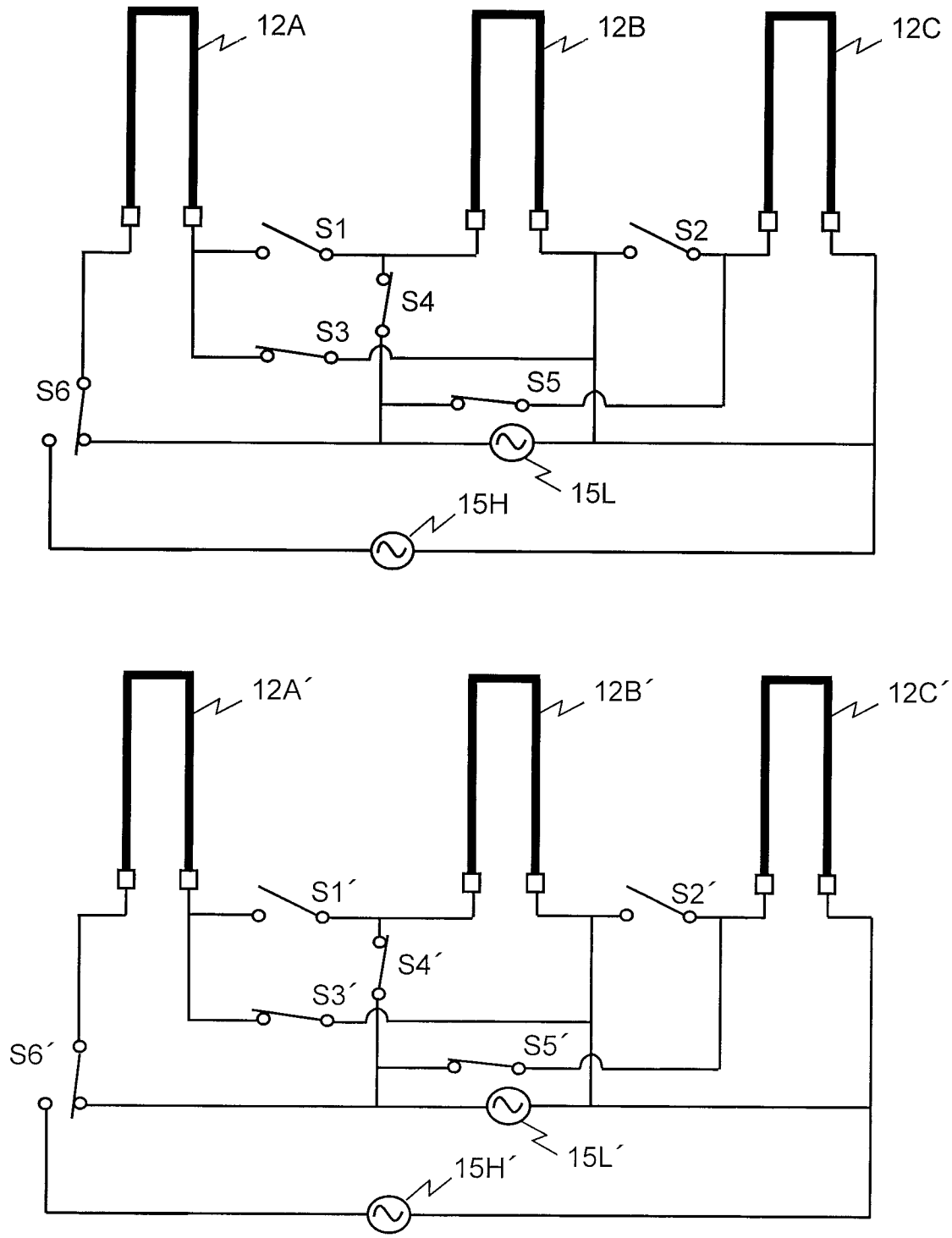
[図4A]



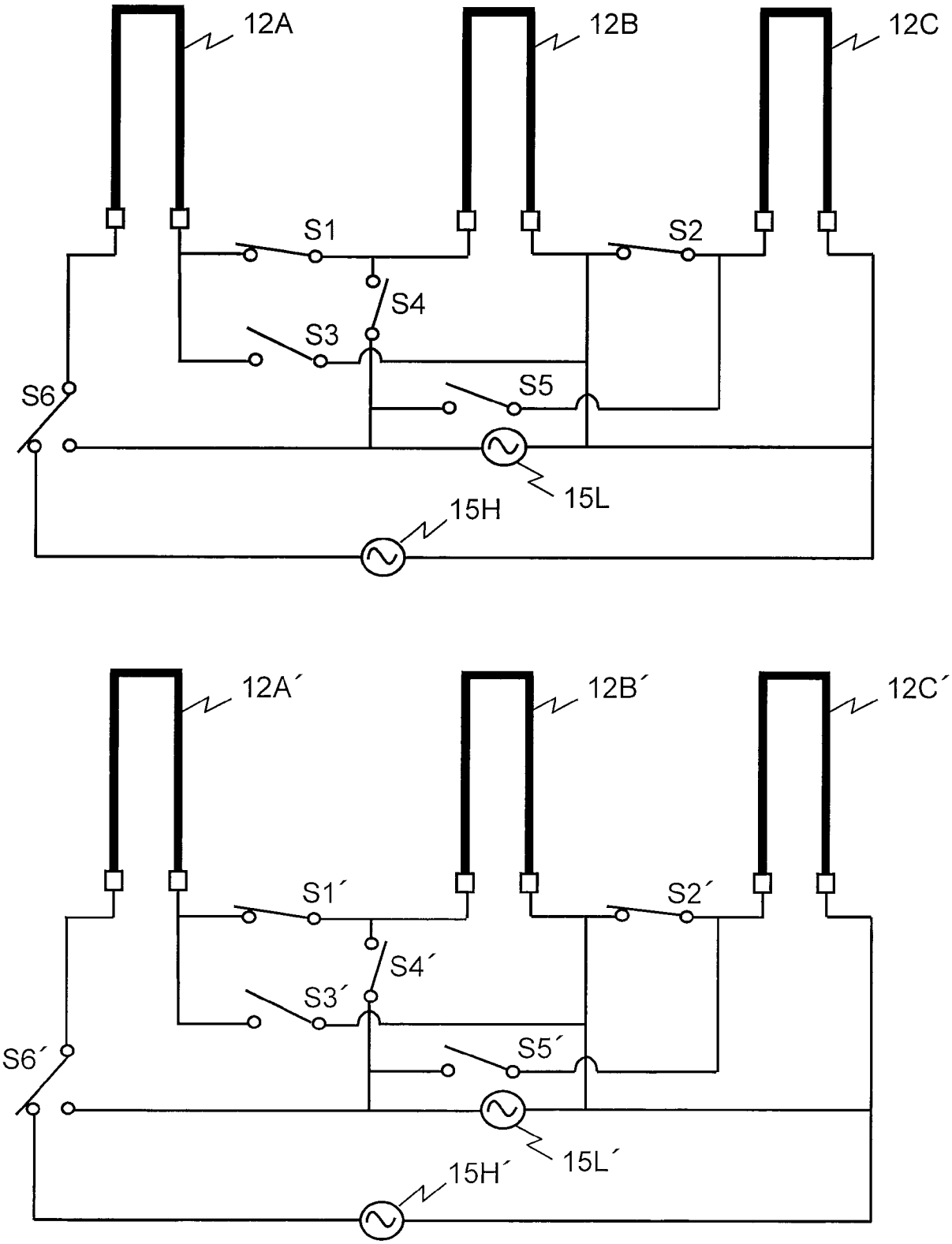
[図4B]



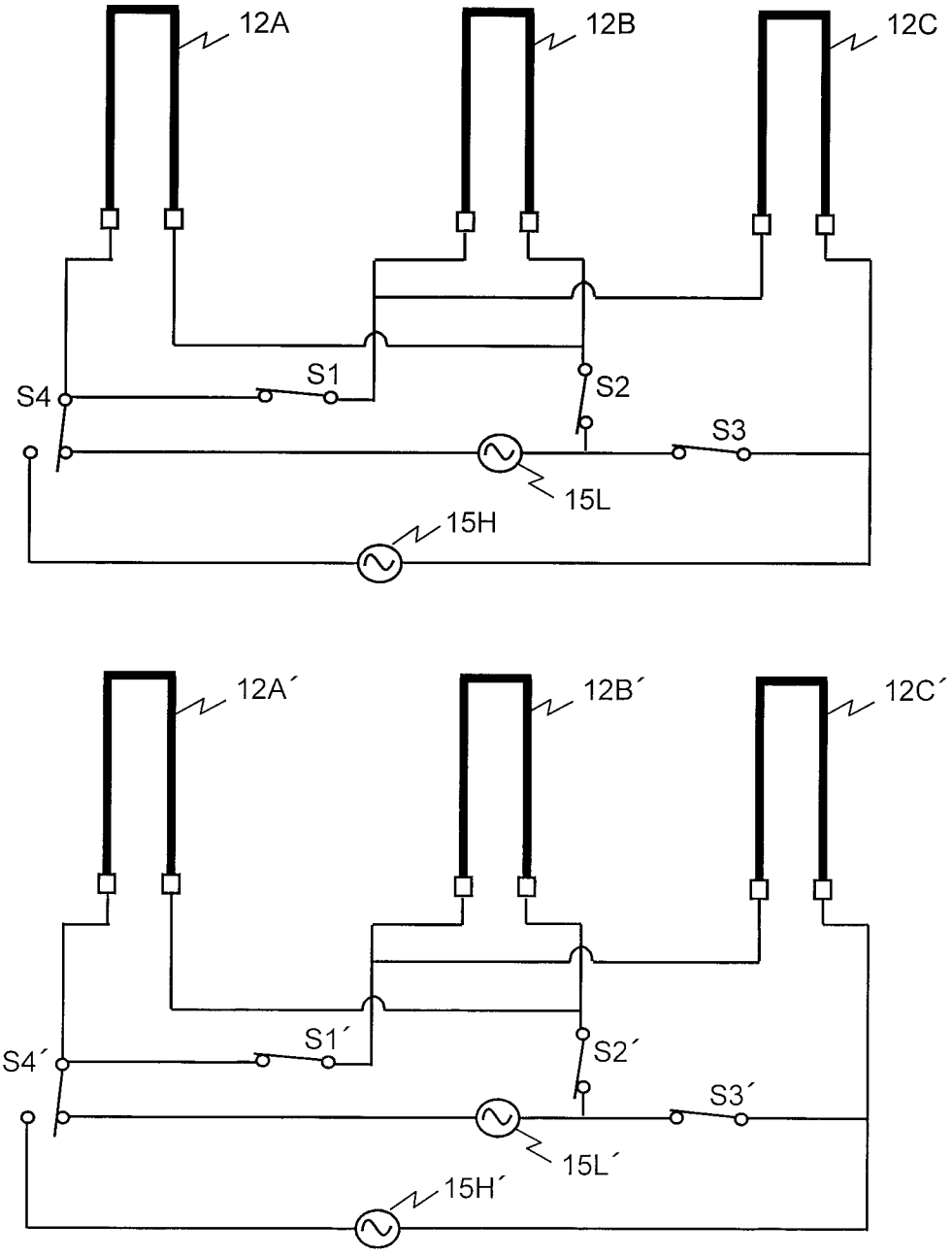
[図5A]


12A
12B
12C
S1
S2
S3
S4
S5
S6
15H
15L
12A´
12B´
12C´
S1´
S2´
S3´
S4´
S5´
S6´
15H´
15L´

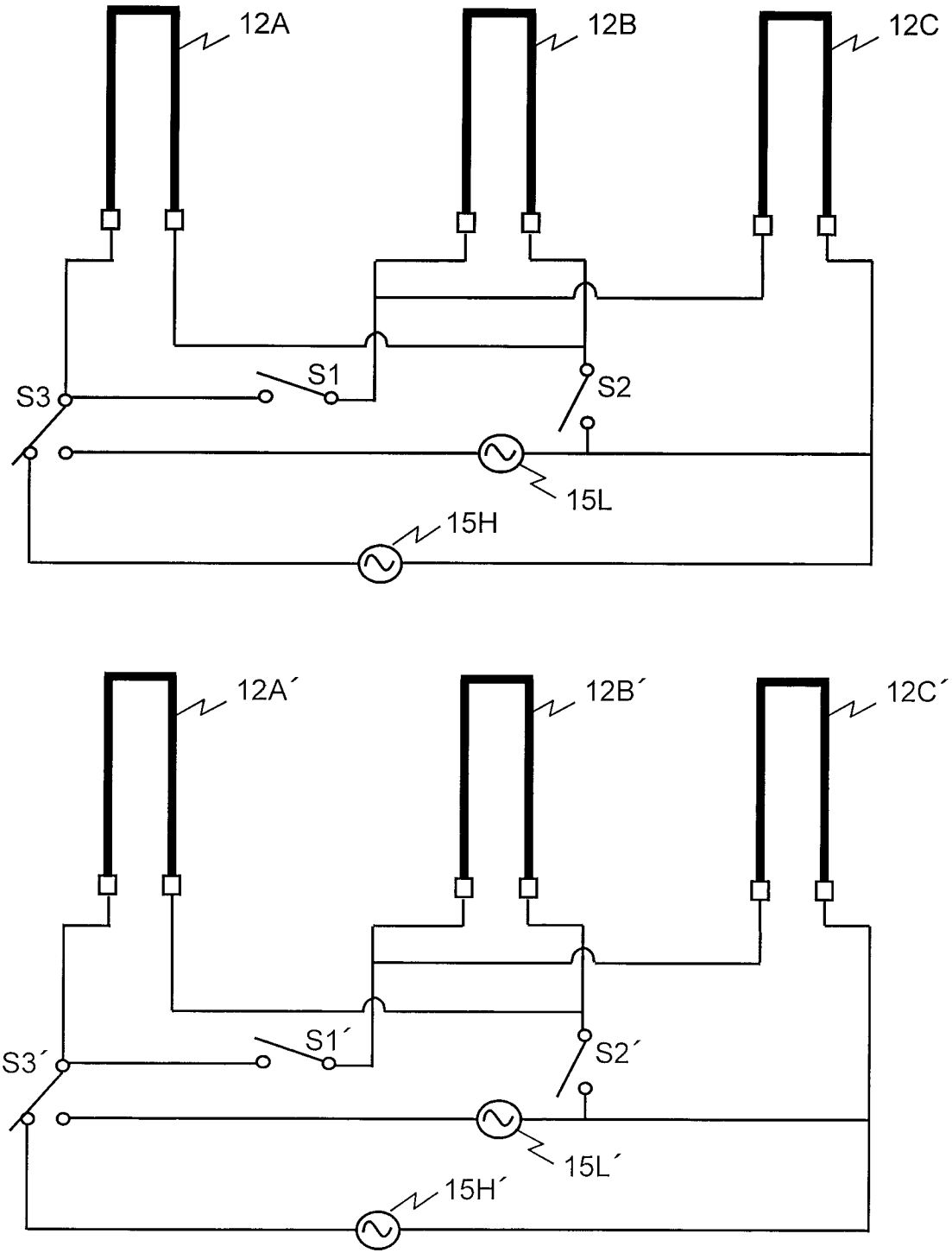
[図5B]


12A
12B
12C
S1
S2
S4
S3
S6
S5
15L
15H
12A´
12B´
12C´
S1´
S2´
S4´
S3´
S6´
S5´
15L´
15H´

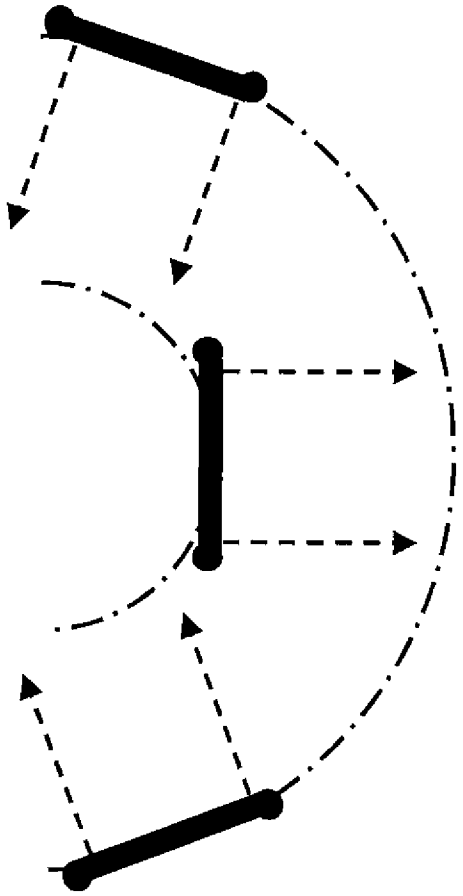
[図6A]



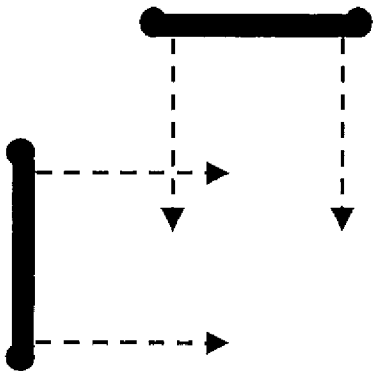
[図6B]



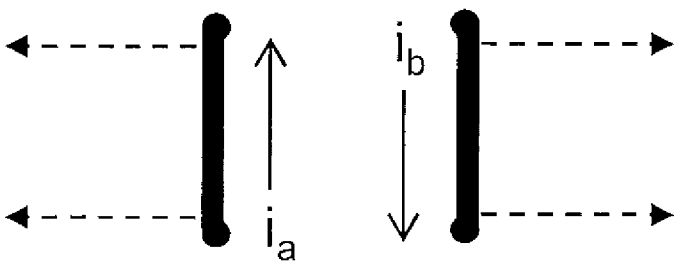
[図7A]



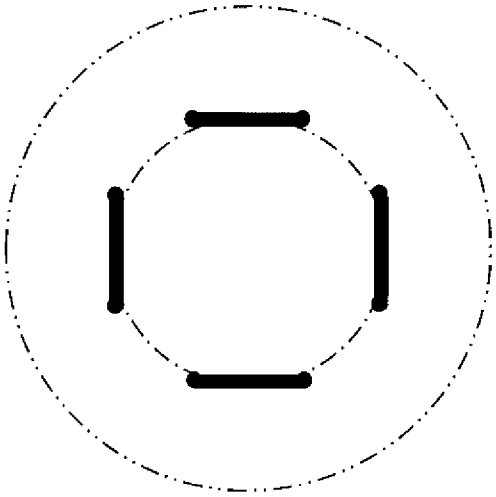
[図7B]



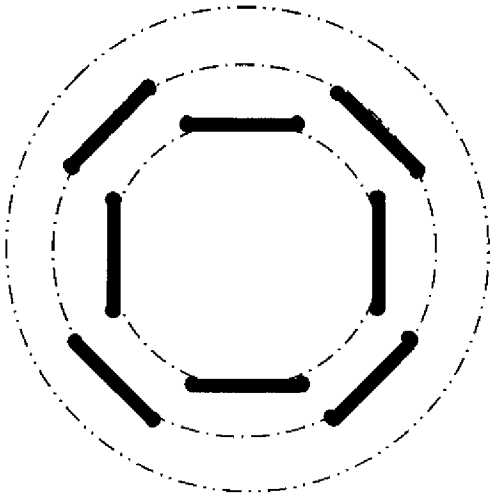
[図7C]



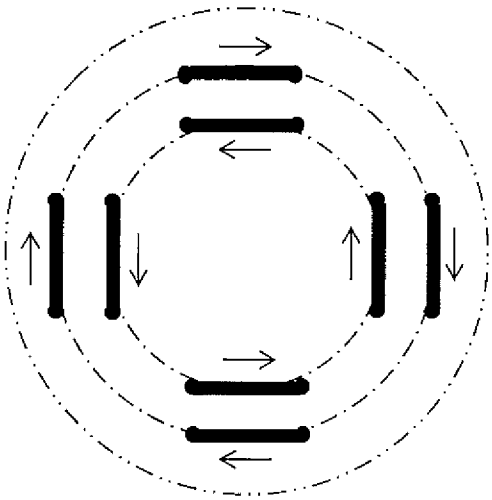
[図8A]



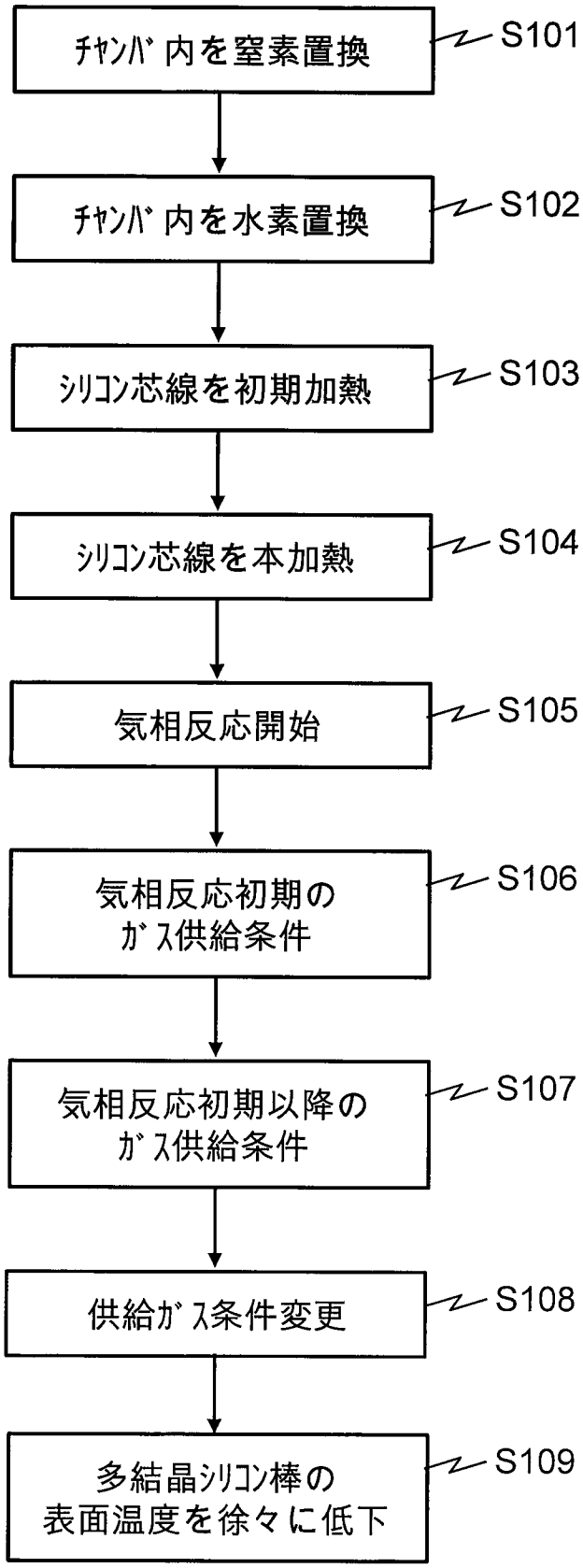
[図8B]



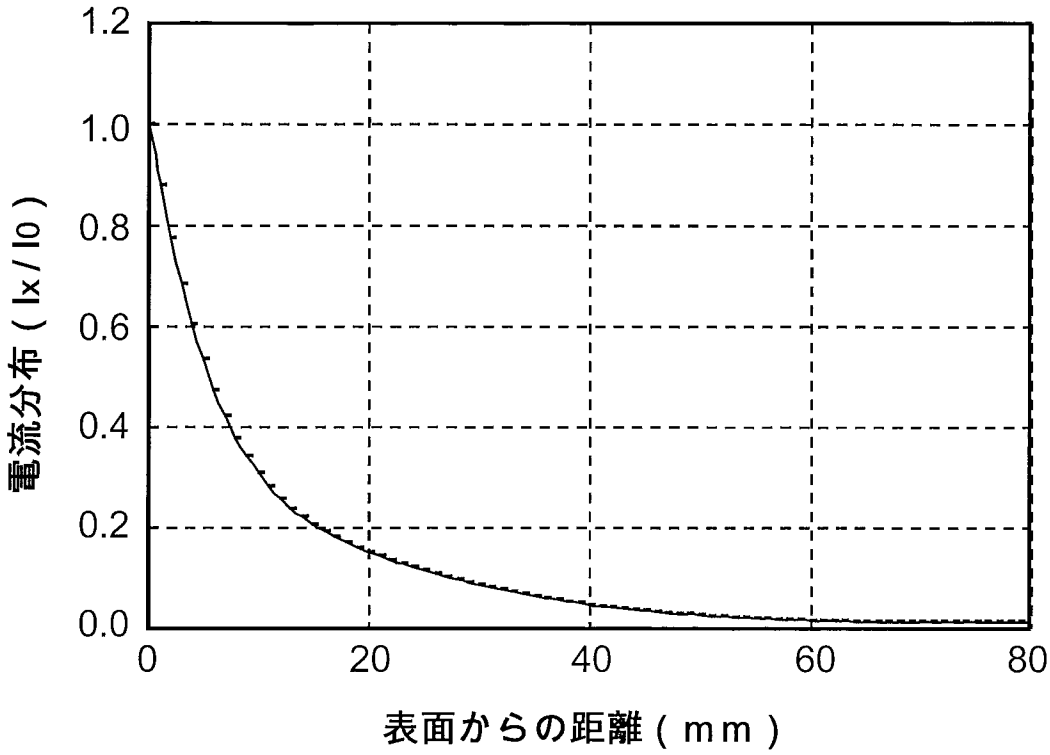
[図8C]



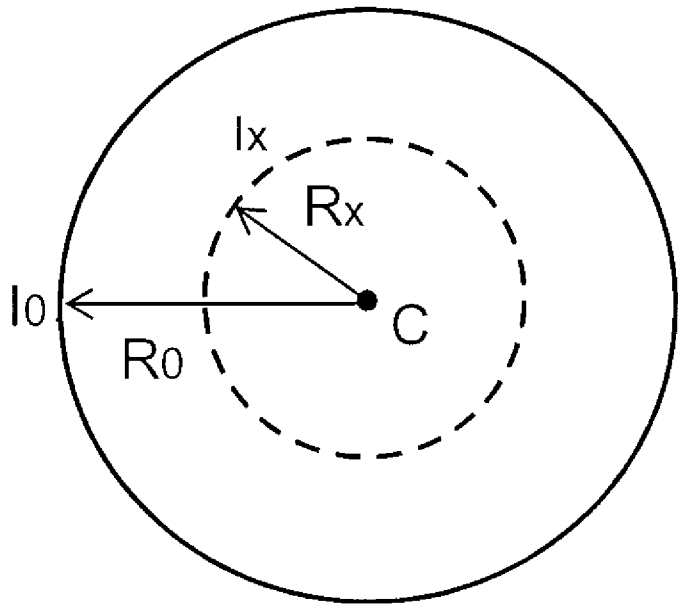
[図9]


チャンバ内を窒素置換
S101
チャンバ内を水素置換
S102
シリコン芯線を初期加熱
S103
シリコン芯線を本加熱
S104
気相反応開始
S105
気相反応初期のガス供給条件
S106
気相反応初期以降のガス供給条件
S107
供給ガス条件変更
S108
多結晶シリコン棒の表面温度を徐々に低下
S109

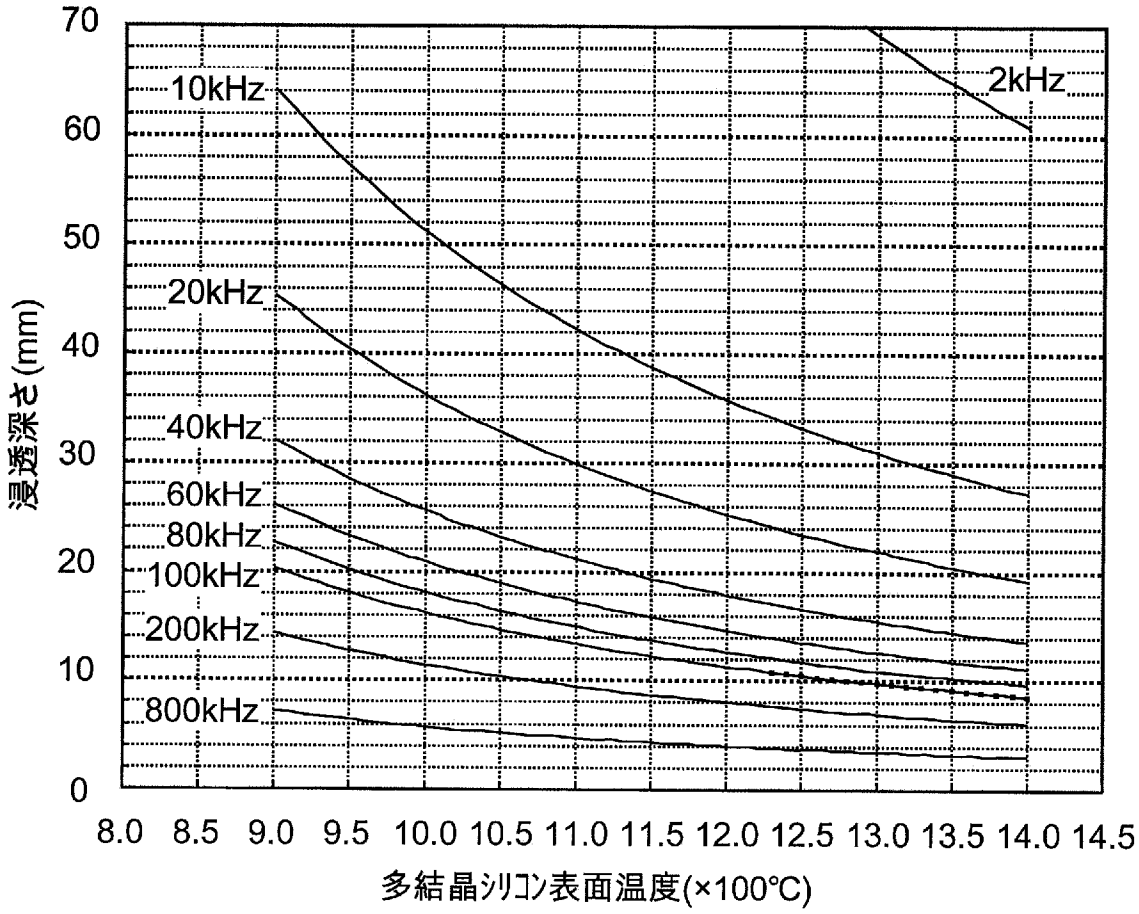
[図10A]



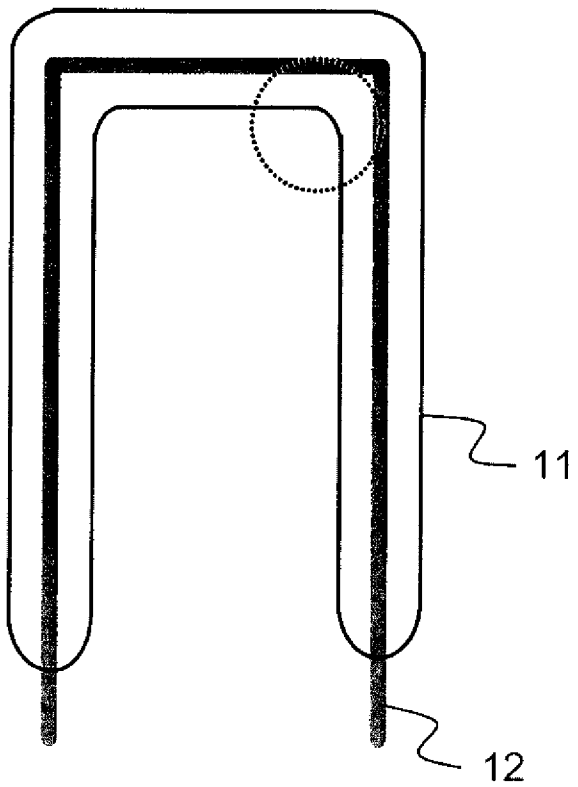
[図10B]



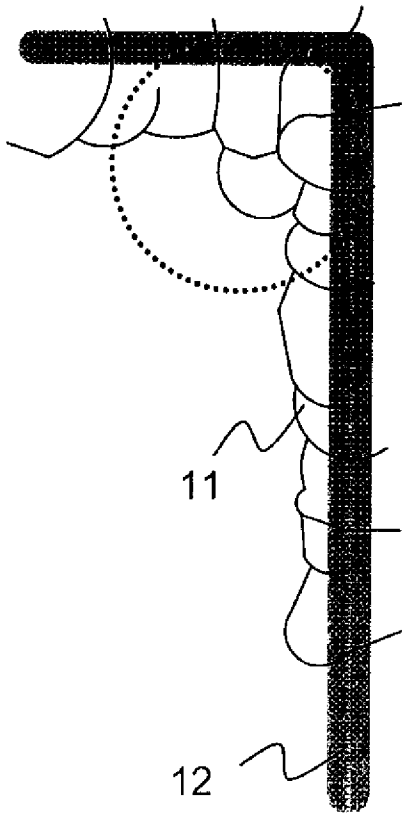
[図11]


70
60
50
40
30
20
10
0
浸透深さ(mm)
10kHz
2kHz
20kHz
40kHz
60kHz
80kHz
100kHz
200kHz
800kHz
8.0 8.5 9.0 9.5 10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 12.5 13.0 13.5 14.0 14.5
多結晶シリコン表面温度(×100℃)

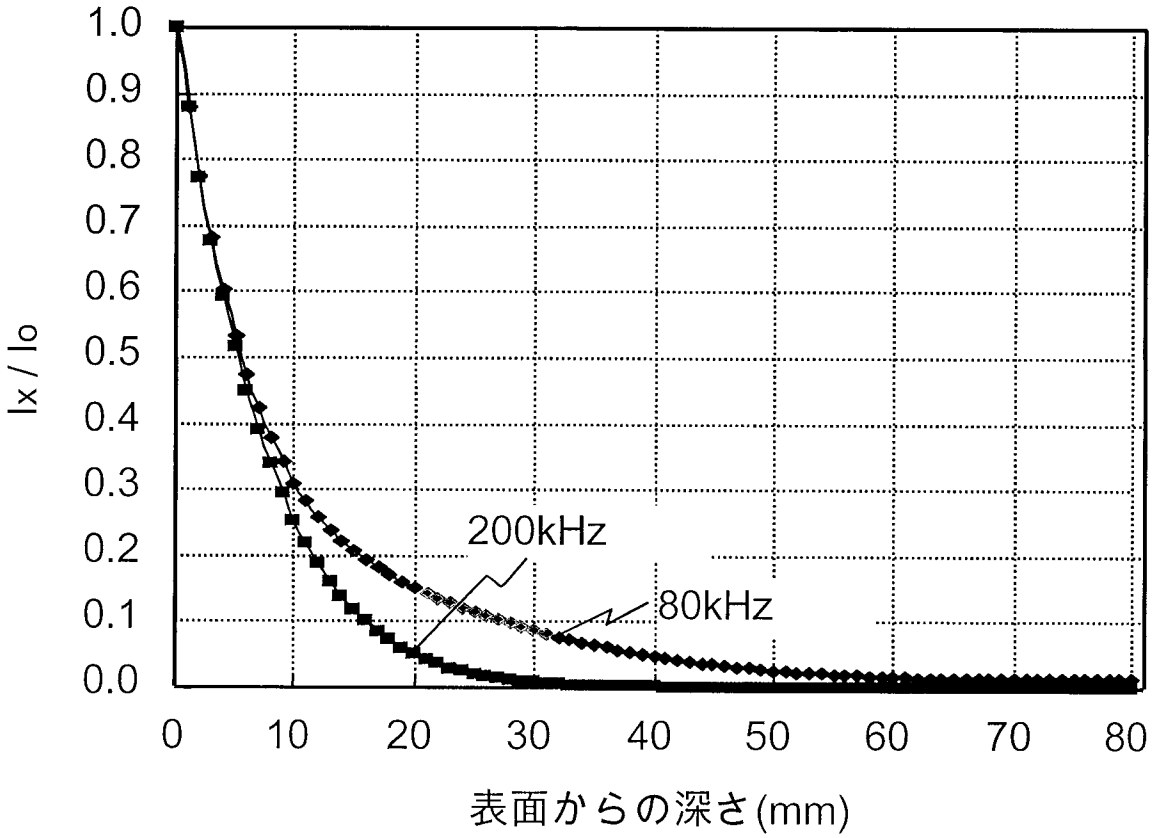
[図12A]


11
12

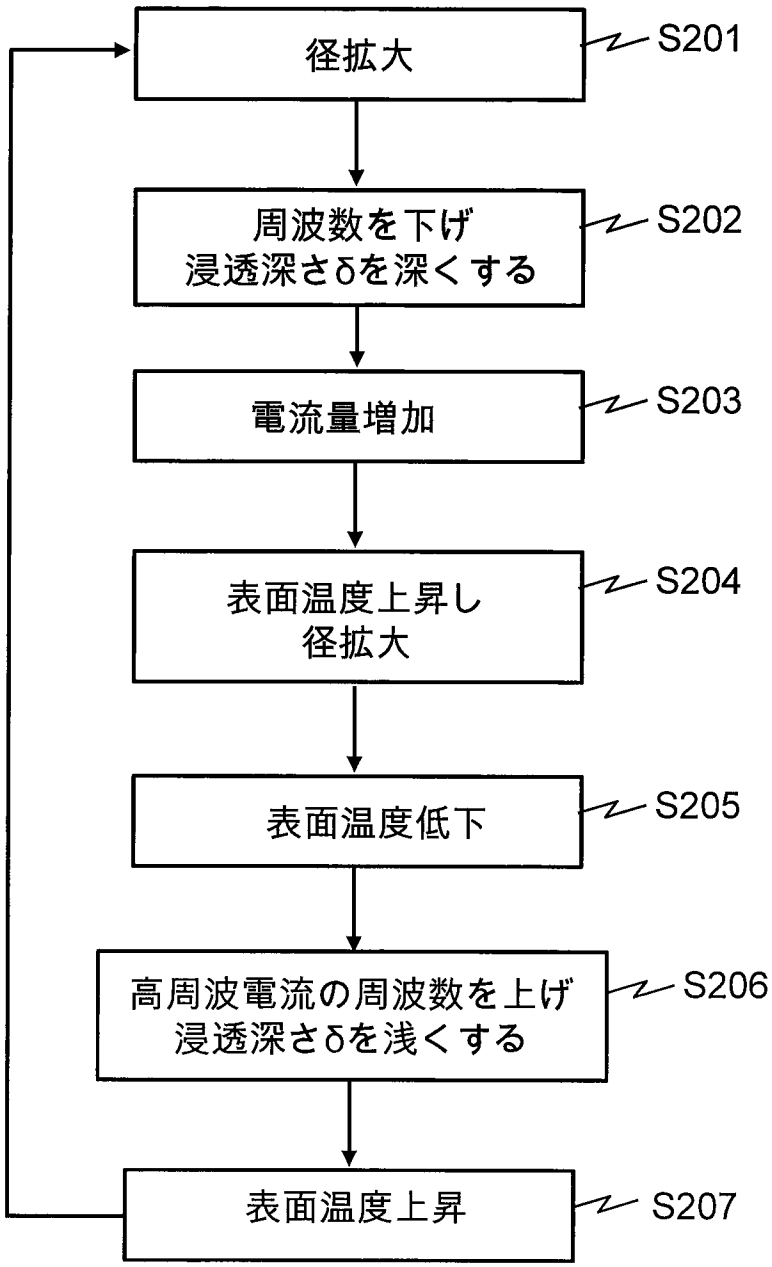
[図12B]


11
12

[図13]


1.0
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0.0
Ix / Io
200kHz
80kHz
0
10
20
30
40
50
60
70
80
表面からの深さ(mm)

[図14]


径拡大
S201
周波数を下げ
浸透深さδを深くする
S202
電流量増加
S203
表面温度上昇し
径拡大
S204
表面温度低下
S205
高周波電流の周波数を上げ
浸透深さδを浅くする
S206
表面温度上昇
S207

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/000892

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C01B33/035(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C01B33/035

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2002-508294 A (Advanced Silicon Materials LLC), 19 March 2002 (19.03.2002), all pages & JP 4812938 B & US 6221155 B1 & US 2002/0014197 A1 & US 2003/0127045 A1 & WO 1999/031013 A1 & DE 19882883 T & DE 19882883 B	1,2,6 3-5,7
Y	JP 2001-146499 A (Sumitomo Sitix of Amagasaki, Inc.), 29 May 2001 (29.05.2001), paragraphs [0018] to [0019]; fig. 1 (Family: none)	1,2,6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
18 March, 2013 (18.03.13)	02 April, 2013 (02.04.13)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2013/000892

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 1-305810 A (Osaka Titanium Kabushiki Kaisha), 11 December 1989 (11.12.1989), page 1, lower left column, line 18 to lower right column, line 19; fig. 1 (Family: none)	1,2,6
A	JP 63-74909 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 05 April 1988 (05.04.1988), page 2, upper right column, line 15 to page 3, upper left column, line 15 (Family: none)	1-7

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１３／０００８９２

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C01B33/035(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C01B33/035

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１３年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y	JP 2002-508294 A（アドバンスド　シリコン　マテリアルズ　リミテツド　ライアビリテイ　カンパニー）2002.03.19, 全頁 & JP 4812938 B & US 6221155 B1 & US 2002/0014197 A1 & US 2003/0127045 A1 & WO 1999/031013 A1 & DE 19882883 T & DE 19882883 B	1,2,6
A		3-5,7
Y	JP 2001-146499 A（株式会社住友シチックス尼崎）2001.05.29, 段落【００１８】～【００１９】、図１（ファミリーなし）	1,2,6

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 １８．０３．２０１３	国際調査報告の発送日 ０２．０４．２０１３
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｇ　４４８９ 伊藤　光貴 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y	JP 1-305810 A（大阪チタニウム株式会社）1989.12.11，第１頁左下欄第１８行～右下欄第１９行、第１図（ファミリーなし）	1,2,6
A	JP 63-74909 A（信越半導体株式会社）1988.04.05，第２頁右上欄第１５行～第３頁左上欄第１５行（ファミリーなし）	1-7