(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
2012 年 1 月 12 日 (12.01.2012)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2012/004969 A1

(51) 国際特許分類：
G01N 29/12 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2011/003801

(22) 国際出願日： 2011 年 7 月 4 日 (04.07.2011)

(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 2010-153830 2010 年 7 月 6 日 (06.07.2010) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について)：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；および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ)：久米 史高 (KUME, Fumitaka) [JP/JP]; 〒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). 祢津 茂 (NETSU, Shigeyoshi) [JP/JP]; 〒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). 岡田 淳一 (OKADA, Junichi) [JP/JP]; 〒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, 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, ML, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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.

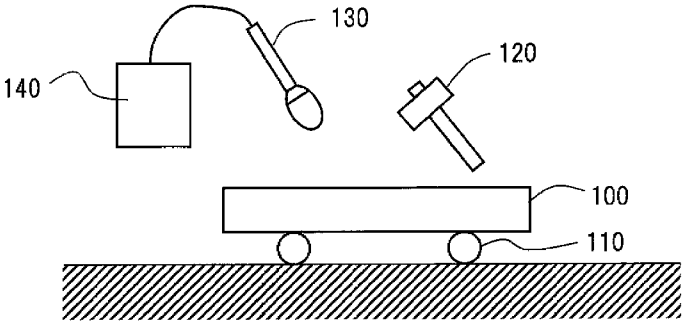
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能)：ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),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

[続葉有]

(54) Title: POLYCRYSTALLINE SILICON ROD, METHOD FOR INSPECTING POLYCRYSTALLINE SILICON ROD, AND METHOD FOR MANUFACTURING POLYCRYSTALLINE SILICON ROD

(54) 発明の名称：多結晶シリコン棒および多結晶シリコン棒の検査方法ならびに多結晶シリコン棒の製造方法

[図1]



(57) Abstract: Disclosed is a high-quality polvcrystallme silicon rod m which cracks in a polycrystalline silicon rod are detected in a simplified manner, thereby separating a polycrystalline silicon rod with no cracks. A polycrystalline silicon rod (100) is hit with a hammer (120), the hit sound is recorded on a recorder (140) via a microphone (130). Then, the hit sound is analyzed to calculate a natural frequency (f_0), and further the sound signal of the hit souna is fast-Fourier-transformed to display frequency distribution. Furthermore, a peak frequency (f) indicating the loudest sound volume of the frequency distribution after the fast Fourier transformation is detected to compare the natural frequency (fo)(Hz) and the peak frequency (f) (Hz). For example, if a frequency ratio (R) (fo/f) is 0.9<R<1.1, it is determined that there are no cracks inside and outside the polycrystalline silicon rod.

(57) 要約：

[続葉有]

WO 2012/004969 A1

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

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　：

多結晶シリコン棒および多結晶シリコン棒の検査方法ならびに多結晶シリコン棒の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は多結晶シリコン棒および多結晶シリコン棒の検査方法ならびに多結晶シリコン棒の製造方法に関し、より詳細には、多結晶シリコン棒内外部のひび割れ (クラック) を簡易的に検知する技術に関する。

背景技術

[0002] 半導体デバイス製造用単結晶シリコンあるいは太陽電池製造用シリコンの原料となる多結晶シリコンの製造方法として、シーメンス法が知られている。シーメンス法は、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ることにより、該シリコン芯線の表面に多結晶シリコンをＣＶＤ (Chemical Vapor Deposition) 法を用いて気相成長させる方法である。

[0003] シーメンス法により多結晶シリコンを成長する際、気相成長装置の反応炉内にシリコン芯線を鉛直方向２本、水平方向１本の鳥居型に組み立て、該鳥居型のシリコン芯線の両端を一対の芯線ホルダを介してベースプレート上に配置した一対の金属電極に固定する。

[0004] 次に、金属電極から電流を導通させてシリコン芯線を水素雰囲気中で９００℃以上１２００℃以下の温度範囲で加熱しながら、トリクロロシランと水素の混合ガスなどの原料ガスをガスノズルから反応炉内に供給すると、シリコン芯線上にシリコンが結晶成長し、所望の直径の多結晶シリコンが逆Ｕ字状に形成される。

[0005] シーメンス法により気相成長させた多結晶シリコンを用いてＦＺ (FLoating Zone) 法により単結晶シリコンを製造する場合、上記逆Ｕ字状の多結晶シリコンの両端を切断して所望の長さの多結晶シリコン棒に調整し (切断工程)、この多結晶シリコン棒の外周を研磨して直径を長手方向に均一化し (円

筒研磨工程）、さらにこの多結晶シリコン棒の一端を加工して尖らせ（先端加工工程）、最後に多結晶シリコン棒の表面をエッチングして不純物および歪を除去する（エッチング工程）などの処理が施される。

[0006] このような多結晶シリコン棒は、近年の大口径化に伴い、その気相成長過程や成長後の冷却過程において、内外部にひび割れ（クラック）が形成され易くなっている。

[0007] 多結晶シリコン棒の内外部にひび割れが形成されていると、上述した切断工程、円筒研磨工程、先端加工工程、あるいはエッチング工程において折れてしまうことがある。また、最悪の場合には、ＦＺ法による単結晶シリコンインゴットの育成工程中に、多結晶シリコン棒が割れてしまうこともある。これらの工程中に多結晶シリコン棒が割れてしまうと、それまでの工程作業が無駄になるばかりか、工程で使用している機器が破損されることもある。

[0008] また、多結晶シリコン棒を、ＣＺ（Czochra Lski）法による単結晶シリコンインゴットの育成工程における追チヤージ材やリチヤージ材として用いる場合、多結晶シリコン棒の内外部にひび割れがあると、棒状のままで使用するための機械加工の際や高温に加熱されたＣＺ炉内のルツボへの降下の際にひび割れを起点にして多結晶シリコン棒が破断して落下し、シリコン融液を飛散させたりルツボを破壊したりすることがある。

[0009] ここで、追チャージとは、ルツボ内に充填したシリコン塊を溶融後、ルツボ上に吊り下げた多結晶シリコン棒を融液に徐々に溶け込ませてルツボ内の融液量を増加させることである。また、リチャージとは、ＣＺ結晶を引上げた後に、ルツボ上に吊り下げた多結晶シリコン棒を残液に徐々に溶け込ませてルツボ内の融液量を増加させることである。

[001 0] 従来より、多結晶シリコン内外部のひび割れを検出するために種々の手法が提案されている。例えば、特開２００１-２１５４３号公報（特許文献１）には、水中またはその他の液体中に多結晶シリコン塊を置き、その上方で探触子を走査させながら０．５～１ＯＭＨｚの音波を発信および受信し、探触子直下における異常部を二次平面的に表示させる探傷方法が開示されてい

る。

[001 1] また、特開２００７―２１８６３８号公報（特許文献２）には、多結晶シリコンウェハの赤外線透過光による画像データと赤外線反射光による画像データとを比較し、同じ位置に対応する明度または輝度の差分を画素毎にとり、内外部にクラックがあるかどうかを判断する割れ検査方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[001 2] 特許文献１：特開２００１_２１５４３号公報

特許文献２：特開２００７_２１８６３８号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[001 3] しかし、特許文献１および特許文献２に開示の探傷方法や割れ検査方法は、検査装置が大掛かりなものとならざるを得ない。また、従来より作業員の打音による割れ検査も行われているが、この打音検査は官能検査であるため、必然的に、作業員毎の判断のバラツキが生じてしまう。

[0014] 本発明は、このような従来の多結晶シリコンのひび割れ（クラック）検査方法が抱える問題点を解決するためになされたものであり、その目的とするところは、大掛かりな装置を必要とせず且つ高い精度で多結晶シリコンのひび割れ（クラック）の有無を検査する手法を提供し、ひいては、高品質な多結晶シリコン棒を提供することにある。

課題を解決するための手段

[001 5] 上述の課題を解決するために、本発明の多結晶シリコン棒の検査方法は、多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆ。（Ｈｚ）とピーク周波数ｆ（Ｈｚ）を求め、周波数比Ｒ（ｆ。Ｚｆ）に基づいて、前記多結晶シリコン棒の内外部のひび割れの有無を判断することを特徴とする。

[001 6] 例えば、前記周波数比Ｒ（ｆ。/ ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１である場合に、前記多結晶シリコン棒の内外部にはひび割れが無いと判定することとしてもよい。

[001 7] また、例えば、前記周波数比Ｒ（ｆ。/ ｆ）が０．９５≦Ｒ≦１．０５である場合に、前記多結晶シリコン棒の内外部にはひび割れが無いと判定することとしてもよい。

[001 8] 前記多結晶シリコン棒は、例えば、シーメンス法による気相成長で得られたものである。

[001 9] 本発明の多結晶シリコン棒の製造方法は、気相成長法により多結晶シリコンを成長させ、該多結晶シリコンを多結晶シリコン棒とし、該多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆ０（Ｈｚ）とピーク周波数ｆ（Ｈｚ）を求め、周波数比Ｒ（ｆ。／ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１から外れる領域を除去することを特徴とする。

[0020] また、本発明の多結晶シリコン棒の製造方法は、気相成長法により多結晶シリコンを成長させ、該多結晶シリコンを多結晶シリコン棒とし、該多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆ。(Ｈｚ）とピーク周波数ｆ（Ｈｚ）を求め、周波数比Ｒ（ｆ。／ｆ）が０．９５≦Ｒ≦１．０５から外れる領域を除去することとしてもよい。

[0021] 前記気相成長法は、例えば、シーメンス法である。

[0022] 本発明の多結晶シリコン棒は、該多結晶シリコン棒の打撃音の波形から求めた固有周波数ｆ。(Ｈｚ）と前記打撃音を周波数分析して得られるピーク周波数ｆ（Ｈｚ）との比Ｒ（ｆ。／ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１であることを特徴とする。

[0023] 前記Ｒ値は０．９５≦Ｒ≦１．０５としてもよい。

[0024] 前記多結晶シリコン棒は、例えば、シーメンス法による気相成長で得られたものである。

発明の効果

[0025] 本発明は、例えば、多結晶シリコン棒を打撃するハンマーと、打撃音を録

音するボイスレコーダと周波数分析に用いるソフトおよびＰＣ（パソコン）があれば実施できるので、大掛かりな装置を必要とすることなく簡易に行うことができる。

[0026] また、ひび割れの有無を一義的に判断できるので、官能検査などのようなバラツキが生じない。

[0027] 本発明によれば、多結晶シリコン棒内外部のひび割れ（クラック）を簡易的に検知することが可能となり、この手法に基づいてひび割れのない多結晶シリコン棒を選別して高品質な多結晶シリコン棒を製造することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0028] [図1] 本発明の多結晶シリコン棒の検査方法の一態様を説明するための概略図である。

[図2] 本発明において多結晶シリコン棒からの打撃音を周波数分析する手順を説明するためのフローチャートである。

[図3A] 打撃音の音響信号の一例を示す図である。

[図3B] 打撃音の音響信号を高速フーリエ変換して得られた周波数分布の一例を示す図である。

[図4A] 多結晶シリコン棒について、固有周波数をピーク周波数で除した値とピーク周波数の関係を求めた結果を示す図である。

[図4B] 多結晶シリコン棒について、固有周波数をピーク周波数で除した値とピーク周波数の関係を求めた結果を示す図である。

[図5] 内外部にひび割れの無い多結晶シリコン棒を選別するための工程例を示すフローチャートである。

[図6] 多結晶シリコン棒の製造に用いる装置の構成例を示す概略図である。

[図7] 多結晶シリコン棒の製造装置が備える炭素電極の構成例を示す概略図である。

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、本発明の多結晶シリコン棒の検査方法の一態様を説明するための概略図である。図中、符号１００は検査対象である多結晶シリコン棒であり、ここで例示した多結晶シリコン棒１００は、上述したシーメンス法による気相成長により得られたもので、直径は約１１０ｍｍであり、長さは約１６００ｍｍである。また、符号１１０はこの多結晶シリコン棒１００を載せるコロであり、符号１２０は多結晶シリコン棒１００を叩くハンマーであり、符号１３０はハンマー１２０による打撃により発生する多結晶シリコン棒１００からの音を拾うためのマイクであり、符号１４０はマイク１３０で拾った打撃音を記録する録音機である。

[0031] 本発明の検査方法では、多結晶シリコン棒１００をハンマー１２０で叩き、これにより生じた打撃音の周波数を解析して多結晶シリコン棒１００内外部のひび割れの有無乃至その程度を判断する。このため、多結晶シリコン棒１００の本来の打撃音を得るためには、多結晶シリコン棒１００はなるべく他の部材と接触していないことが望ましい。つまり、正確な周波数解析を行うためには、他部材との接触面積が可能な限り狭くなる状態で多結晶シリコン棒１００を保持することが望ましい。そこで、図１に示した例では、２つのコロ１１０の上に多結晶シリコン棒１００を載置している。

[0032] 多結晶シリコン棒１００の打撃に用いるハンマー１２０は、打撃時に多結晶シリコン棒１００への重金属汚染が殆ど無い材質のものであることが望ましい。例えば、プラスチックハンマーやタングステンハンマーを用いることが望ましい。

[0033] 多結晶シリコン棒１００をハンマー１２０で叩くと、１００Ｈｚ～５０００Ｈｚの打撃音がする。多結晶シリコン棒１００が長尺になるほど打撃音の周波数は低くなる。また、多結晶シリコン棒１００の内外部にひび割れがあると、打撃音の周波数は低くなる。

[0034] 多結晶シリコン棒１００からの打撃音は、マイク１３０により拾われ、録音器１４０に収録される。録音器１４０として、例えばデジタルボイスレコ

—ダーを用いると、音響信号がアナログからデジタルに変換されて録音される。

[0035] 図２は、本発明において、多結晶シリコン棒からの打撃音を周波数分析する手順を説明するためのフローチャートである。先ず、ハンマー１２０を用いて多結晶シリコン棒１００の打撃を行い (Ｓ１０１)、この打撃音をマイク１３０を介して録音器１４０に収録する (Ｓ１０２)。そして、この打撃音を解析して固有周波数ｆ。(Ｈｚ) を算出し (Ｓ１０３)、さらに、打撃音の音響信号を高速フーリエ変換 (Fast Four ier Transform :ＦＦＴ) して周波数分布を表示させる (Ｓ１０４)。

[0036] 図３Ａおよび図３Ｂは、それぞれ、打撃音の音響信号の一例および当該音響信号を高速フーリエ変換して得られた周波数分布の一例である。

[0037] 図３Ａに示した打撃音の音響信号波形の山から次の山 (あるいは谷から次の谷) までの時間、すなわち周期をまず読み取り、その値の逆数を固有周波数ｆ。として得る。続いて、図３Ｂに示したように、音響信号の高速フーリエ変換により周波数分布を得る。なお、デジタルに変換された音響信号を高速フーリエ変換するフリーソフトは、インターネットで入手可能である。

[0038] ハンマー１２０で多結晶シリコン棒１００のひび割れの無い部位を叩いた際に生じる打撃音の波形は正弦波に近く、高速フーリエ変換後の周波数分布において認められる大きな音量を示す周波数は１つか２つである。

[0039] これに対し、多結晶シリコン棒１００のひび割れがある部位をハンマー１２０で叩くと、恰も、長さが少しずつ異なる複数の多結晶シリコン棒を一度に叩いたときに得られるかのような打撃音が生じる。具体的には、振動数がごく僅か異なる多数の音波が形成され、打撃音の波形は１周期内に多数の山と谷を有する唸りのような波形となる。このため、波形の周期は長くなり、周波数は低くなつて打撃音が低く聞こえるようになる。このような打撃音の音響信号を高速フーリエ変換すると、多数の周波数が比較的大きな音量をもつ周波数分布が得られる。

[0040] そこで、本発明では、高速フーリエ変換後の周波数分布の中で、最も大き

な音量を示すピーク周波数ｆを検出する（Ｓ１０５）。このピーク周波数ｆは打撃音を形成する主な周波数であり、打撃音の波形が仮に単一の正弦波により形成されている場合は、ピーク周波数ｆと固有周波数ｆ。が完全に一致する。一方、多数の音波が重なって打撃音の波形を形成している場合は、ピーク周波数ｆと固有周波数ｆ。がずれてくる。

[0041] そこで、固有周波数ｆ。とピーク周波数ｆを比較する（Ｓ１０６）。

[0042] 打撃音の波形を形成する音波の数が比較的少なく、それらの周波数の差が小さい場合には、打撃音の波形は正弦波の周期が少し長くなる程度なので、固有周波数ｆ。はピーク周波数ｆよりやや小さくなる。

[0043] これに対して、打撃音の波形を形成する音波の数が多くなり、唸りの波形がはっきり認められるようになると、唸りの周波数がピーク周波数ｆとなる。このとき、唸りの周期は打撃音の周期よりも長いので、固有周波数ｆ。はピーク周波数ｆより大きくなる。

[0044] 発明者らの検討によれば、総計３１本の多結晶シリコン棒について固有周波数ｆ。とピーク周波数ｆを測定してひび割れとの関係を調査したところ、ひび割れを有する多結晶シリコン棒が１０本、ひび割れの無い多結晶シリコン棒が２１本あった。また、これらの多結晶シリコン棒のそれぞれにつき固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値（Ｒ）を求めたところ、０以上２以下であった。

[0045] 次に、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値（Ｒ）の上限値を徐々に下げ下限値を徐々に上げて範囲を次第に限定していき、その限定範囲内に属するひび割れ有りの多結晶シリコン棒の本数とひび割れ無しの多結晶シリコン棒の本数を調べた。その結果を表１に示す。

[0046]

[表1]

R	ひび割れ有り	ひび割れ無し	合計
0≦R≦2	１０本	２１本	３１本
0.1≦R≦1.9	９本	２１本	３０本
0.2≦R≦1.8	９本	２１本	３０本
0.3≦R≦1.7	９本	２１本	３０本
0.4≦R≦1.6	８本	２１本	２９本
0.5≦R≦1.5	７本	２１本	２８本
0.6≦R≦1.4	７本	２１本	２８本
0.7≦R≦1.3	６本	２１本	２７本
0.8≦R≦1.2	５本	２０本	２５本
0.9≦R≦1.1	１本	１９本	２０本
0.95≦R≦1.05	０本	１１本	１１本

[0047] 表１に示すように、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値 (R) を0．５以上１．５以下に限定したときは、ひび割れ有りの１０本の多結晶シリコン棒のうちの７本、すなわち７０％が、ひび割れ無しの多結晶シリコン棒と区別できなかった。しかし、R値の範囲を0．９以上１．１以下に限定すると、ひび割れ無しの多結晶シリコン棒と区別できないひび割れ有りの多結晶シリコン棒は僅かに１本のみとなった。

[0048] R値の範囲を0．９以上１．１以下に限定した場合、このR値範囲にあるひび割れ無しの多結晶シリコン棒は１９本であり、全体の本数 (２１本) から2本少ないだけである。つまり、ひび割れ無しの多結晶シリコン棒の殆どは、そのR値が0．９以上１．１以下の範囲にあることがわかる。これに対し、0．９以上１．１以下のR値範囲にあるひび割れ有りの多結晶シリコン棒の本数は１本のみであり、ひび割れ有りの多結晶シリコン棒の殆どは、そのR値が0．９未満であるか１．１を超えているかの何れかである。

[0049] さらに、R値を0．９５以上１．０５以下の範囲に限定すると、当該R値範囲にある多結晶シリコン棒は全てがひび割れ無しのものであった。すなわち、固有周波数ｆ。とピーク周波数ｆを比較することにより、多結晶シリコン棒のひび割れの有無を判断することができることがわかる。なお、このR値

範囲にある多結晶シリコン棒の本数は１１であるから、ひび割れ無しの２１本の多結晶シリコン棒のうち１０本は、Ｒ値が当該範囲にないこととなる。

[0050] 図４Ａおよび４Ｂは、表１に纏めたものとは別の多結晶シリコン棒の母集団について、上記Ｒ値とピーク周波数の関係を求めた結果を示す図で、図４Ａと４Ｂでは縦軸のスケールが異なっている。なお、これらの図において、黒丸はひび割れが無い多結晶シリコン棒の値を示し、白丸はひび割れが有る多結晶シリコン棒の値を示している。

[0051] 図４Ｂに示すように、ひび割れが有る多結晶シリコン棒 (白丸）は、その殆どが０．９未満または１．１超のＲ値を示すが、中には、０．９以上１．１以下の範囲のＲ値を示すものがある。しかし、０．９５以上１．０５以下の範囲に属するものは全く無い。

[0052] すなわち、図４Ｂに示すように、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒが０．９未満または１．１超の部分、より望ましくは０．９５未満または１．０５超の領域を切断等で除去することにより、ひび割れの無い多結晶シリコン棒１００を選別することができる。

[0053] そこで本発明では、上述したような原理に基づき、多結晶シリコン棒内外部のひび割れの有無を判断する (Ｓ１０７）。

[0054] 図５は、内外部にひび割れの無い多結晶シリコン棒を選別するための工程例を示すフローチヤートである。また、図６および図７はそれぞれ、多結晶シリコンの製造に用いる装置の構成例を示す概略図および当該多結晶シリコンの製造装置が備える炭素電極の構成例を示す概略図である。

[0055] 図６を参照すると、多結晶シリコンの製造装置５０は、シーメンス法によりシリコン芯線の表面に多結晶シリコンを気相成長させるための装置であり、ベースプレート1と反応容器１０により概略構成され、得られる多結晶シリコン１００は、鳥居型に組み立てたシリコン芯線５の鉛直部分５ａに気相成長する直胴部１００ａと水平部分 (ブリッジ部５ｂ）に気相成長するブリッジ部１００ｂからなる。

[0056] ベースプレート1には、シリコン芯線５に電流を供給する金属電極２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ガスノズル３と、排気ガスを排出する排気口4が配置される。

[0057] 金属電極２は、不図示の別の金属電極に接続されるか或いは反応炉外に配置された電源に接続され、外部からの電力供給を受ける。この金属電極２の側面には絶縁物７が設けられており、この絶縁物７に挟まれた状態でベースプレート1を貫通している。

[0058] 図６に示したように、多結晶シリコンを気相成長させる際には、反応炉１０内に、鉛直方向に２本 (5ａ) と水平方向に１本 (5ｂ) の芯線を鳥居型に組み立ててシリコン芯線５とし、シリコン芯線５の鉛直方向部分５ａの両端部をそれぞれ炭素電極３０に保持された芯線ホルダ２０により固定し、金属電極２に供給された外部電力を、炭素電極３０を介してシリコン芯線５へと通電させる。

[0059] なお、金属電極２とベースプレート1と反応炉１０は、冷媒を用いて冷却される。また、芯線ホルダ２０と炭素電極３０は共にグラファイト製である。

[0060] 炭素電極３０の少なくとも一方は、図中の水平面内で全方位に摺動可能な構造とされている。炭素電極３０は、シリコン芯線５への通電用外部電極である金属電極２の上に固定された下部電極３２と、該下部電極３２の上に載置された上部電極３１とからなる。上部電極３１の上面側には、シリコン芯線５ａを保持する芯線ホルダ２０の固定部が設けられている。

[0061] また、上部電極３１には、図７に示すように上面３３から下面３４に貫通する孔部 (貫通孔) ３５が設けられており、棒状の締結部材であるボルト3６がワッシャ３７を介して上部電極３１の上面３３から孔部３５に挿入され、下部電極３２でネジ止めされて固定されている。

[0062] 図７に示したように、孔部３５内においてボルト3６の直胴部との間に間隙３８が生じるように、孔部３５の直径はボルト3６の直胴部の直径よりも大きく形成されている。孔部３５内におけるボルト3６の直胴部との間の間隙は、上部電極３１が下部電極３２の上面との接触面である載置面 (図７で

は上部電極３１の下面３４と接する下部電極３２の上面）の面内での全方位の摺動を可能とするため、気相成長工程中にあらゆる方位に伸縮しうる多結晶シリコンのひびや割れの発生に対する抑制効果を奏することとなる。

[0063] 先ず、図６で例示した構成の装置で、シーメンス法により逆Ｕ字状の多結晶シリコンを気相成長する (Ｓ２０１)。

[0064] 多結晶シリコンの気相成長終了後、反応炉１０から逆Ｕ字状の多結晶シリコンを取り出し、直胴部１００ａとプリツジ部１００ｂに分ける。ただし、多結晶シリコン棒１００の両端にはひび割れが残存していることが多いので、多結晶シリコン棒１００の両端は切断する (Ｓ２０２)。

[0065] 次に、図１に示したように、多結晶シリコン棒１００をコロ１１０の上に載せてハンマー１２０で叩き、マイク１３０を介して打撃音を収録する。そして、図２を参照して説明した要領で上記衝撃音の周波数分析を行い、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒが全ての領域で０．９以上１．１以下あるいは０．９５以上１．０５以下であるかどうかを確認する (Ｓ２０３)。

[0066] なお、簡便法として、多結晶シリコン棒１００全体をハンマー１２０で叩き、音が比較的低い領域の打音のみを収録し、周波数分析してもよい。

[0067] 固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒが０．９≦Ｒ≦１．１あるいは０．９５≦Ｒ≦１．０５から外れる領域がある場合は内外部にひび割れが存在するものと思われるため、その領域は切断除去する (Ｓ２０４)。なお、この場合、ひび割れ領域を切断除去した後に再び周波数分析を行う (Ｓ２０５)。また、必要に応じ、ステップＳ２０４とＳ２０５を複数回繰り返して、最終的に、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒが全ての領域で０．９以上１．１以下あるいは０．９５以上１．０５以下であることを確認して単結晶シリコン棒の選別を行う (Ｓ２０６)。このようにして、ひび割れの無い多結晶シリコン棒を選別することができる。

[0068] [実施例１] シーメンス法による気相成長によって得られた多結晶シリコン１００の両端を切断して、長さ１．２ｍ、直径１２１ｍｍの多結晶シリコ

ン棒１００とした。この多結晶シリコン棒１００をタングステンカーバイド製のハンマー１２０で叩き、その打撃音をマイク１３０の付属したデジタルボイスレコーダー１４０に収録した。収録された打撃音の固有周波数ｆ。は５９５Ｈｚであった。

[0069] 続いて、この打撃音の音響信号を高速フーリエ変換して周波数分布を表示させたところ、ピーク周波数ｆは６０３Ｈｚであった。このとき、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒは０．９９である。

[0070] この多結晶シリコン棒１００を蛍光灯下で目視検査したところ、ひび割れは全く無かった。そして、多結晶シリコン棒１００に円筒研磨、先端加工、及びエッチングを施し、ＦＺ法による単結晶インゴットの育成を行ったが、これらの一連の工程中において、多結晶シリコン棒１００に割れが発生することは無かった。

[0071] [比較例１] 上述した実施例１と同様に、シーメンス法により得られた長さ１．５ｍ、直径１２２ｍｍの多結晶シリコン棒の固有周波数ｆ。とピーク周波数ｆを測定した。その結果は、固有周波数ｆ。が１４７Ｈｚ、ピーク周波数ｆが７５．４Ｈｚ、固有周波数ｆ。をピーク周波数ｆで除した値Ｒが１．９６であった。

[0072] この多結晶シリコン棒を蛍光灯下で目視検査したところ、ひび割れが多くあり、ＦＺシリコンインゴット育成用の多結晶シリコン棒としての加工は行わなかった。

[0073] このように、本発明によれば、多結晶シリコン棒内外部のひび割れ (クラック) を簡易的に検知することが可能となり、この手法に基づいてひび割れのない多結晶シリコン棒を選別して高品質な多結晶シリコン棒を提供することが可能となる。

産業上の利用可能性

[0074] 本発明により、割れの無い多結晶シリコン棒のみを選別することが可能となり、ＦＺ法やＣＺ法によるシリコン単結晶の育成に用られる多結晶シリコン棒の割れの発生を抑制することができる。

符号の説明

[0075] １　ベースプレート

２　金属電極

３　ガスノズル

４　排気口

５　シリコン芯線

５ａ　鉛直方向部分

５ｂ　ブリッジ部

１０　反応容器

２０　芯線ホルダ

３０　炭素電極

３１　上部電極

３２　下部電極

３３　上部電極３１の上面

３４　上部電極３１の下面

３５　貫通孔

３６　ボルト

３７　ワッシャ

３８　間隙

５０　多結晶シリコンの製造装置

１００　多結晶シリコン棒

１１０　冫口

１２０　ハンマー

１３０　マイク

１４０　録音器

請求の範囲

[請求項1] 多結晶シリコン棒であつて、該多結晶シリコン棒の打撃音の波形から求めた固有周波数ｆ。(Ｈｚ)と前記打撃音を周波数分析して得られるピーク周波数ｆ（Ｈｚ）との比Ｒ（ｆｏ／ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１であることを特徴とする多結晶シリコン棒。

[請求項2] 前記Ｒ値が０．９５≦Ｒ≦１．０５であることを特徴とする請求項１に記載の多結晶シリコン棒。

[請求項3] 前記多結晶シリコン棒はシーメンス法による気相成長で得られたものである請求項１又は２に記載の多結晶シリコン棒。

[請求項4] 多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆ。(Ｈｚ)とピーク周波数ｆ（Ｈｚ）を求め、周波数比Ｒ（ｆ。/ ｆ）に基づいて、前記多結晶シリコン棒の内外部のひび割れの有無を判断することを特徴とする多結晶シリコン棒の検査方法。

[請求項5] 前記周波数比Ｒ（ｆ。/ ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１である場合に、前記多結晶シリコン棒の内外部にはひび割れが無いと判定することを特徴とする請求項４に記載の多結晶シリコン棒の検査方法。

[請求項6] 前記周波数比Ｒ（ｆ。/ ｆ）が０．９５≦Ｒ≦１．０５である場合に、前記多結晶シリコン棒の内外部にはひび割れが無いと判定することを特徴とする請求項５に記載の多結晶シリコン棒の検査方法。

[請求項7] 前記多結晶シリコン棒はシーメンス法による気相成長で得られたものである請求項４乃至６の何れか１項に記載の多結晶シリコン棒の検査方法。

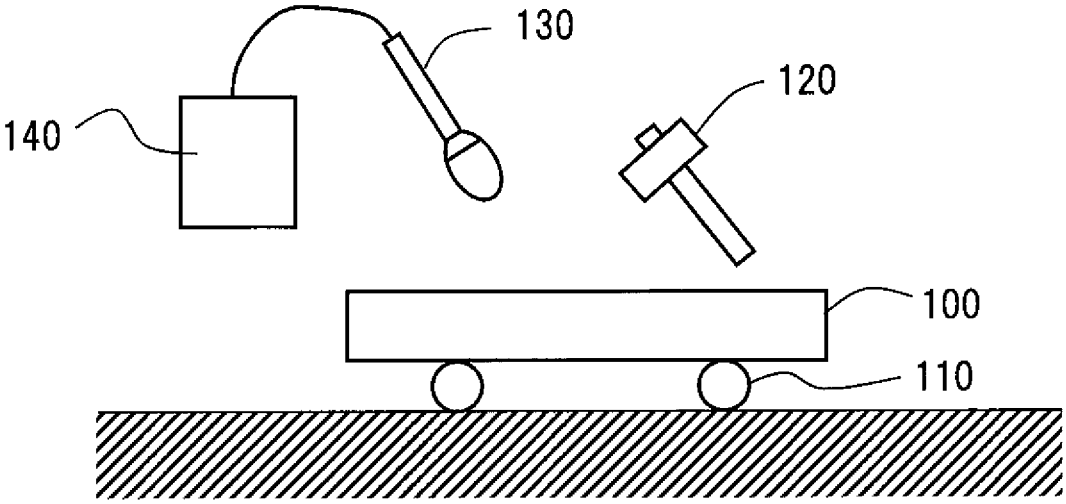
[請求項8] 気相成長法により多結晶シリコンを成長させ、該多結晶シリコンを多結晶シリコン棒とし、該多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆ。(Ｈｚ)とピーク周波数ｆ（Ｈｚ）を求め、周波数比Ｒ（ｆｏ／ｆ）が０．９≦Ｒ≦１．１から外れる領域を除去することを特徴とする多結晶シリコン棒の

製造方法。

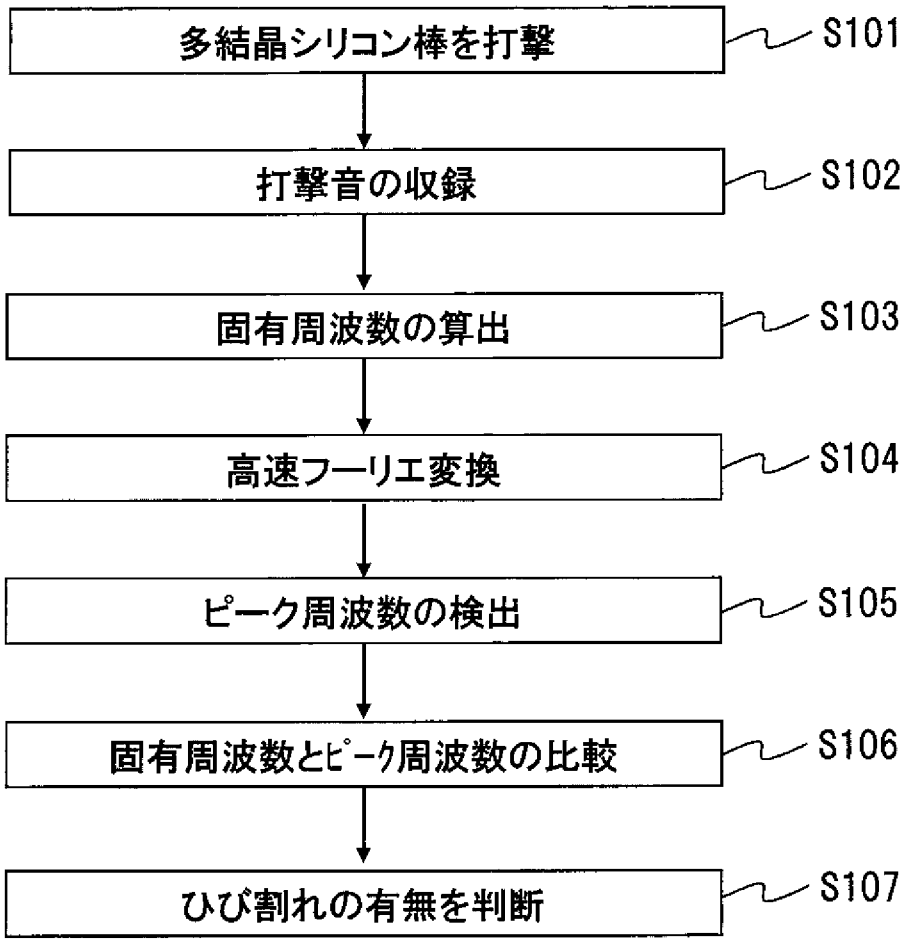
[請求項9] 気相成長法により多結晶シリコンを成長させ、該多結晶シリコンを多結晶シリコン棒とし、該多結晶シリコン棒を打撃して得られた打撃音の周波数分析を行い、該打撃音の固有周波数ｆｏ(Ｈｚ)とピーク周波数ｆ(Ｈｚ)を求め、周波数比Ｒ(ｆｏ／ｆ)が０．９５≦Ｒ≦１．０５から外れる領域を除去することを特徴とする多結晶シリコン棒の製造方法。

[請求項10] 前記気相成長法はシーメンス法である請求項8又は9に記載の多結晶シリコン棒の製造方法。

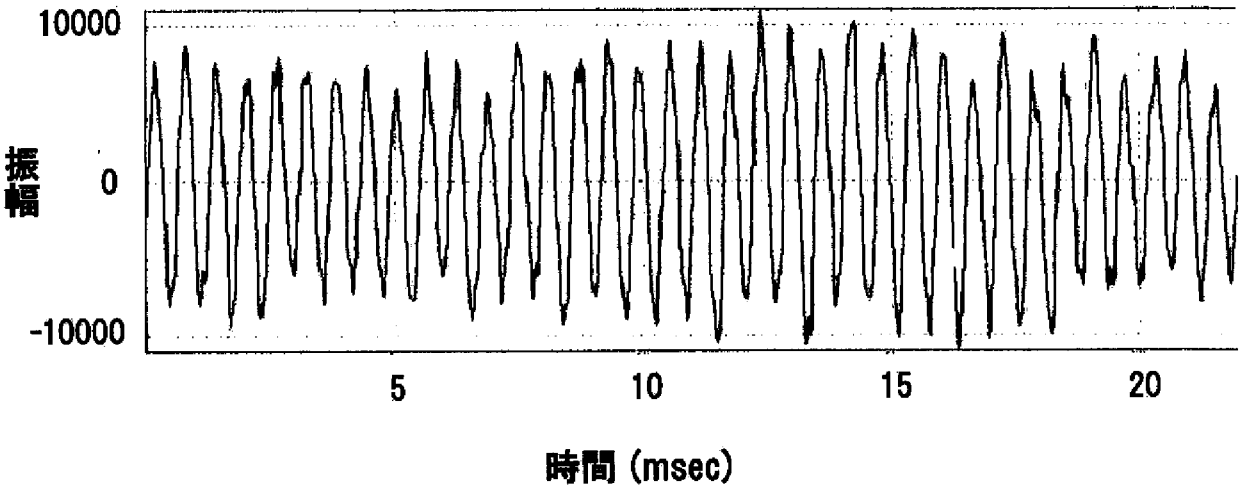
[図1]


130
120
140
100
110

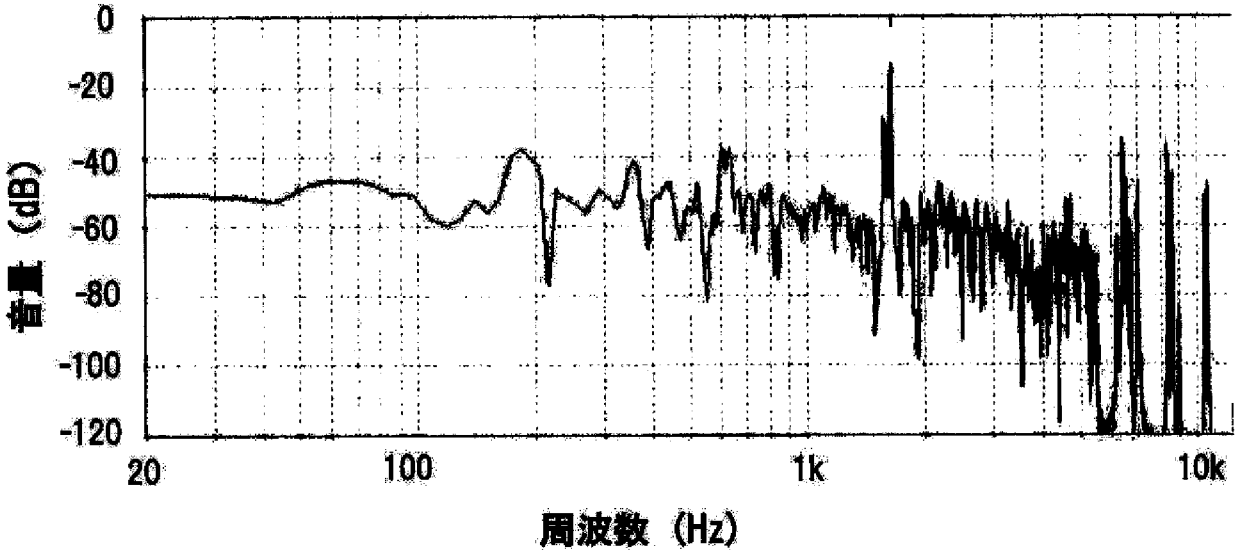
[図2]


多結晶シリコン棒を打撃
S101
打撃音の収録
S102
固有周波数の算出
S103
高速フーリエ変換
S104
ピーク周波数の検出
S105
固有周波数とピーク周波数の比較
S106
ひび割れの有無を判断
S107

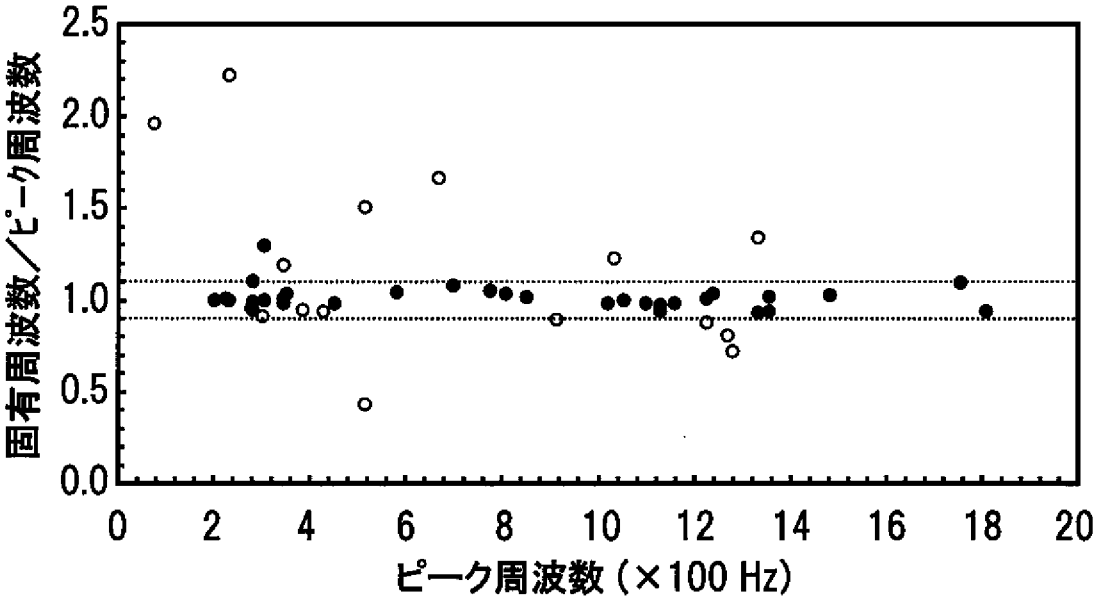
[図3A]


10000
0
-10000
音圧
5
10
15
20
時間 (msec)

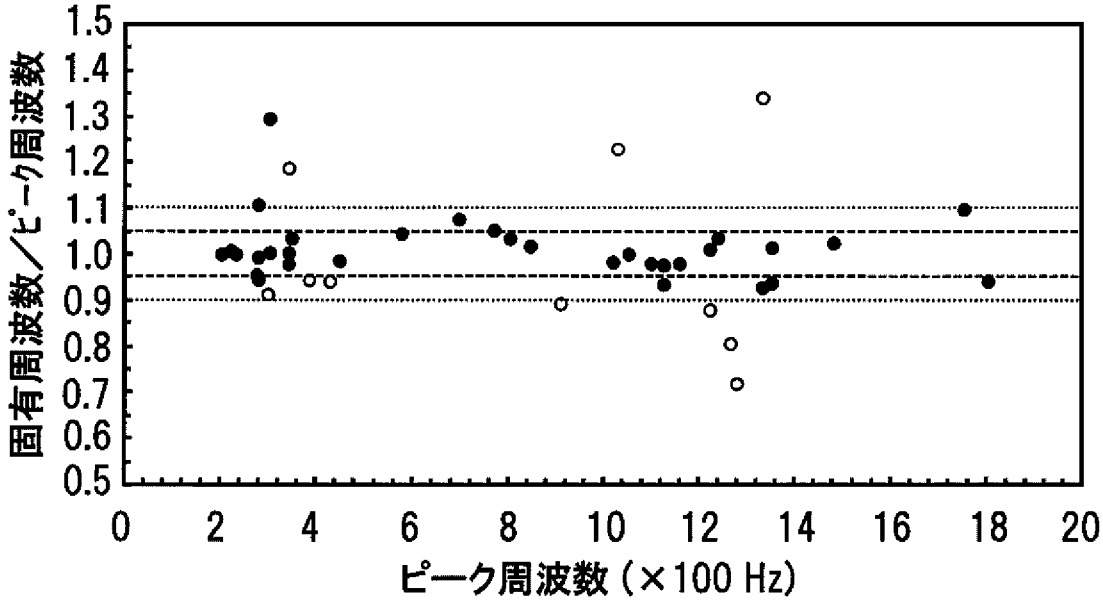
[図3B]


0
-20
-40
-60
-80
-100
-120
音量 (dB)
20
100
1k
10k
周波数 (Hz)

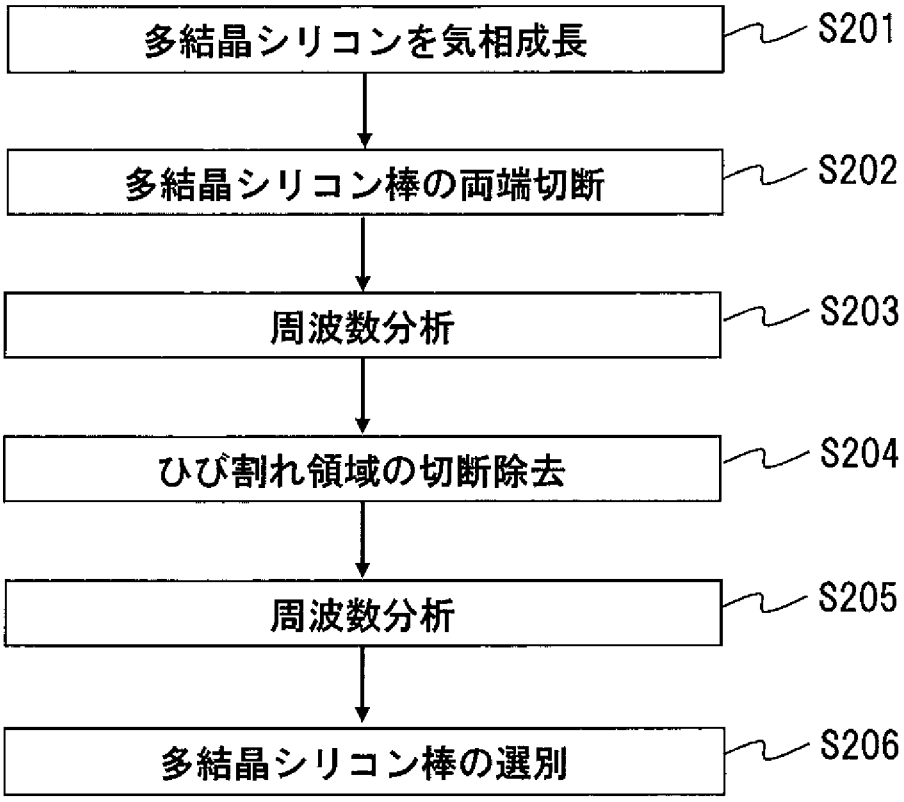
[図4A]


2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
固有周波数／ピーク周波数
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
ピーク周波数 (×100 Hz)

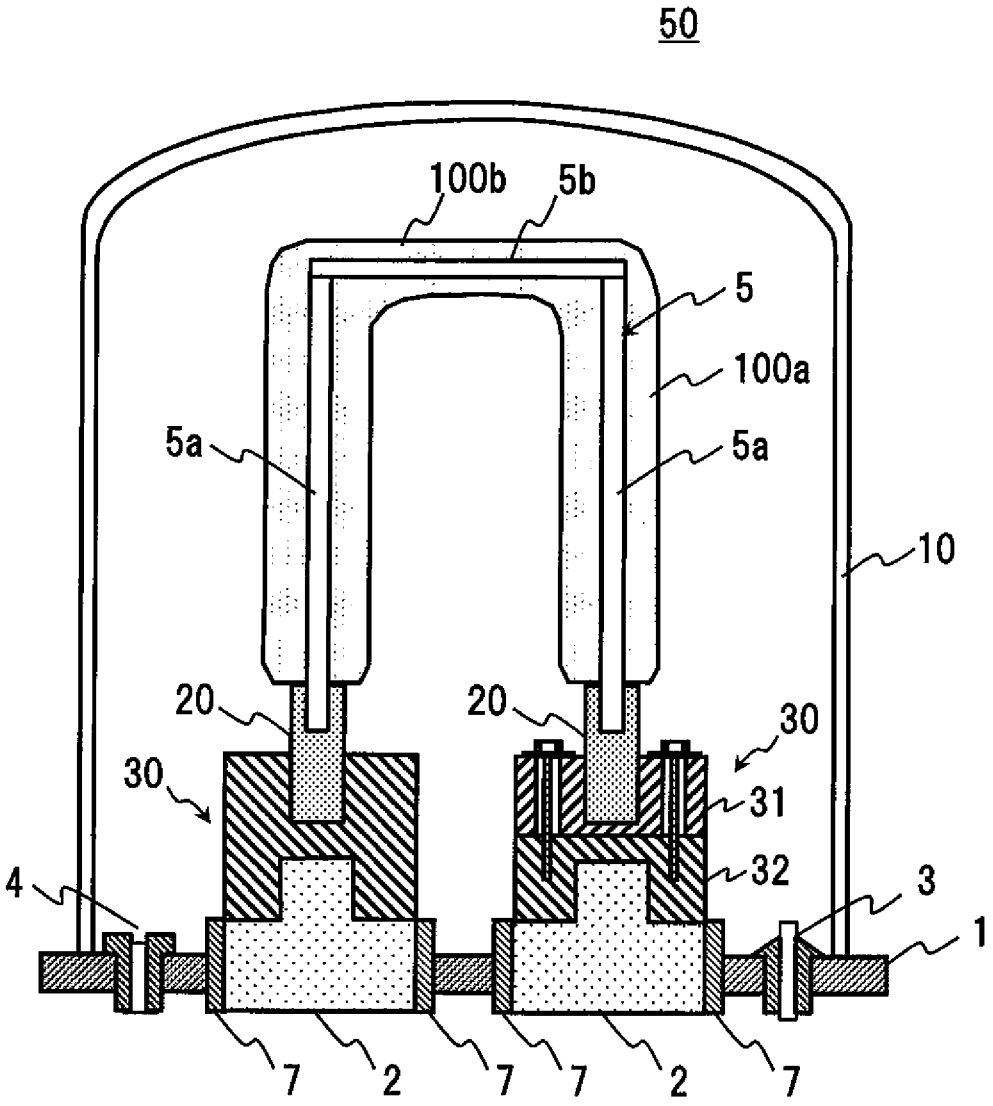
[図4B]


固有周波数／ピーク周波数
1.5
1.4
1.3
1.2
1.1
1.0
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
ピーク周波数（×100 Hz）

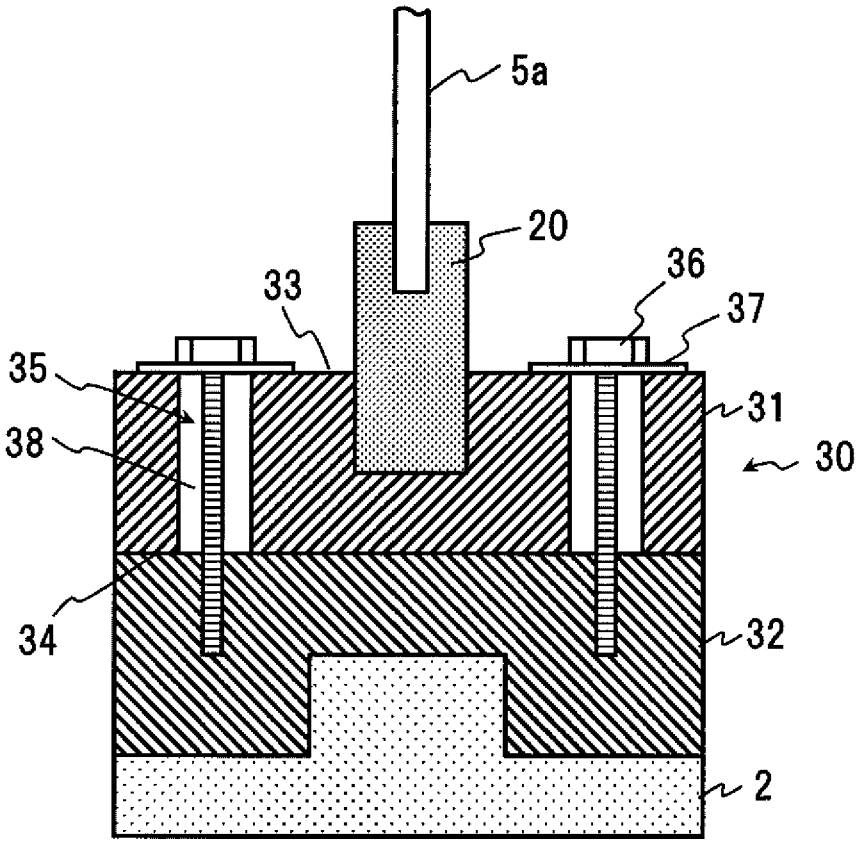
[図5]


多結晶シリコンを気相成長
S201
多結晶シリコン棒の両端切断
S202
周波数分析
S203
ひび割れ領域の切断除去
S204
周波数分析
S205
多結晶シリコン棒の選別
S206

[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT / JP2 011 / 003801

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N29/1 2 (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)

G01N29/00-G01N29/52, C01B33/00-C01B33/193, C30B1/00-C30B35/00

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 1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

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

JST Plus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2001-294416 A (Mitsubishi Materials Polycrystalline Silicon Corp.), 23 October 2001 (23.10.2001), paragraphs [0005] to [0016] (Family: none)	1-3 4-10
Y	JP 2008-58314 A (Wacker Chemie AG.), 13 March 2008 (13.03.2008), paragraph [0003] & US 2008/0053232 A1 & EP 1895297 A1	1-10
Y	JP 2006-250682 A (Railway Technical Research Institute), 21 September 2006 (21.09.2006), paragraphs [0027] to [0028] (Family: none)	1-10

☒ 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, exhibnion 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 tiie 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
05 September, 2011 (05.09.11)	20 September, 2011 (20.09.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 2009)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT / JP2 011/ 003801

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 2002-340869 A (Nippon Steel Corp.), 27 November 2002 (27.11.2002), claim 1; paragraphs [0065] to [0067] (Family: none)	1-1
A	JP 2004-149324 A (Sumitomo Mitsubishi Silicon Corp.), 27 May 2004 (27.05.2004), entire text; all drawings (Family: none)	1-1

o

国際調査報告

国際出願番号 PCT／JP2011/003801

A． 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01N29/12 (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. G01N29/00- G01N29/52 ,
C01B33/00- C01B33/193 ,
C30B 1/00- C30B35/00

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－
日本国公開実用新案公報 1971－2
日本国実用新案登録公報 1996－
日本国登録実用新案公報 1994－2

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)

JSTPlus (JDreaml I)

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
X	JP 2001-294416 A (三菱マテリアルポリシリコン株式会社)	1-3
Y	2001. 10. 23, 【0005】－【0016】 (ファミリーなし)	4-10
Y	JP 2008-58314 A (ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャフト) 2008. 03. 13, 【0003】 & US 2008/0053232 A1 & EP 1895297 A1	1-10
Y	JP 2006-250682 A (財団法人鉄道総合技術研究所) 2006. 09. 21, 【0027】－【0028】 (ファミリーなし)	1-10

☐ 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	国際調査報告の発送日
05．09．2011	20．09．2011

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) 2W 4005
比嘉 翔一
電話番号 03-3581-1101 内線 3292

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 2002-340869　A (新日本製鐵株式会社) 2002. 11. 27, 請求項1, 【0065】－【0067】 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2004-149324　A (三菱住友シリコン株式会社) 2004. 05. 27, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-10