

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-505046  
(P2008-505046A)

(43) 公表日 平成20年2月21日(2008.2.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>CO1B 33/02 (2006.01)</b>	CO1B 33/02	E 4G072
<b>HO1L 31/04 (2006.01)</b>	HO1L 31/04	H 5F051

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 23 頁)

(21) 出願番号 特願2007-519503 (P2007-519503)  
 (86) (22) 出願日 平成17年6月30日 (2005. 6. 30)  
 (85) 翻訳文提出日 平成19年1月30日 (2007. 1. 30)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2005/023629  
 (87) 国際公開番号 W02006/005018  
 (87) 国際公開日 平成18年1月12日 (2006. 1. 12)  
 (31) 優先権主張番号 10/883, 644  
 (32) 優先日 平成16年6月30日 (2004. 6. 30)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

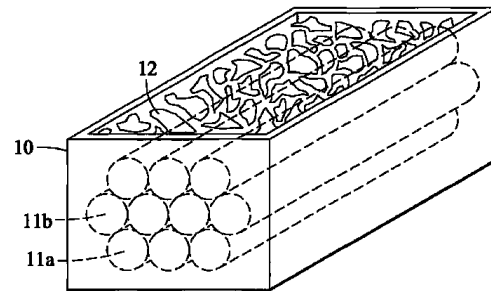
(71) 出願人 507002985  
 アールイーシー シリコン インコーポレ  
 イテッド  
 アメリカ合衆国 ワシントン州 9883  
 7 モーゼズ レイク ロード エヌ エ  
 ヌイー 3322  
 (74) 代理人 100147485  
 弁理士 杉村 憲司  
 (74) 代理人 100072051  
 弁理士 杉村 興作  
 (74) 代理人 100107227  
 弁理士 藤谷 史朗  
 (74) 代理人 100114292  
 弁理士 来間 清志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶シリコンインゴットの製造方法

(57) 【要約】

本発明は、方向性凝固法を用いた結晶シリコンインゴット、結晶シリコンウエハ及び太陽電池の改良された製造方法に関するものであり、特に、方向性凝固法に用いる型の装入及び準備方法に関するものである。少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片と、少なくとも1つのチャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンとを型に装入することで、ポリシリコン含有物の充填密度及び熱伝導度が増大すると共に製造サイクルを実施するのに消費される資源量が少なくなり汚染が低減される。



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

改良された方向性凝固法であって、  
方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した型を準備する工程と、  
この型に少なくとも2つの多結晶シリコンの断片を装入し、この型の中で少なくとも2つのロッド多結晶シリコンの断片が互いに接触するようにする工程と、  
この型に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つを装入する工程と、  
この型を方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した炉に配置する工程と

10

を有する方向性凝固法。

**【請求項 2】**

請求項 1 に記載の方向性凝固法であって更に、  
少なくとも2つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとが溶融し所望の状態の溶融シリコン体となるまで前記型を加熱する工程と、  
この型を冷却することにより溶融シリコン体を結晶化し結晶シリコンインゴットを形成する工程と

を有する方向性凝固法。

**【請求項 3】**

20

請求項 2 に記載の方向性凝固法であって、  
前記結晶シリコンインゴットが多結晶構造である方向性凝固法。

**【請求項 4】**

請求項 3 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記結晶シリコンインゴットから結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

**【請求項 5】**

請求項 4 に記載の方法であって更に、  
前記結晶シリコンウエハから光電池を製造する工程を有する方向性凝固法。

**【請求項 6】**

30

改良された方向性凝固法であって、  
方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した複数の型を準備する工程と、

それぞれの型に少なくとも2つのロッド多結晶シリコンの断片を装入し、これら各々の型の中で少なくとも2つのロッド多結晶シリコンの断片が互いに接触するようにする工程と、

各々の型に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つを装入する工程と、

方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した炉にこれら型を配置する工程と、

40

少なくとも2つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとが溶融して所望の状態の溶融シリコン体になるまでこれら複数の型を加熱する工程と、

これら複数の型を冷却することにより前記溶融シリコン体を結晶化させ複数の結晶シリコンインゴットを形成する工程と

を有する方向性凝固法。

**【請求項 7】**

請求項 6 に記載の方向性凝固法であって、  
各結晶シリコンインゴットが多結晶構造である方向性凝固法。

**【請求項 8】**

50

請求項 7 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記複数の結晶シリコンインゴットから複数の結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記複数の結晶シリコンウエハから複数の光電池を製造する工程を有する方向性凝固法

【請求項 10】

改良された方向性凝固法であって、

方向性凝固法による多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した型を準備する工程であって、この型は、方形であり且つ平坦な底部を有し、10 cm ~ 70 cm の長さ、10 cm ~ 50 cm の幅と、10 cm ~ 43 cm の高さにより規定されるものとする当該工程と

10

、  
少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片を前記型に装入する工程であって、この少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片が80 mm ~ 140 mm の直径と、8 cm ~ 68 cm の長さにより規定されるものとする当該工程と、

チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状多結晶シリコンのうちの少なくとも1つを前記型へ装入する工程と、

少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとを方向性凝固法を用いて溶融及び冷却させるのに適した炉に前記型を配置する工程と

20

を有する方向性凝固法。

【請求項 11】

請求項 10 に記載の方向性凝固法であって更に、

少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとが溶融して所望の状態の溶融シリコン体になるまで前記型を過熱する工程であって、この型が頂部及び底部により規定されており、前記炉がこの型の頂部及び底部を加熱するようにする当該工程と、

この型を冷却することにより前記溶融シリコン体を結晶化し結晶シリコンインゴットを形成する工程と

30

を有する方向性凝固法。

【請求項 12】

請求項 11 に記載の方向性凝固法であって、

前記結晶シリコンインゴットが多結晶構造である方向性凝固法。

【請求項 13】

請求項 12 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記結晶シリコンインゴットから結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

【請求項 14】

請求項 13 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記結晶シリコンウエハから光電池を製造する工程を有する方向性凝固法。

40

【請求項 15】

改良された方向性凝固法であって、

方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した複数の型を準備する工程であって、

各々の型は、方形であり且つ平坦な底部を有し、10 cm ~ 70 cm の長さ、10 cm ~ 50 cm の幅と、10 cm ~ 43 cm の高さにより規定されるものとする当該工程と

、  
少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片を前記各型に装入する工程であって、この少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片が80 mm ~ 140 mm の直径と8 cm

50

～ 68cmの長さにより規定されるものとする当該工程と、

チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状多結晶シリコンのうちの少なくとも1つを前記各型へ装入する工程と、

少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとを方向性凝固法を用いて溶融及び冷却させるのに適した炉に前記型を配置する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項16】

請求項15に記載の方向性凝固法であって更に、

少なくとも1つのロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも1つとを各型内で溶融させて所望の状態の溶融シリコン体となるまで前記複数の型を過熱する工程であって、これら複数の型は頂部及び底部によりそれぞれ規定されており、前記炉が前記各々の型の頂部及び底部を加熱するようにする当該工程と、

これら複数の型を冷却することにより各型内の溶融シリコン体を結晶化させ、多結晶構造を特徴とする複数の結晶シリコンインゴットを形成する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項17】

請求項16に記載の方向性凝固法であって更に、

前記複数の結晶シリコンインゴットから複数の結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

【請求項18】

請求項17に記載の方向性凝固法であって更に、

前記複数の結晶シリコンウエハから複数の光電池を製造する工程を有する方向性凝固法

。

【請求項19】

改良された方向性凝固法であって、

方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した、平坦な底部を有する方形の型を準備する工程と、

この型に、複数のロッド多結晶シリコンの断片をずらして層状にした構成又は交差して層状にした構成で装入する工程と、

この型に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンの少なくとも1つを装入する工程と、

方向性凝固法を用いた多結晶シリコン内容物の溶融及び冷却に適した炉にこの型を配置する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項20】

請求項19に記載の方向性凝固法であって、

第1の複数のロッド多結晶シリコンの断片が、この第1の複数のロッド多結晶シリコンの断片の下にある第2の複数のロッド多結晶シリコンの断片と接触している方向性凝固法

。

【請求項21】

請求項19に記載の方向性凝固法であって、

前記複数のロッド多結晶シリコンの断片を長手方向において垂直な配置となるよう装入する方向性凝固法。

【請求項22】

請求項19に記載の方向性凝固法であって、

前記型が長さ及び幅によって規定されており、この型の長さ及び幅がほぼ等しいものである方向性凝固法。

【請求項23】

10

20

30

40

50

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記型が長さ及び幅によって規定されており、この型の長さが 58 cm ~ 70 cm で且つ幅が 58 cm ~ 70 cm となるようにする方向性凝固法。

【請求項 24】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記型が高さよって規定されており、この型の高さが 38 cm ~ 43 cm となるようにする方向性凝固法。

【請求項 25】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記各ロッド多結晶シリコンの断片が長さによって規定されており、これらロッド多結晶シリコンの断片の長さが 8 cm ~ 68 cm となるようにする方向性凝固法。

10

【請求項 26】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記各ロッド多結晶シリコンの断片が直径によって規定されており、これらロッド多結晶シリコンの断片の直径が 80 mm ~ 140 mm となるようにする方向性凝固法。

【請求項 27】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記各ロッド多結晶シリコンの断片が重量によって規定されており、各ロッド多結晶の断片の重さが 4 キログラム ~ 15 キログラムとなるようにする方向性凝固法。

【請求項 28】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記ロッド多結晶シリコンの断片をまずジーマンス法により準備する方向性凝固法。

20

【請求項 29】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記チャック多結晶シリコンをまずジーマンス法により準備する方向性凝固法。

【請求項 30】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記チップ多結晶シリコンをまずジーマンス法により準備する方向性凝固法。

【請求項 31】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって、  
前記粒状ポリシリコンをまずジーマンス法により準備する方向性凝固法。

30

【請求項 32】

請求項 19 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャック多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうち少なくとも 1 つとが熔融して所望の状態の熔融シリコン体になるまで前記型を加熱する工程と、  
この型を冷却することにより前記熔融シリコン体を結晶化させ結晶シリコンインゴットを形成する工程と  
を有する方向性凝固法。

【請求項 33】

請求項 32 に記載の方向性凝固法であって、  
前記結晶シリコンインゴットが多結晶構造である方向性凝固法。

40

【請求項 34】

請求項 32 に記載の方向性凝固法であって、  
前記所望の状態を、熔融シリコン体の予め選択された温度範囲によって決定する方向性凝固法。

【請求項 35】

請求項 32 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記結晶シリコンインゴットから結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

50

## 【請求項 36】

請求項 35 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記結晶シリコンウエハから光電池を製造する工程を有する方向性凝固法。

## 【請求項 37】

改良された方向性凝固法であって、  
方向性凝固法による多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した、平坦な底部を有する方形の型を複数準備する工程と、

複数のロッド多結晶シリコンの断片をずらして層状にした構成又は交差して層状にした構成で各型に装入する工程と、

チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つを前記各々の型に装入する工程と、

複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンとを、方向性凝固法を用いて溶融及び冷却させるのに適した炉に前記複数の型を配置する工程と

を有する方向性凝固法。

## 【請求項 38】

請求項 37 に記載の方向性凝固法であって更に、  
複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つとが溶融して所望の状態の溶融シリコン体になるまで前記型を加熱する工程と、

これら複数の型を冷却することにより前記溶融シリコン体を結晶化させ複数の結晶シリコンインゴットを形成する工程であって、これら複数の結晶シリコンインゴットが多結晶構造を特徴とするものである当該工程と

を有する方向性凝固法。

## 【請求項 39】

請求項 38 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記複数の結晶シリコンインゴットから複数の結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

## 【請求項 40】

請求項 39 に記載の方向性凝固法であって更に、  
前記複数の結晶シリコンウエハから複数の光電池を製造する工程を有する方向性凝固法

## 【請求項 41】

改良された方向性凝固法であって、  
方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した型を準備する工程であって、この型は、方形であり且つ平坦な底部を有し、10 cm ~ 70 cm の長さ、10 cm ~ 50 cm の幅と、10 cm ~ 43 cm の高さにより規定されるものである当該工程と、

複数のロッド多結晶シリコン断片をずらして層状にした構成又は交差して層状にした構成で前記型に装入する工程であって、これら複数のロッド多結晶シリコンの断片はジューメンズ法により準備されたものであり、これら複数のロッド多結晶シリコンの断片は 80 mm ~ 140 mm の直径により規定されており、少なくとも 1 つのロッド多結晶シリコンの断片は 8 cm ~ 68 cm の長さにより規定されている当該工程と、

前記型に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つを装入する工程と、

複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つとを方向性凝固法を用いて溶融及び冷却させるのに適した炉に前記型を配置する工程と

を有する方向性凝固法。

## 【請求項 42】

10

20

30

40

50

請求項 4 1 に記載の方向性凝固法であって更に、

複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つとが溶融して所望の状態の溶融シリコン体になるまで前記型を加熱する工程であって、前記型は頂部及び底部により規定されており、前記炉はこの型の頂部及び底部を加熱する当該工程と、

この型を冷却することにより前記溶融シリコン体を結晶化させ多結晶構造を特徴とする結晶シリコンインゴットを形成する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項 4 3】

請求項 4 2 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記結晶シリコンインゴットから結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固法。

【請求項 4 4】

請求項 4 3 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記結晶シリコンウエハから光電池を製造する工程を有する方向性凝固法。

【請求項 4 5】

改良された方向性凝固法であって、

方向性凝固法を用いた多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した複数の型を準備する工程であって、これら型の各々は、方形であり且つ平坦な底部を有し、10 cm ~ 70 cm の長さ、10 cm ~ 50 cm の幅と、10 cm ~ 43 cm の高さにより規定されるようにする当該工程と、

複数のロッド多結晶シリコンの断片をずらして層状にした構成又は交差して層状にした構成で各型に装入する工程であって、前記複数のロッド多結晶シリコンの断片はジューメンズ法により準備されたものであり、前記複数のロッド多結晶シリコンの断片は、80 mm ~ 140 mm の直径と、8 cm ~ 68 cm の長さにより規定されるようにする当該工程と、

前記各型に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つを装入する工程と、

複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンとを方向性凝固法を用いて溶融及び冷却させるのに適した炉に前記複数の型を配置する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項 4 6】

請求項 4 5 に記載の方向性凝固法であって更に、

複数のロッド多結晶シリコンの断片と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン又は粒状ポリシリコンのうちの少なくとも 1 つとが溶融して所望の状態の溶融シリコン体になるまで前記複数の型を加熱する工程であって、これら型の各々は頂部及び底部により規定されており、前記炉はこの型の頂部及び底部を加熱する当該工程と、

これら複数の型を冷却することにより前記溶融シリコン体を結晶化させ多結晶構造を特徴とする結晶シリコンインゴットを形成する工程と

を有する方向性凝固法。

【請求項 4 7】

請求項 4 6 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記結晶シリコンインゴットから結晶シリコンウエハをスライスする工程を有する方向性凝固方法。

【請求項 4 8】

請求項 4 7 に記載の方向性凝固法であって更に、

前記複数の結晶シリコンウエハから複数の光電池を製造する工程を有する方向性凝固法

。

【請求項 4 9】

10

20

30

40

50

請求項 2 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品。

【請求項 5 0】

請求項 6 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品。

【請求項 5 1】

請求項 1 1 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

。

【請求項 5 2】

請求項 1 6 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

。

【請求項 5 3】

請求項 3 2 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

10

。

【請求項 5 4】

請求項 3 8 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

。

【請求項 5 5】

請求項 4 2 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

。

【請求項 5 6】

請求項 4 6 に記載の方向性凝固法により製造した結晶シリコンインゴットの新規な製品

20

。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願

本出願は、2004年6月30日に米国特許商標庁に出願した米国特許出願第10/883644号に基づく優先権を主張するものである。

【0002】

技術分野

本発明は、方向性凝固法を用いる、結晶シリコンインゴット、結晶シリコンウエハ及び太陽電池の改良された製造方法に関するものであり、特に、方向性凝固法に用いる型の準備及び装入方法であって、多結晶シリコン含有物の充填密度及び熱伝導度を増大させると共に、製造サイクルにおける汚染を減らし製造サイクルに用いられる資源量を低減させる方法に関するものである。

30

【0003】

背景技術

一般に太陽電池パネルと称される光から電気を発生させる製品又は部材は、主として結晶形態のシリコンを含む1つ以上の太陽電池を必要とする。一般的に、太陽電池は結晶シリコンウエハから製造される。シリコンウエハは、結晶シリコンインゴットと称されるより大きなシリコンブリックからスライスされ又は製造されるものである。このような太陽電池（及びその親結晶であるシリコンウエハ及び結晶シリコンインゴットも同様）は、単結晶構造又は多結晶構造のものであり、これらは光起電業界において太陽電池、結晶シリコンウエハ及び結晶シリコンインゴットに関する2つの異なるグループを構成している。

40

【0004】

単結晶構造を有する太陽電池、結晶シリコンウエハ及び結晶シリコンインゴットは、一般にチョコラルスキー法と呼ばれる処理で調製される。チョコラルスキー法を開始するには、一般に「多結晶シリコン」と称される精製した相当程度に純粋なシリコン供給体を、円筒状で丸い底部を有するるつぼに入れて溶融させる。るつぼの多結晶シリコンが完全に溶融して溶融シリコン体となったら、この溶融シリコン体に「種結晶」を入れ、そこから

50

この「種結晶」を引き出すように機械に指示をすることによりチョコラルスキー法の主たる作用が始まることになる。ゆっくりと種結晶を引き出し（すなわち「引き上げ」）、冷却速度がゆっくりになるよう慎重に制御することにより、単結晶インゴットが所望の寸法又は重量まで「成長」する。この処理は、1キログラムの結晶シリコンインゴットを形成するのにかかる費用及び時間が大きくなるおそれがある。

【0005】

次のグループの太陽電池、結晶シリコンウエハ及び結晶シリコンインゴットは、多結晶のもので複数の結晶構造を有している。この特性のために太陽電池としての効率は僅かに低減されてしまうが、多結晶シリコンウエハ及び多結晶シリコンインゴットの製造費用がより小さくなることは、ほとんどの用途において低い効率を相殺して余りあるもので、従って最高の経済的な見返りが得られる。多結晶構造を有する結晶シリコンインゴットは、「方向性凝固」法とも称されるブリッジマン-ストックパーガー結晶成長法により製造される。

10

【0006】

当業者に既知の方向性凝固法では、ほぼ方形であり且つ平坦な底部の容器（ここでは「型」と称する）に多結晶シリコンを充填し、その後不活性雰囲気下でこれを溶融させる。この型の多結晶シリコン内容物（「装入体」と称される）が完全に溶融して所望の状態の溶融シリコン体になったら、この型の底部を（従って内部に含まれる装入体も）制御しながら冷却する。この冷却処理を行うと、装入体の1以上の結晶が凝集して上方に成長し、それにより伸長している結晶微細構造体の外方に不純物が押し出される。溶融シリコン体全体にこのようなゆっくりした冷却処理を行うことにより、結晶をより大きな寸法に成長させることができる。

20

【0007】

チョコラルスキー法を行うためのるつぼに多結晶シリコンを装入する方法が当業者によく知られているが、本発明は、そうではなく、方向性凝固法に用いる型の装入及び準備方法を改良することを目的としている。チョコラルスキー法及び方向性凝固法の相違は、装置、処理及び結果のいずれの観点においても重要である。

【0008】

第一に、チョコラルスキー法において利用されるるつぼは、代表的には直径45~60cmの円筒状であり、半球状の底部又は角を実質的に丸くした底部を有する。これらの丸みのある構成は、結晶の浸漬/引き上げ条件を最適にするのに必要とされる。これに対して、方向性凝固法に利用される型は、ほぼ直角の角を有する長方形（又は正方形）であり、平坦な側部及び平坦な底部を有するものが多く、円筒状というよりむしろ箱状のものである。

30

【0009】

このため、チョコラルスキー法のるつぼで製造された結晶シリコンインゴットは、丸い又は円筒状の形状となるのに対して、方向性凝固法の型で製造された結晶シリコンインゴットは、角がほぼ直角なほぼ方形のインゴットとなる。ブロックに類似したこの方形形状は、太陽電池を製造する際の以降のウエハスライス操作において使い易いものである。

【0010】

また、チョコラルスキー法及び方向性凝固法の溶融段階にも大きな違いがある。チョコラルスキー法に利用されるるつぼは炉で加熱するが、炉はるつぼの側部に熱を向けるもので、1回に1個のるつぼを処理する。これは、チョコラルスキー法のるつぼの頂部を、種結晶のために、及び浸漬/引き上げ装置のために開いた状態に維持する必要があるためである。これに対して、方向性凝固法の型は一般的に頂部及び底部から加熱され、大きい炉に複数の型を互いに隣接するように配置してバッチ処理を行う。

40

【0011】

更に、チョコラルスキー法及び方向性凝固法の冷却及び結晶化段階にも大きな相違がある。チョコラルスキー法のるつぼの冷却は、製造サイクルの最後の段階でるつぼが事実上空になって實際上それ以上シリコンを引き出せなくなった場合にのみ行われる。チョコラ

50

ルスキー法において殆どの溶融シリコン体は種結晶により引き出され結晶化される際に冷却される、すなわち溶融シリコン体の頂面近傍又はるつぼの外側において冷却されることに注意されたい。これに対して、方向性凝固法の型及びこの型に入れられた溶融シリコン体の全体は、底部から冷却され、結晶化段階は溶融シリコン体の底部で始まり上方に進んでいく。

#### 【0012】

方向性凝固法による結晶化は不純物を上方に押し出そうとするため、方向性凝固法により得られるインゴットの最上層は汚染されていることが多いが、チョコラルスキー法では、これらに対応する不純物は、インゴットをるつぼから最終的に引き出した後にこのるつぼの底部に残ることになる。

10

#### 【0013】

方向性凝固法は、チョコラルスキー法の必要とするゆっくりとした浸漬/引き上げ処理を要しないため、キログラムあたりの結晶シリコンインゴットをより迅速且つ安価に製造する方法となる。方向性凝固法を利用する場合、所定の結晶シリコンインゴットを製造するのにかかる費用は、溶融段階に先だて型に入れる多結晶シリコンの実際の重量と殆ど関係ない。従って、より多くの多結晶シリコンを型に装入して所定の電力、時間及び労働量で処理することができれば、キログラムあたりの結晶シリコンインゴットの費用が低減する。

#### 【0014】

しかし、方向性凝固法を用いて得られる所定のインゴットの収率又は重量を増大させるのに役立つある種の要素は、バッチ処理に必要とされる消費電力、時間及び労働量や汚染量を増やすおそれもある。これらの問題に関する議論及び改良された方向性凝固法を、以下に詳細に説明する。

20

#### 【0015】

##### 発明の概要

一例において、本発明は、方向性凝固法に用いる型を準備する方法を提供する。この方法は、方向性凝固法による多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した型を得る工程と、この型に少なくとも1つのロッド多結晶シリコン断片を装入する工程とを有する。この方法は更に、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン及び粒状多結晶シリコンからなる群から選択した少なくとも1つの多結晶シリコンを型に装入する工程と、この型を、方向性凝固法による多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した炉に配置する工程とを有する。

30

#### 【0016】

他の例において、本発明は方向性凝固法に用いる複数の型を準備する方法を提供する。この方法は、方向性凝固法による多結晶シリコンの溶融及び冷却に適した型であって、それぞれが方形で且つ平坦な底部を有する当該型を複数個設ける工程を有する。この方法は更に、複数ロッドの多結晶シリコン断片を、ずらして層状にして又は交差させて層状にして各型に装入する工程と、チャンク多結晶シリコン、チップ多結晶シリコン及び粒状多結晶シリコンからなる群から選択した少なくとも1つの多結晶シリコン材料を型に装入する工程とを有する。この方法はまた、型を、方向性凝固法を用いて多結晶シリコンを溶融及び冷却させるのに適した炉に配置する工程を有する。

40

#### 【0017】

本発明の他の例及び他の特徴並びに本発明の目的を以降で説明し当業者に明らかなものとする。

添付の図面と関連させて以下の説明を参照することにより、本発明の理解をより完全なものとすることができる。

#### 【0018】

##### 発明の開示

具体例を説明する前に、本発明の原理と、本発明の好適例、方向性凝固法及び多結晶シリコンの他の観点とを詳細に説明する。

#### 【0019】

50

### 多結晶シリコンの形態

まず、方向性凝固法に利用する多結晶シリコンは、代表的にはジューメンズ法を使用して精製し相当程度に純粋なものとしておく。この方法は当業者にとって周知のものである。ジューメンズ法が多結晶シリコン製造処理中に維持された特定の流れ及び温度プロファイルにより、ジューメンズ反応器から得られるロッド多結晶シリコン 11 (図 1 ~ 19) の直径及び性状は著しく変動する場合がある。多結晶シリコンの業界では、一般に、ロッド多結晶シリコン 11 は反応器から取出した直後により小さい遊離した多結晶シリコン片 (チャンク多結晶シリコン 12 又はチップ多結晶シリコン 13) に切断又は分解される。

#### 【0020】

説明のために、チャンク多結晶シリコン 12 (図 5 ~ 7) (すなわち多結晶シリコンの塊) は、代表的な最大寸法が約 2 ~ 20 cm の多結晶シリコンの遊離片であることを特徴としうが、このことは必須のものではない。通常、チャンク多結晶シリコン 12 は、代表的にはロッド多結晶シリコン 11 に激しい機械的衝撃又は力を加えて破砕して得られるものであるため、端部に鋭利なギザギザのついた不規則な形状を有する。

10

#### 【0021】

説明のために、チップ多結晶シリコン 13 (図 8 ~ 16) (すなわち多結晶シリコンのチップ) は、代表的には、チャンク多結晶シリコン 12 より小さい多結晶シリコン片を表ししばしば薄片に類する形状となりうるものとするが、このことは必須の要素ではない。チップは、ジューメンズ反応器から収集されたロッドをチャンク多結晶シリコン 12 に破砕した際に残る破片から得ることができるが、必ずしもこのようにする必要はない。

20

#### 【0022】

或いは又、本発明により開示されるように、この業界では実施されてないが、ジューメンズ反応器から収集されたロッドを、チャンク又はチップに破砕するのではなく、切断して所望長さの断片 (又は部分) に分解することもできる。ジューメンズ反応器において適切な直径 (一般的に 80 ~ 140 mm であるがこれに限定されるものではない) の多結晶シリコンのロッドに成長させた後、これらのロッドを通常のようにそのまま収集し、適切なクリーンルームグレードの搬送機に配置し破砕領域に送る。検査の後、必要に応じてロッドを破砕し、顧客から提供された型の使用又は寸法により規定される最大長さとする。

#### 【0023】

ロッドを破砕して断片にする処理は、ハンマ、手動の低汚染衝撃装置、機械式剪断機、鋸、又は複数ハンマの機械式若しくは油圧式破砕機で行うことができる。破砕した端部に特別な処置又は処理を行う必要はないが、鋸の使用後に洗浄を行わねばならない場合はある。ロッド多結晶シリコン 11 の断片の端部は、任意の所望する形状にすることができる (例えば、破砕したままの状態にしたり、チップ状にしたり、平坦にしたり、又は所望の角度になるように切断したりすることができる)。

30

#### 【0024】

顧客又はオフサイトの型 10 (図 5 ~ 19) に搬送する必要があるれば、適切なロッド多結晶シリコン 11 の断片を個々にプラスチックバッグに梱包する。1つの所望長のパッケージにより短い断片を組み合わせることで梱包処理を共通化し取り扱いを容易なものとしう。単一のロッドから収集されたより短い片と一緒に保管することにより大きな利点が見られるが、その理由は、これらは、異なるロッドから無作為に得られた片よりも互いに組み合わせ易いためである。このように部分を緊密に組み合わせることにより、後に型 10 内の多結晶シリコンを高い充填密度にすることができるようになる。

40

#### 【0025】

ジューメンズ反応器から収集される「ブリッジ断片」は、多結晶シリコンの短い水平断片であり、2つの縦ロッド間で電流を流す部分である。収集されたロッドのブリッジ断片も検査し、(必要に応じて) 所望の長さに分解し、ロッド多結晶シリコン 11 の使用可能な部分として梱包することができる。ここでは説明のために、特に方向性凝固法に用いる型 10 (図 5 ~ 19) に多結晶シリコンを装入するという議論に関して、多結晶シリコンのロッド全体、多結晶シリコンのロッドの一部、又は固体円筒形状に類似したいかなる形

50

状の多結晶シリコンも、意図的に所定の長さに構成したか否かに拘わらず、総称的に「ロッド多結晶シリコン」と称する。

#### 【0026】

方向性凝固法向けに開発された型には複数の標準寸法がある。このような標準寸法の型10の1つとして、69cm四方の正方形（長さ69cm及び幅69cm）で、高さ42cmのものがある。他のより小さい標準寸法の型10としては、59cm四方の正方形（長さ59cm及び幅59cm）で、高さ39cmのものがある。従って、ロッド多結晶シリコン11の部分の最適な寸法は、このロッド多結晶シリコン11を得るための型10により決めることができる。

#### 【0027】

ほぼ均一な球状形態の多結晶シリコンである粒状多結晶シリコン14（図17～19）も、方向性凝固法の型10に装入するのに用いることができる。本発明により開示するように、粒状シリコンは、ロッド多結晶シリコン11と共に使用すれば、ロッド多結晶シリコン11を入れた型10の空間又は空隙を充填するのに特によく適したものとなり、更に溶融処理中にロッド多結晶シリコン11が動かないように安定性を付与するものとなる。

#### 【0028】

粒状多結晶シリコン14は、ロッド多結晶シリコン11、チャンク多結晶シリコン12及びチップ多結晶シリコン13と異なり、代表的には（ジューメンズ法ではなく）流動層反応法で調整され、その直径は約0.5～10mmの範囲になる。粒状ポリシリコン14はチップ多結晶シリコン13よりやや小さいものとなり易いが、これらの寸法は重複する場合もある。

#### 【0029】

##### 多結晶シリコンの選別に関する検討

前述したように、1バッチの多結晶インゴットを形成する1製造サイクルにかかる費用は、型に入れられた多結晶シリコンの実際の重量と殆ど関係しない。従って、所定の型10により多くの多結晶シリコンを入れて、所定の電力、時間及び労働量で処理することができれば、キログラムあたりの結晶シリコンインゴットの費用が低減する。

#### 【0030】

型10に装入する多結晶シリコンの量及び重量を増加（理想的には最大化）するためには、高い充填密度を有するような形態の多結晶シリコンを装入する必要がある。充填密度は、種々の形態の多結晶シリコン間で変化する。例えば、チャンク多結晶シリコン12では、約50%のかなり低い充填密度になってしまう。（このことは、型10の内部容量により表される容積のような特定の容積が与えられている場合に、このような容積中に装入される複数のチャンク多結晶シリコン12の片の重量は、平均して、型10の全内部容量を固体ブロック状の多結晶シリコンに置き換えた場合の重量の約50%になることを意味する。）比較として、チップ多結晶シリコン13では、約57%の充填密度が得られ好ましい。但しこの数値はチップの実際の寸法、形状及び多様性により変動しうるものである。

#### 【0031】

所定の容積において完全に球状の物体がとり得る最大の充填密度は、74%（面心立方構成に相当）～65%（任意の自由充填に相当）の範囲になる。しかし、粒状ポリシリコン14は、流動層法により得られる粒状ポリシリコン14の球形の不完全性及び内部気孔のために、方向性凝固法の型10に配置した場合に実際には約60%の充填密度を示した。上述した多結晶シリコンの限定的な形態及びこれらの対応する充填密度は、方向性凝固法の型に装入する際の業界慣行を反映させたものである。

#### 【0032】

充填密度及び扱い易さが製造費用及び効率を決定する唯一の要素であれば、粒状ポリシリコン14が方向性凝固法に好ましい形態の多結晶シリコンとも思われる。しかし、方向性凝固法により結晶シリコンインゴットを形成するのに粒状ポリシリコン14のみを利用すると、本業界では多数の検討事項や特別な問題が生じるおそれがある。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 3 】

流動層法により形成される粒状シリコンの熱伝導度は低くなりやすいため、多結晶シリコン装入体を溶融させるのに著しく高い熱が必要とされる。このような熱の要求の増加は、一般的には、( a ) 溶融処理に必要な時間を延長させる、又は ( b ) 炉で加える熱を増加させることにより克服する。熱を増加させて高い熱の要求を補う場合には、型 1 0 に対して熱応力が追加的に加わり、型 1 0 が歪んだり変形したりするおそれがあり、それにより型 1 0 の粒子が溶融シリコン体に混入するおそれがある ( 従って得られる結晶シリコンインゴットも不純物で汚染される )。極限条件では、型 1 0 に加わる大きな熱応力により、型 1 0 が損壊されるおそれがある。これらの及び以前のパラグラフに説明した理由により、ロッド多結晶シリコン 1 1、チャンク多結晶シリコン 1 2 及びチップ多結晶シリコン 1 3 は、依然として結晶シリコンインゴットを製造する実用的な代案となるのである。

10

## 【 0 0 3 4 】

ロッド多結晶シリコン 1 1 及びチャンク多結晶シリコン 1 2 は、チップシリコン及び粒状シリコンよりも有利な熱伝導特性を有するため、溶融処理中に熱がより効率的に分配される。ロッド多結晶シリコン 1 1 及びチャンク多結晶シリコン 1 2 も、所定の表面積に対するシリコンの密度を大幅なゆとりをもって最大化する。従って、所定のキログラム重量が与えられている場合に、ロッド多結晶シリコン 1 1 及びチャンク多結晶シリコン 1 2 は、キログラムあたりの表面汚染を最も少なくし溶融費用を最も安価にするのに役立つ。

## 【 0 0 3 5 】

チャンク多結晶シリコン 1 2 の端部は代表的には鋭利でギザギザがついている。その為、これらの鋭利でギザギザのついた端部が、完全に装入した際の重量により型 1 0 の表面、特に型 1 0 の底面を傷つけたり溝をつけたりしやすい。これらの傷や溝により、型 1 0 の表面から微粒子が分離する程の損傷が生じるおそれがある。その後、このような粒子が溶融シリコン体に懸濁し、最終的には凝集結晶シリコンインゴット内に包含されてこれを汚染することになる。更に、型 1 0 の表面上のこのような傷及び溝が核生成サイトとして作用し、得られる結晶シリコンインゴットではそこからクラックが始まり伝播するおそれがある。型 1 0 の傷及び溝は、製造サイクルを繰り返すと時間の経過により、型 1 0 の物理的構造にクラックを生じるおそれもある。

20

## 【 0 0 3 6 】

装入体としてチップ多結晶シリコン 1 3 のみを利用するとるつぼの損傷を最小化するには役立つが、後述するように、チップ多結晶シリコン 1 3 では汚染レベルが許容されるレベルより高くなるおそれがある。

30

## 【 0 0 3 7 】

一般的に、ジューメンズ法により得られる多結晶シリコンの汚染は、収集及び処理 ( 破碎及び包装 ) 中に多結晶シリコン製品の表面に汚染が加わる。従って、種々の形態の多結晶シリコンにおいて汚染が生じるおそれのおおよその基準は、1 キログラムあたりの表面積である。ロッド多結晶シリコン 1 1 のキログラムあたりの表面積は、一般に  $150 \sim 200 \text{ cm}^2$  であり、チャンク多結晶シリコン 1 2 のキログラムあたりの表面積は、一般に  $900 \sim 1000 \text{ cm}^2$  である。チップ多結晶シリコン 1 3 のキログラムあたりの表面積は約  $6000 \text{ cm}^2$  であるが、この値はチップシリコン製品の形状及び寸法により大きく左右される。

40

## 【 0 0 3 8 】

粒状ポリシリコン 1 4 のキログラムあたりの表面積は  $100000 \text{ cm}^2$  以上とすることができ、粒状ポリシリコン 1 4 は、代表的には全く異なる処理 ( 例えば流動層処理 ) により製造し処理する。流動層法に要求される製品の取り扱いが極めて少なくなるため、その非常に大きな表面積のみから予想される汚染レベルより低いレベルとなることが期待される。

## 【 0 0 3 9 】

個々の片又は粒子の重量が減少すると共に、汚染されるおそれのある表面積は著しく増加することを観察することができる。ロッド多結晶シリコン 1 1、チャンク多結晶シリコ

50

ン 1 2 及びチップ多結晶シリコン 1 3 は、代表的には同じ一般的処理（すなわちジーマンス法）により製造されるため、観察される汚染レベルは所定形態の多結晶シリコンにより得られる表面積に対応したものとなる。この観点から、ロッド多結晶シリコン 1 1 は重量 1 キログラムあたりの表面積が小さくなるため、（粒状ポリシリコン 1 4 を含む）他の形態の多結晶シリコンよりも大きな利点が見られる。

#### 【 0 0 4 0 】

更に、汚染の見地から、方向性凝固の型 1 0 に装入する場合にはロッド多結晶シリコン 1 1 の使用率が最大になる他の理由がある。ジーマンス法により得られる多結晶シリコン内に生じる汚染が、主としてロッド多結晶シリコン 1 1 の収集及び処理中に起こるとすると、所定の製品を生産するのに必要な処理を最小化することが多結晶シリコン製品の汚染を最小化することにもなる。

10

#### 【 0 0 4 1 】

従って、ジーマンス反応器からロッド多結晶シリコン 1 1 を収集した後の多結晶シリコンの処理を必要最小限とする、すなわちほとんどそのままの形態のロッド多結晶シリコン 1 1 を梱包して、方向性凝固法に用いる型 1 0 に後で装入しようとするのが望ましい。取り扱いや輸送の制約により、又は型 1 0 により決まる若しくは顧客から指定された最大長により、ロッド多結晶シリコン 1 1 を破碎して断片のみとしこれらの特定ニーズに対応させるべきこと勿論である。

#### 【 0 0 4 2 】

##### 方向性凝固法に用いる装入体の準備

ロッド多結晶シリコン 1 1 が方向性凝固処理を行う送り先に到着したら、そのロッド多結晶シリコンの梱包（梱包した場合）を取り外して、型 1 0 に装入する必要がある。型 1 0 の特定の幾何学形状は重要ではないが、その正確な寸法と、型及び炉壁間の間隔により、型にどのように装入すれば最適な結果が見られるかが決まってくる。

20

#### 【 0 0 4 3 】

方向性凝固法に用いる型 1 0 への装入は、ロッド多結晶シリコン 1 1 の少なくとも 1 つの部分、型 1 0 の底部全体に亘る第 1 の層 1 1 a（図 2 ~ 9）を形成するのに十分だけ、型 1 0 の内部に配置することから始める。或いは又、ロッド多結晶シリコン 1 1 の第 1 の層 1 1 a は、チャンク多結晶シリコン 1 2、チップ多結晶シリコン 1 3 若しくは粒状ポリシリコン 1 4 の層上に配置してもよいし、又はウエハ成形操作から得られたスクラップ多結晶シリコンの層上に配置してもよい。ロッド多結晶シリコン 1 1 の個々の部分間にいくらかの空間を残すこともできるが、このような措置は必須のものではないし、多結晶シリコン装入体全体の充填密度及び熱伝導度に悪影響を与えるおそれがあるため勸奨されるものではない。

30

#### 【 0 0 4 4 】

代表的には、ロッド多結晶シリコン 1 1 の側部及び端部と、型 1 0 の側部との間に、膨張のための空隙 1 6（図 6、7、9、10、12、13、15、16、18、19）を設ける。一般的に、方向性凝固法により多結晶シリコンを溶融し冷却するのに適した型は、この方法により型に課される過酷な熱の要求に耐えうるグラファイト、シリコン炭化物、シリコン窒化物、酸化アルミニウム、ムライト又は他の材料から構成する。シリコンはこれらの材料より大きな熱膨張率を有するため、型 1 0 に装入されて炉で加熱される多結晶シリコンは型 1 0 よりも膨張しやすい。従って、この膨張用の空隙 1 6 により、ロッド多結晶シリコン 1 1 が膨張する余地が見られ、（多結晶シリコン装入体が加熱して膨張する際の）応力の蓄積が避けられる。この膨張用の空隙 1 6 を設けないと、型 1 0 が破損して多結晶シリコン含有物が汚染されるおそれがある。型 1 0 の具体的な寸法によるものの、実験により一般的には膨張用空隙 1 6 の自由空間は 5 c m あれば充分であることがわかっている。

40

#### 【 0 0 4 5 】

ロッド多結晶シリコン 1 1 の部分は、型 1 0 に完全に適合するように与えられた型 1 0 に対して特定の長さに切断することができるが、この手法は切断工程においてロッド多結

50

晶シリコン 11 に不純物を導入してしまう傾向がある。このため、ロッドシリコンを所望長に切断するよりも、実用的に可能な限り精度よく破碎した方が有利である。ロッド多結晶シリコン 11 の破碎された部分には鋭い角ができる場合があるが、このような鋭い角は最初に溶融する傾向にあり、型 10 に過大な応力が加わりこれが破壊されてしまうという問題は軽減されている。

【0046】

ロッド多結晶シリコン 11 の第 1 の層 11 a を型 10 に配置したら、チャンク多結晶シリコン 12、チップ多結晶シリコン 13 又は粒状ポリシリコン 14 或いはこれらを任意に組み合わせたものにより、ロッド多結晶シリコンの部分所定の位置に固定することができる。このステップを行わないと、ロッド多結晶シリコン 11 の部分は円形なので、型 10 の底部で転がりやすくなる。従って、このステップは、この第 1 の層を安定させ追加層 11 b (ロッド多結晶シリコン 11 の 1 以上の追加層が型 10 に装入可能とする) のための基礎を作るために重要である。その後、チャンク多結晶シリコン 12、チップ多結晶シリコン 13 又は粒状ポリシリコン 14 を、その高さがロッド多結晶シリコン 11 の第 1 の層 11 の頂部の高さとはほぼ等しくなるまで型全体に亘って加え、ロッド多結晶シリコン 11 の部分と型 10 の壁部との間に残るいかなる空間空隙も充填することができる。

10

【0047】

型 10 の物理的条件の範囲内で可能な限り、ロッド多結晶シリコン 11 の破片からなる追加層 11 b を、前記第 1 の層の上に配置する。このような追加層は、図 2 に示すように、円形のパイプを積み重ねるようにして、ずらした状態の層状の構成 (ここではずらした層状の構成と称す) で配置することができ有利である。

20

【0048】

或いは又、図 3 に示すように、ロッド多結晶シリコン 11 の次の層を、ロッド多結晶シリコン 11 の第 1 の層 11 a の上にそのまま配置することもできるが、(そのロッド多結晶シリコン 11 の中心軸線をほぼ共通の垂直面に維持されるようにすることで) これでは最適充填密度が得られない。また、図 3 に示すこのような構成は、図 2 に示すようなロッドの中心軸線が層ごとにずらされた構成より不安定である。

【0049】

或いは又、ずらして層状にした構成を利用することなく第 1 の層 11 a の上に追加層 11 b を配置したければ、図 4 に図示するように、前の層に対して各層の部分を交差して配置する (ここでは「交差して層状にした構成」と称する) のが有利である。この構成は、前の層に対して、各層の水平配置が 90 度又は他の好適な角度だけ回転するように部分を配置することによって達成され、これにより各層の安定性が増し、ロッド多結晶シリコン 11 の部分が転がったり又はすべったりするおそれが少なくなる。図 8、9 及び 10 に示すように、このような交差して層状にした構成は、層の全体に対して行うのではなく層の 4 分の 1 又はその一部において行うこともできるし、或いはロッド多結晶シリコンの水平配置及び垂直配置を混合することもできる。

30

【0050】

上述したのと同じ理由から、第 1 の層 11 a と同じ様に、ロッド多結晶シリコン 11 の追加層 11 b には、ロッド多結晶シリコン 11 と型 10 の壁部との間に膨張様の空隙 16 を設けることができる。同様に、追加層 11 b が必要とされる場合には、より多くのチャンク多結晶シリコン 12、チップ多結晶シリコン 13 又は粒状ポリシリコン 14 を各層上に追加して、その時点の層の高さまでの膨張用の空隙 16 及び壁部間の空間並びにその他の空間及び空隙を充填することができる。

40

【0051】

ロッド多結晶シリコン 11 及び遊離した多結晶シリコン (チャンク多結晶シリコン 12、チップ多結晶シリコン 13 及び粒状ポリシリコン 14) を加えるステップは、型 10 がいっぱいになるまで続けられる。この場合、所望に応じて、追加のチャンク多結晶シリコン 12、チップ多結晶シリコン 13 及び粒状ポリシリコン 14 を、空間が許す限り、型 10 の多結晶シリコンの最上層の上に加えることができる。

50

## 【 0 0 5 2 】

従って、型 1 0 の含有物の頂部は、ロッド多結晶シリコン 1 1、チャンク多結晶シリコン 1 2、チップ多結晶シリコン 1 3 又は粒状ポリシリコン 1 4、或いはこれらの混合物から成る。型 1 0 及び炉の設計が許容するのであれば、型 1 0 の壁部上方に、ロッド多結晶シリコン 1 1 の追加の部分と、遊離したチャンク多結晶シリコン 1 2、チップ多結晶シリコン 1 3 又は粒状ポリシリコン 1 4 とを積み重ねることができる。この過剰充填により、得られる結晶シリコンインゴットの全重量が更に増える。

## 【 0 0 5 3 】

ロッド多結晶シリコン 1 1 の断片は、チャンク多結晶シリコン 1 2、チップ多結晶シリコン 1 3 及び粒状ポリシリコン 1 4 よりも、過剰充填された型 1 0 の頂部から落下したりすべり落ちたりすることがかなり少ない。従って、ロッド多結晶シリコン 1 1 の断片は、過剰充填により流出又は汚染といった不所望な作用が生じないように溶融処理中に所定の位置に保持されるので、遊離した多結晶シリコンを含有させるのに利用することもできる。

10

## 【 0 0 5 4 】

当業者であれば、チョコラルスキー法のるつぼにピラミッド状の配置になるよう装入したロッド断片と、ずらして層状にした構成で方向性凝固法の型 1 0 に装入したロッド多結晶シリコン 1 1 との著しい差異に気づくだろう。（「ピラミッド状の」配置は、図 1 に示すように、ロッドシリコンの任意の上層によって置換される水平領域が、任意のそれより下の層によって置換される水平領域よりも少なくなることを示唆している）。チョコラルスキー法のるつぼでは、溶融処理中にロッド多結晶シリコン 1 1 がすべったり又は転がったりするのを防止するためにピラミッド状の配置が必要になる。このピラミッド状の配置を採用しないと、ロッド多結晶シリコン 1 1 の鋭い角部及び端部が、丸いチョコラルスキー法のるつぼに損傷を与えうるほどの集中した力でるつぼの壁部内側にぶつかってしまう。更に、チョコラルスキー法に使用する炉は、るつぼの含有物を側面から加熱するため、壁部に隣接して配置された多結晶シリコンが最初に溶融することになる。従って壁部はこの種の損傷に弱いまま残されてしまう。

20

## 【 0 0 5 5 】

その一方で、方向性凝固法のために設計した型 1 0 は、その方形の形状及び平坦な側壁部により、ロッド多結晶シリコン 1 1 の断片がすべったり又は転がったりする力をロッド側部と接触するその長手方向軸線のほぼ全体に亘って分散させる傾向がある。更に、一般的に方向性凝固法に利用される炉は型 1 0 を上下から加熱するため、壁部の近くに配置されたロッド多結晶シリコン 1 1 は型 1 0 内で最後に溶融する材料となりやすく、ロッド多結晶シリコン 1 1 がすべったり又は転がったりすることから型がより良好に保護される。

30

## 【 0 0 5 6 】

更に、型 1 0 は上から加熱されるため、その他の層の上に存在しており他の層及び隣接する断片と直接接触しているロッド多結晶シリコン 1 1 は、熱伝導度が増大しているため最初に溶融する傾向にあり、材料が部分的に溶融して突然崩壊することが回避される。また、遊離した多結晶シリコン、特にチャンク多結晶シリコン 1 2 は、穏やかに溶融しロッド多結晶シリコン 1 1 を徐々にゆっくりと溶融体内に降下させる効果を有しており、この場合ロッド多結晶シリコン 1 1 が急に落下したり、転がったり又はすべったりすることが避けられることに注意されたい。

40

## 【 0 0 5 7 】

これらの理由により、方向性凝固法に用いる平坦な壁部を有する方形の型 1 0 は、チョコラルスキー法に使用する丸いるつぼと異なり、既に詳細に説明したようにロッド多結晶シリコン 1 1 の断片をずらして層状にした構成又は交差して層状にした構成で装入し積み重ねることができ、それによりロッド多結晶シリコン 1 1 の上の層がそれより下のロッド多結晶シリコン 1 1 の層と同程度の（又はそれより更に大きい）フットプリント（領域）を占めるようにすることができる。ずらして層状にした構成及び交差して層状にした構成によれば、従来のピラミッド状に積み重ねる方法を上回る、改良された充填密度、安定性

50

及び熱伝導度が得られる。

【0058】

或いは又、ロッド多結晶シリコン11の断片は、図14、15及び16に図示するように、水平配置ではなく垂直配置（すなわち、ロッド多結晶シリコン11の部分が端部により立った状態）に型10内に装入することができる。このような配置においても、上述したずらして層状にした構成及び交差して層状にした構成で説明したのと同様に、ロッド多結晶シリコン11の部分の中心をずらすのが望ましい。この場合も、チャンク、チップ多結晶シリコン13又は粒状ポリシリコン14を追加して、ロッド多結晶シリコン11が溶融する間これを安定させると共に、充填密度を向上させるよう作用させる。

【0059】

遊離多結晶シリコン（チャンク多結晶シリコン12、チップ多結晶シリコン13又は粒状ポリシリコン14）を充填することによりロッド多結晶シリコン11を補完するのであれば、所望により、ロッド多結晶シリコン11は、交差させるか否かに拘らず水平配置及び垂直配置の双方の構成を組み合わせて利用することができる。このような組み合わせた構成を、図11、12及び13に示す。

【0060】

或いは又、図17、18及び19に示すようにロッド多結晶シリコン11の部分及び遊離多結晶シリコン（チャンク多結晶シリコン12、チップ多結晶シリコン13又は粒状ポリシリコン14）を素早く装入してしまうことも実用的である。このような構成はロッド多結晶シリコン11が整然としていないため充填密度及び熱伝導度を著しく犠牲にするおそれがあるが、単一の形態の遊離多結晶シリコン（チャンク多結晶シリコン12、チップ多結晶シリコン13又は粒状ポリシリコン14）により型10への装入を行う本業界の実施形態よりも有利な結果が得られる。

【0061】

結晶シリコンインゴットの製造

型10にロッド多結晶シリコン11及び遊離多結晶シリコンを装入し、この型を炉に配置すると、ロッド多結晶シリコン及び遊離多結晶シリコンが溶融し、この際、溶融したシリコンから結晶シリコンインゴットを形成することができる。

【0062】

方向性凝固法を実行するのに利用される主な技術は2つあり、それぞれに対応する好適な炉の種類がある。第1の技術は、誘導炉により得られるRF界内部に装着した型10を利用するものである。型10の高さはRFコイルより非常に高くなっており、シリコン装入体が溶融したらこの型10をRFコイルからゆっくり引き出す。凝固及び結晶化は、るつぼの底部から始まる。るつぼを下降させるにつれて結晶微細構造が処理終了まで上方へ向かって持続的に成長するつぼの底部から上方へ向かって個々の大きな結晶が延在するようになる。

【0063】

第2より一般的な技術は、代表的には上下に抵抗ヒータを具える固定炉を利用するものである。装入を行った型10を炉に配置し、装入体を不活性雰囲気下で溶融させる。この装入体が所望の状態に完全に溶融したら、下側の過熱素子の出力レベルを下げ、それによって、溶融シリコン体を底部から冷却させる。上下のヒータに対する電力を調整することによって、型10の底部で結晶が形成されそれが上方に向かって頂部まで成長しうる環境を構成することができる。

【0064】

方向性凝固法のいずれの技術についても実施するのにかかる正確な時間は、装入体の寸法、型10の組成、炉の容積及び電力定格その他当業者に自明の複数の要素に応じたものとなる。

【0065】

結晶シリコンウエハ及び光電池の製造

結晶シリコンインゴットを成型し適切に結晶化したら、これをより小さい断片にスライ

10

20

30

40

50

ス（又は鋸で切断）する。このスライス処理により、より小さい結晶シリコンインゴットを得てこれらをその後結晶シリコンウエハにスライスすることもできるし（内周切断機を用いるのが一般的である）又は、結晶シリコンインゴットを、結晶シリコンウエハに直接スライスすることもできる（ワイヤ鋸を使用するのが一般的である）。

【0066】

結晶シリコンウエハが得られたら、基板にドーピングを行い、電池を組み立て、これら電池をモジュールに結合するという、当業者にとって周知の一般的な処理を行う。

【0067】

#### 本発明の最良の実施形態

上述の詳細な説明を前提として、本発明の種々の実施例を説明し本発明の実施の最良の形態を開示する。

10

【0068】

以下の実施例では、長さ69cm、幅69cm及び高さ42cmの内のり寸法を有し0.202立方メートルの内部有効容積となる型10を比較用に選択した。固体多結晶シリコンの密度を前提とすると、この有効容積全体をインゴットで置き換えると（すなわち100%の充填密度とする）最終的な重量は470キログラムとなる。

【0069】

このような型10に対して、取り扱い特性及び充填密度の有利さにより熱伝導度が低いにも拘らず本業界で多結晶シリコンの最適形態と広く考えられている粒状ポリシリコン14を単独で装入して準備した場合、達成される充填密度は60%であり、これは最初の装入体及び得られる結晶シリコンインゴットの重量に直すとおよそ282キログラムとなる。比較として、同じ型10内にチャンク多結晶シリコン12だけを利用して慎重に手で装入した装入体によれば充填密度は52%となり、これは約244キログラムのインゴット重量になる。

20

【0070】

しかし、（上述したような手で装入されたチャンクシリコン12を有する同じ型を使用しながらも）ロッド多結晶シリコン11の複数の断片を代わりに利用して、そうでない場合には複数片のチャンク多結晶シリコン12で占有されることになる容積を置き換えると、充填密度は56%へ増加する。これは265キログラムのインゴット重量となる。更に、本願明細書に開示した例に従ってロッド多結晶シリコンをずらした層状の構成（続けてこのロッド多結晶シリコン11の周囲をチャンク多結晶シリコン12を利用して充填する）にして広く使用することで更に充填密度が59%に増大し280キログラムのインゴット重量が得られる。

30

【0071】

他の例では、（上述したように同じ型10を使用し）、本願明細書に開示した例に従いチップ多結晶シリコン13と一緒にロッド多結晶シリコン11をずらした層状の構成にして装入し広く使用することで、64%の充填密度がもたされ300キログラムのインゴット重量が得られる。

【0072】

更に別の実施例では、（上述したように同じ型10を使用し）、本願明細書に開示した例に従って、遊離充填材料として粒状ポリシリコン14を利用すると共にロッド多結晶シリコンをずらして層状にした構成にして最大限利用することで、68%の充填密度及び320キログラムのインゴット重量が達成される。

40

【0073】

従って、ここに開示した装入及び準備技術を利用してロッド多結晶シリコン11及び遊離多結晶シリコン（チャンク多結晶シリコン12、チップ多結晶シリコン13又は粒状ポリシリコン14）を組み合わせることにより現在の業界の実施態様で製造されるものより高い充填密度及びインゴット重量を得ることができる。多結晶シリコン装入体の熱伝導度も増加するため、消費される資源がより少なくなり、表面積が最小化されることにより汚染が低減され、多結晶シリコン供給材料のコストが削減される。更に、ここに開示した方

50

法により製造される結晶シリコンインゴットはより大きいものであるため、より大きい結晶シリコンウエハを製造することができる。このことにより、太陽電池の製造においてキログラムあたりの残余物がより少なくなる。

【0074】

上述した教示を考慮することで本発明の多数の修正例及び変更例を実現することができる。本願明細書に開示した方法は、本発明を実施するのに好ましい形態のものであるため、本発明は、図示され説明された特定の特徴に限定されるものではないことを理解されたい。従って、本発明は、均等の法理に従って適切に解釈される特許請求の範囲内の任意の形態又は変型を含むものとして特許を請求するものである。

【図面の簡単な説明】

【0075】

【図1】図1は、ピラミッド状の構成で積み重ねられたロッド多結晶シリコンの斜視図である。

【図2】図2は、ずらして層状にした構成で積み重ねられたロッド多結晶シリコンの斜視図である。

【図3】図3は、他の構成で積み重ねられたロッド多結晶シリコンの斜視図である。

【図4】図4は、交差して層状にした構成で積み重ねられたロッド多結晶シリコンの斜視図である。

【図5】図5は、ロッド多結晶シリコン及びチャンク多結晶シリコンを水平方向にずらして層状にした構成で装入した型の斜視図である。

【図6】図6は、ロッド多結晶シリコン及びチャンク多結晶シリコンを図5に示す水平方向にずらして層状にした構成で装入した型の正面断面図である。

【図7】図7は、ロッド多結晶シリコン及びチャンク多結晶シリコンを図5に示す水平方向にずらして層状にした構成で装入した型の側面断面図である。

【図8】図8は、ロッド多結晶シリコンを交差させて層状に構成してチップ多結晶シリコンと共に装入した型の斜視図である。

【図9】図9は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを図8に示す交差して層状にした構成で装入した型の正面断面図である。

【図10】図10は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを図8に示す交差して層状にした構成で装入した型の頂部断面図である。

【図11】図11は、ロッド多結晶シリコンの組み合わせの構成としチップ多結晶シリコンと共に装入した型の斜視図である。

【図12】図12は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを図11に示す組み合わせの構成で装入した型の正面断面図である。

【図13】図13は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを図11に示す組み合わせの構成で装入した型の頂部断面図である。

【図14】図14は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを垂直方向にずらして層状にした構成で装入した型の斜視図である。

【図15】図15は、ロッド多結晶シリコン及びチップ多結晶シリコンを図14に示す垂直方向にずらして層状にした構成で装入した型の正面断面図である。

【図16】図16は、ロッド多結晶シリコン及びチャンク多結晶シリコンを図14に示す垂直方向にずらして層状にした構成で装入した型の頂部断面図である。

【図17】図17は、ロッド多結晶シリコン及び粒状ポリシリコンを装入した型の斜視図である。

【図18】図18は、図17に示すロッド多結晶シリコン及び粒状ポリシリコンを装入した型の正面断面図である。

【図19】図19は、図17に示すロッド多結晶シリコン及び粒状ポリシリコンを装入した型の頂部断面図である。

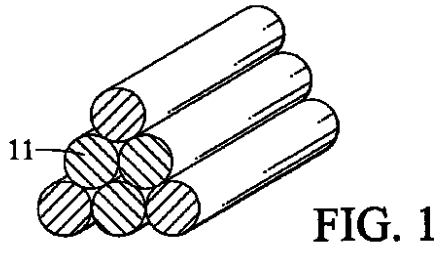
10

20

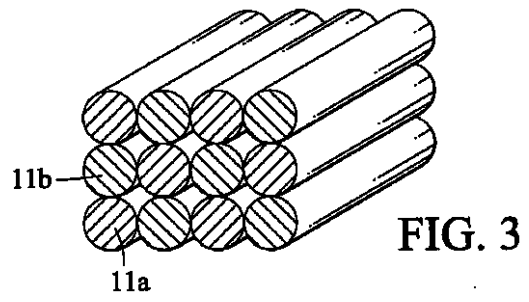
30

40

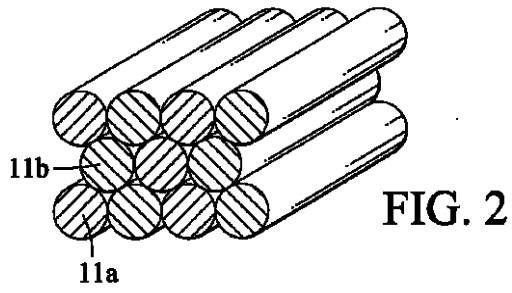
【 図 1 】



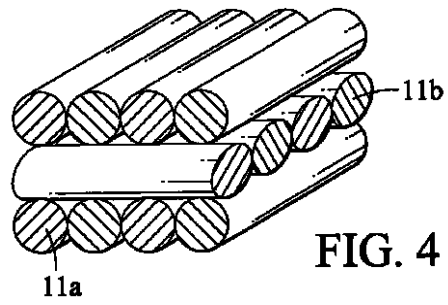
【 図 3 】



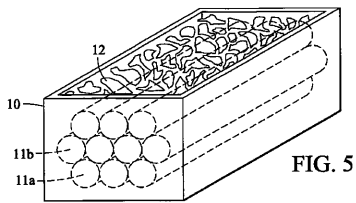
【 図 2 】



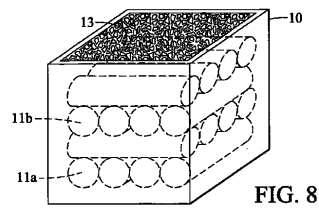
【 図 4 】



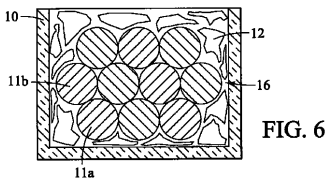
【 図 5 】



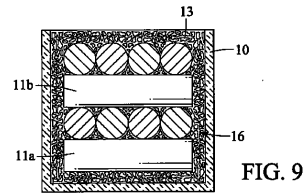
【 図 8 】



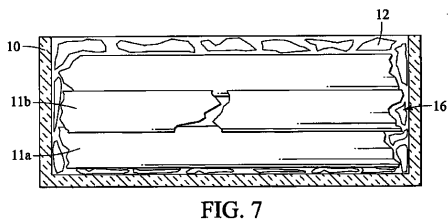
【 図 6 】



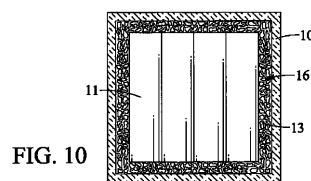
【 図 9 】



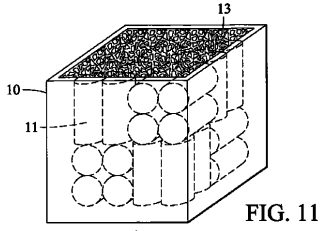
【 図 7 】



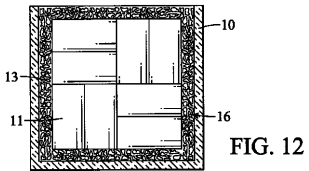
【 図 10 】



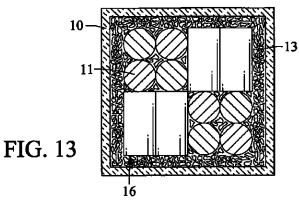
【 図 1 1 】



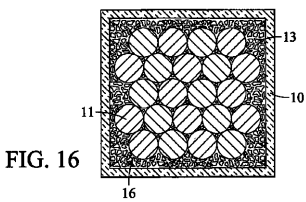
【 図 1 2 】



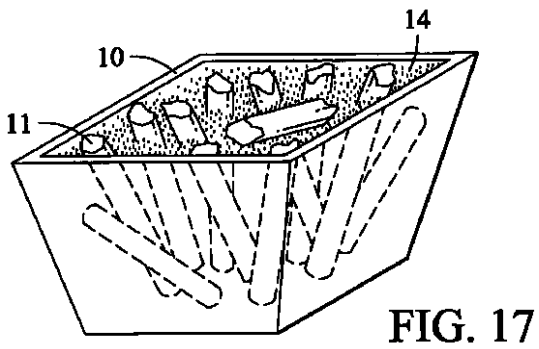
【 図 1 3 】



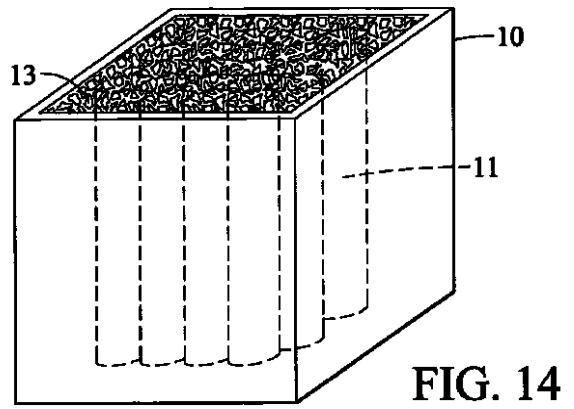
【 図 1 6 】



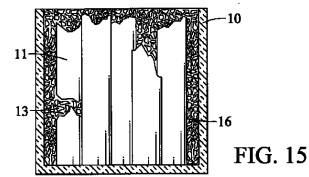
【 図 1 7 】



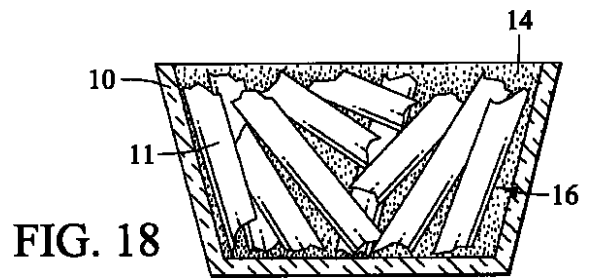
【 図 1 4 】



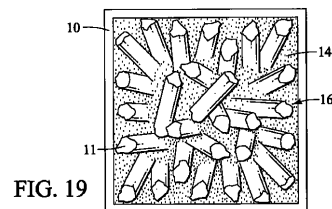
【 図 1 5 】



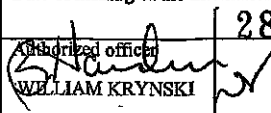
【 図 1 8 】



【 図 1 9 】



## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US05/23629
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC: C30B 1/00(2006.01),11/10(2006.01),15/00(2006.01),21/06(2006.01),27/02(2006.01),28/10(2006.01),30/04(2006.01)  USPC: 117/11,13,18 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 117/11, 13, 18  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X ----- A	US 5,919,303 A (HOLDER) 06 July 1999, see col. 3, lines 45-68 to col. 4, lines 1-34.	1-10, 19-36, 49-50, 53  ----- 11-18, 37-48, 51-52, 54-56
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents:		"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		"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
"E" earlier application or patent published on or after the international filing date		"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
"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)		"&" document member of the same patent family
"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		
Date of the actual completion of the international search 03 August 2006 (03.08.2006)		Date of mailing of the international search report 28 SEP 2006
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (571) 273-3201		Authorized officer  WILLIAM KRYNSKI Telephone No. 571 272-1700

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100140637

弁理士 箱守 英史

(72)発明者 マイケル ヴィ スパングラー

アメリカ合衆国 ワシントン州 9 8 8 3 7 モーゼズ レイク ロード エヌ エヌイー 3 3  
2 2

(72)発明者 カール ディー セヴァーン

アメリカ合衆国 ワシントン州 9 8 8 3 7 モーゼズ レイク ロード エヌ エヌイー 3 3  
2 2

Fターム(参考) 4G072 AA01 BB01 BB12 GG01 GG03 HH01 MM38 NN02 NN30 UU02

5F051 AA03 BA14 CB05