

(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 11 月 1 日(01.11.2012)



(10) 国際公開番号  
**WO 2012/147300 A1**

- (51) 国際特許分類:  
C01B 33/02 (2006.01) C01B 33/035 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/002619
- (22) 国際出願日: 2012 年 4 月 16 日(16.04.2012)
- (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 2011-098983 2011 年 4 月 27 日(27.04.2011) 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 (米国についてののみ): 黒澤 靖志 (KUROSAWA, Yasushi) [JP/JP]; 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島 2 8 - 1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内 Niigata (JP). 桒津 茂義

(NETSU, Shigeyoshi) [JP/JP]; 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島 2 8 - 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 2 1 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, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, 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.

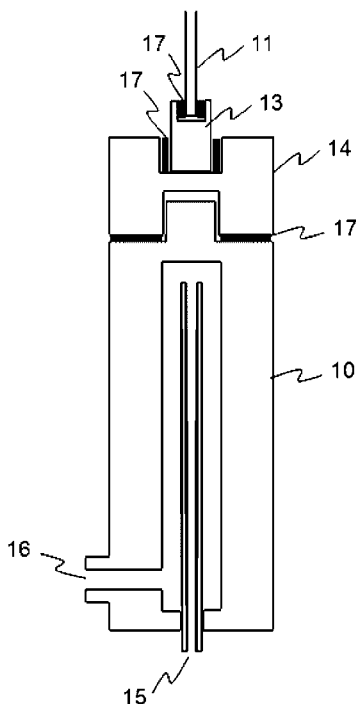
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,

[続葉有]

(54) Title: DEVICE FOR PRODUCING POLYCRYSTALLINE SILICON AND METHOD FOR PRODUCING POLYCRYSTALLINE SILICON

(54) 発明の名称: 多結晶シリコン製造装置および多結晶シリコンの製造方法

[図6]



(57) Abstract: This device for producing polycrystalline silicon includes at least a core wire holder (13) that is made of carbon and that holds a silicon core wire (11), and an electrode (10) for passing a current through the silicon core wire (11), wherein a heat insulating sheet (17) is arranged at least in one location in the electroconductive path leading from the electrode (10) to the silicon core wire (11). The thermal conductivity in the thickness direction of the heat insulating sheet (17) is lower than the thermal conductivity of the core wire holder (13). Thus, it is possible to reduce the extent to which the heat of the silicon core wire (11) heated by a carbon heater is radiated toward the electrode (10), and to efficiently raise the temperature of the silicon core wire (11) at the start of a deposition reaction and at the start of current passage.

(57) 要約: 本発明の多結晶シリコン製造装置は、少なくとも、シリコン芯線 11 を保持する炭素製の芯線ホルダ 13 と、シリコン芯線 11 に通電するための電極 10 とを備えており、電極 10 からシリコン芯線 11 に至る導電経路の少なくとも一か所に断熱シート 17 が配置されている。そして、この断熱シート 17 の厚み方向の熱伝導度は芯線ホルダ 13 の熱伝導度よりも低いものとされる。これにより、カーボンヒータにより加熱されたシリコン芯線 11 の熱が電極 10 側へと放熱される程度が抑制され、析出反応開始時通電開始時においてシリコン芯線 11 の温度を効率よく高めることができる。



MZ, NA, RW, 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 (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：

多結晶シリコン製造装置および多結晶シリコンの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、多結晶シリコンの製造技術に関する。

背景技術

[0002] 半導体用単結晶シリコンあるいは太陽電池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気相成長する際の反応炉は、ベルジャーと呼ばれる上部構造体とベースプレートと呼ばれる下部構造体（底板）により構成される空間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对のカーボン製の芯線ホルダを介してベースプレート上に配置した一对の金属製の電極に固定する。この構成は、例えば特公昭37-18861号公報（特許文献1）に開示されている。

[0004] 電極は、絶縁物を挟んでベースプレートを貫通し、配線を通して別の電極に接続されるか、反応炉外に配置された電源に接続される。気相成長中に多結晶シリコンが析出することを防止するために、電極とベースプレートとベルジャーは水などの冷媒を用いて冷却される。電極と芯線ホルダは直接接合してもかまわないが、電極の損傷を防止目的から、電極と芯線ホルダの間にカーボン製のアダプタを設ける。

[0005] 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℃以下の温度範囲に加熱しながら、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気相成長し、所望の直径の多結晶シリコン棒が逆U字状に形成される。

[0006]   ところで、シリコン芯線は多結晶又は単結晶のシリコンで作製されるが、高純度多結晶シリコン製造のために用いられるシリコン芯線は不純物濃度の低い高純度なものである必要があり、具体的には、比抵抗が $500\ \Omega \cdot \text{cm}$ 程度以上の高抵抗のものであることが求められる。このような高抵抗のシリコン芯線の通電は、一般に常温では開始できないため、予めシリコン芯線を $200 \sim 400^\circ\text{C}$ 程度に初期加熱して比抵抗を下げて（導電性を高めて）から通電する必要がある。

[0007]   このような初期加熱のために、反応炉の中央または内周面に初期加熱用のカーボンヒータを設けておき、反応開始時には、先ずこのカーボンヒータを通電により発熱させ、その際に発生する輻射熱によってカーボンヒータ周辺に配置されているシリコン芯線を所望の温度にまで加熱する。そして、かかる加熱によりシリコン芯線の温度が $200^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$ に達すれば、長さ当たり $2.0\ \text{V}/\text{cm} \sim 8.0\ \text{V}/\text{cm}$ の電圧をシリコン芯線に印加することにより、シリコン芯線の表面温度を $900^\circ\text{C}$ 以上 $1300^\circ\text{C}$ 以下の範囲に加熱する通電の開始が可能となる。

[0008]   一旦シリコン芯線への通電が開始されれば、その後はカーボンヒータを用いた加熱を利用しなくとも、シリコン芯線自身の発熱により表面温度が維持されるため析出反応は持続的に進行する。そのため、上述のシリコン芯線への通電開始後は、カーボンヒータの電源はOFFされる。

[0009]   ところで、析出反応開始時（通電開始時）の初期加熱によりシリコン芯線が十分な温度に達しないと、シリコン芯線の比抵抗は十分には低下しない。このため、通電開始時の印加電圧は高めに設定する必要があるが、印加電圧を高くすると、芯線ホルダとシリコン芯線との間で火花放電が発生し易くなり、シリコン芯線にダメージを与えてしまう。このようなダメージは、析出反応中にシリコン芯線が倒壊するなどの原因ともなる。

[0010]   すなわち、多結晶シリコンの安定的生産の観点からは、析出反応開始時（

通電開始時)において、放電等が生じない条件下でシリコン芯線を十分な温度にまで高めることが求められる。そのための方法のひとつとして、ヒータの能力をアップさせたり赤外線照射によりシリコン芯線を加熱するといった選択もある(例えば、特開2001-278611号公報(特許文献2等を参照)。しかし、この場合には、加熱設備等のコストと運転費がアップせざるを得ない。

[0011] 初期加熱時においてシリコン芯線の温度を効率よく上げるためには、シリコン芯線からの放熱を抑えることが重要である。シリコン芯線はカーボンヒータからの輻射熱により温められるが、シリコン芯線からは、周囲のガスへの対流伝熱や冷却された電極への伝導伝熱により放熱される。

[0012] 伝導伝熱による放熱を低減させるためには、芯線ホルダとアダプタの材質を熱伝導度の低いものとすればよい。しかし、これらの部材には、耐熱性や含有不純物量あるいはコストなどの観点からカーボンが使用されることが多く、カーボンの熱伝導度は $80 \sim 180 \text{ W/mK}$ と比較的高い。また、芯線ホルダやアダプタを長尺化して電極との距離を大きく取るという選択もあるが、この場合には、カーボン部材費のアップや反応炉内空間を大きくしなければならないといった問題がある。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0013] 特許文献1：特公昭37-18861号公報

特許文献2：特開2001-278611号公報

特許文献3：特開昭58-128807号公報

特許文献4：特開2006-62922号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0014] 本発明は、かかる課題を解決するためになされたものであり、カーボンヒータにより加熱されたシリコン芯線の熱が電極側へと放熱される程度を抑制

し、これにより、析出反応開始時（通電開始時）において、シリコン芯線の温度を効率よく高める技術を提供することにある。

### 課題を解決するための手段

- [0015] 上述の課題を解決するために、本発明に係る第1の態様の多結晶シリコンの製造装置は、反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極とを備え、前記電極から前記シリコン芯線に至る導電経路の少なくとも一か所に断熱シートが配置されており、前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダの熱伝導度よりも低いことを特徴とする。
- [0016] また、本発明に係る第2の態様の多結晶シリコンの製造装置は、反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極とを備え、前記シリコン芯線と前記芯線ホルダとの接触部に断熱シートが配置されており、前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダの熱伝導度よりも低いことを特徴とする。
- [0017] さらに、本発明に係る第3の態様の多結晶シリコンの製造装置は、反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極と、前記芯線ホルダを前記電極に載置するための炭素製のアダプタとを備え、前記シリコン芯線と前記芯線ホルダとの接触部、前記芯線ホルダと前記アダプタとの接触部、および前記アダプタと前記電極との接触部の少なくともひとつに断熱シートが配置されており、前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダおよび前記アダプタの熱伝導度よりも低いことを特徴とする。

[0018] 好ましくは、前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $10\text{ W/m K}$ 以下であり、より好ましくは、 $5\text{ W/m K}$ 以下である。

[0019] また、好ましくは、前記断熱シートの厚み方向の電気抵抗率は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $5000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下であり、より好ましくは、 $2000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下である。

[0020] さらに、好ましくは、前記断熱シートの厚みは、 $0.1\text{ mm}$ 以上 $4.0\text{ mm}$ 以下であり、より好ましくは、 $0.2\text{ mm}$ 以上 $1.0\text{ mm}$ 以下である。

[0021] 本発明に係る多結晶シリコンの製造方法は、本発明の多結晶シリコン製造装置を用い、前記電極から前記シリコン芯線に通電し、所定温度に加熱された前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させることを特徴とする。

## 発明の効果

[0022] 本発明は、厚み方向の熱伝導度が芯線ホルダの熱伝導度よりも低い断熱シートを、電極からシリコン芯線に至る導電経路の少なくとも一か所に配置することとしたので、カーボンヒータにより加熱されたシリコン芯線の熱が電極側へと放熱される程度が抑制され、これにより、析出反応開始時（通電開始時）において、シリコン芯線の温度を効率よく高める技術が提供される。

## 図面の簡単な説明

[0023] [図1]本発明の多結晶シリコン製造のための反応炉の構成の一例を示す概略断面図である。

[図2]断熱シートを配置しない場合の、電極、アダプタ、芯線ホルダ、およびシリコン芯線の組合せを説明するための図である。

[図3]断熱シートを配置した場合の、電極、アダプタ、芯線ホルダ、およびシリコン芯線の配置関係の一例を説明するための図である。

[図4]断熱シートを配置した場合の、電極、アダプタ、芯線ホルダ、およびシリコン芯線の配置関係の他の例を説明するための図である。

[図5]断熱シートを配置した場合の、電極、アダプタ、芯線ホルダ、およびシリコン芯線の配置関係の他の例を説明するための図である。

[図6]断熱シートを配置した場合の、電極、アダプタ、芯線ホルダ、およびシリコン芯線の配置関係の他の例を説明するための図である。

### 発明を実施するための形態

[0024] 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。なお、以下では、原料ガスとしてトリクロロシランを用いるシーメンス法を例に説明するが、モノシランやジクロロシランなどの他の原料ガスとして用いることもできることは言うまでもない。

[0025] 図1は、本発明の多結晶シリコン製造のための反応炉100の構成の一例を示す概略断面図である。反応炉100は、シーメンス法によりシリコン芯線11の表面に多結晶シリコンを気相成長させて多結晶シリコン棒12を得るための装置であり、ベースプレート5とベルジャー1により構成される。

[0026] ベースプレート5には、シリコン芯線11に電流を供給する金属電極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ガスノズル9と、排気ガスを排出する排気口8が配置されている。また、ベースプレート5には、自身を冷却するための冷媒の入口部6と出口部7を有している。

[0027] ベルジャー1は、自身を冷却するための冷媒の入口部3と出口部4を有し、さらに、外部から内部を目視確認するためののぞき窓2を有している。

[0028] 図2は、後述する断熱シートを配置しない場合の、電極10、アダプタ14、芯線ホルダ13、およびシリコン芯線11の配置関係の一例を説明するための図である。金属製の電極10は、自身を冷却するための冷媒の入口15と出口16を有しており、上部にはアダプタ14を載置できる構造になっている。アダプタ14の上部には芯線ホルダ13が固定され、さらに、芯線ホルダ13にはシリコン芯線11が固定される。なお、アダプタ14と芯線ホルダ13は別の部材として設ける必要はなく、アダプタ14と芯線ホルダ13が単一の部材としてある、一体型の芯線ホルダとしてもよい。

[0029] 電極10、アダプタ14、芯線ホルダ13、およびシリコン芯線11は、通電のために必要な接触面積を有することが必要とされる。また、多結晶シ

リコンの析出反応により得られる多結晶シリコン棒を保持するための十分な強度を有することが必要である。

[0030] 図3は、断熱シートを配置した場合の、電極10、アダプタ14、芯線ホルダ13、およびシリコン芯線11の配置関係の一例を説明するための図である。

[0031] 本発明の多結晶シリコン製造装置は、少なくとも、シリコン芯線11を保持する炭素製の芯線ホルダ13と、シリコン芯線11に通電するための電極10とを備えており、電極10からシリコン芯線11に至る導電経路の少なくとも一か所に断熱シート17が配置されている。そして、この断熱シート17の厚み方向の熱伝導度は芯線ホルダ13の熱伝導度よりも低いものとされる。

[0032] 図3に示した例では、断熱シート17は、アダプタ14と電極10との接触部に設けられている。

[0033] このような態様のほか、図4～6に図示したように、芯線ホルダ13とアダプタ14との接触部に断熱シート17が配置されている態様（図4）、シリコン芯線11と芯線ホルダ13との接触部に断熱シート17が配置されている態様（図5）、シリコン芯線11と芯線ホルダ13との接触部、芯線ホルダ13とアダプタ14との接触部、およびアダプタ14と電極10との接触部に断熱シート17が配置されている態様（図6）などであってもよい。

[0034] 要するに、シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダ13と、シリコン芯線13に通電するための電極10と、芯線ホルダ13を電極10に載置するための炭素製のアダプタ14を備えている場合において、シリコン芯線11と芯線ホルダ13との接触部、芯線ホルダ13とアダプタ14との接触部、およびアダプタ14と電極10との接触部の少なくともひとつに断熱シート17が配置されていればよい。

[0035] 熱伝導性の低い材料は、一般に導電性が低い。このため、シリコン芯線11と電極10のに至る導電経路に熱伝導性の低い材料を介入させることはこれまで想定されてこなかった。しかし、本発明者らの知見によれば、シリコ

ン芯線の加熱に必要な程度の導電性を有する材料から成るシートであって、芯線ホルダ 13 とアダプタ 14 の構成材料である炭素材よりも熱伝導性が低いものであれば、これを断熱シートとして使用することは有効である。つまり、このような断熱シート 17 を用いることで、シリコン芯線 11 を加熱した際の、冷却されている電極 10 への放熱は抑制される一方で、シリコン芯線 11 の初期加熱も効率的に行われる。

[0036] 断熱シート 17 の断熱性と導電性は基本的にはトレードオフになるが、シートの厚さ方向の熱伝導度として、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $10\text{ W/m K}$ 以下の値をもつものが好ましく、より好ましくは $5\text{ W/m K}$ 以下である。また、通電に必要な導電性を確保する観点から、厚さ方向の電気抵抗率が、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $5000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下であることが好ましく、より好ましくは $2000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下である。さらに、断熱シートの好ましい厚さは、 $0.1\text{ mm}$ 以上 $4.0\text{ mm}$ 以下であり、より好ましくは $0.2\text{ mm}$ 以上 $1.0\text{ mm}$ 以下である。断熱シートが厚すぎる場合には不要なエネルギーロスの原因になり、薄すぎる場合には熱の遮断効果が十分に得られない場合がある。

[0037] 断熱シート 17 は、上述したような熱伝導性と導電性を有し、熱耐性がある材料であれば特に限定されないが、好ましい材料としてはグラファイトを圧延した炭素シートを挙げることができる。具体的には、酸処理黒鉛を加熱膨張させ圧延した炭素シート（例えば、特開昭 58-128807 号公報（特許文献 3）や特開 2006-62922 号公報（特許文献 4）に記載されたもの等）を挙げることができる。このような材料は、面積方向には高い導電性をもつため、断熱効果を得つつ十分な導電性を確保し易い。なお、このような物理特性の炭素シートは市販されており、容易に入手可能である。

[0038] 本発明に係る多結晶シリコンの製造方法では、上述した多結晶シリコン製造装置を用い、電極 10 からシリコン芯線 11 に通電し、所定温度に加熱されたシリコン芯線 11 の表面に多結晶シリコンを析出させる。

[0039] すなわち、外部ヒータ（不図示）を用いてシリコン芯線 11 を加熱して通電可能な温度までシリコン芯線 11 の温度を上昇させ、シリコン芯線 11 の

温度が200～400℃となった段階で、シリコン芯線11に電極10より電圧を印加して通電させてシリコン芯線11の温度を900～1300℃とする。そこに原料であるトリクロロシランと水素の混合ガスを原料ノズル9より導入し、シリコン芯線11上に多結晶シリコンを析出させ、所定の大きさまで多結晶シリコンが成長した段階で反応を停止する。

[0040] 本発明に係る多結晶シリコンの製造装置を用いた場合には、シリコン芯線11の加熱時間を大幅に短縮することができる。また、限られた加熱時間において、比較的低い通電開始電圧での通電開始が可能であることから、シリコン芯線11と芯線ホルダ13の間等での放電を抑制することができ、多結晶シリコン成長中での芯線の倒れを防止することができる。

## 実施例

[0041] [実施例AおよびB]

下記の条件で多結晶シリコンの成長を行った。まず、反応炉に8mm角で1500mm長のシリコン芯線4本を設置して、炉内を水素雰囲気とし、カーボンヒータ（110KW、ヒータ表面温度1250℃）により10分間の初期加熱を行った。次に、シリコン芯線に印加する電圧を徐々に上げていき、電流値が上昇し始めたときの電圧を通電開始電圧とし、通電後は10Aの電流が流れるように電圧を調整した。通電開始より15分後に停止して、シリコン芯線を取り出し、シリコン芯線に発生したキズの深さを表面粗さ測定器により測定した。

[0042] 具体的な装置の条件は以下の通りである。

実施例A：電極とアダプタの間に厚さ1mmの、厚さ方向の熱伝導度5W/mKのカーボンシートを配置した。

実施例B：電極とアダプタの間に厚さ1mmの、厚さ方向の熱伝導度5W/mKのカーボン断熱シートを配置し、さらに、芯線ホルダとシリコン芯線の上に0.2mm厚さの熱伝導度5W/mKのカーボンシートを配置した。

比較例a：電極、アダプタ、芯線ホルダ、シリコン芯線のすべての間に断熱シートを設置しない。

[0043] 結果を表 1 に纏めた。この結果より、断熱シートを多く設置した方が、シリコン芯線に発生する火花放電跡と推測されるキズの深さが小さくなる。

[0044] [表1]

|       | 通電開始電圧 (V) | キズの深さ ( $\mu\text{m}$ ) | 目視観察    |
|-------|------------|-------------------------|---------|
| 実施例 A | 1 9 0 0    | 4 0                     | 小さなキズ   |
| 実施例 B | 1 8 2 0    | 5                       | 目視確認できず |
| 比較例 a | 2 0 3 0    | 8 6                     | 大きな傷    |

[0045] [実施例 C および D]

反応炉に 8 mm 角で 1 5 0 0 mm 長のシリコン芯線 4 本を 2 系列 (計 8 本) を設置して、実施例 A および B と同様の条件により、カーボンヒータにて初期加熱を行い通電開始し、その後、トリクロロシランと水素ガスを導入しシリコンの析出反応を行った。

[0046] 具体的な装置の条件は以下の通りである。

実施例 C : 電極とアダプタの間に厚さ 1 mm の、厚さ方向の熱伝導度 5 W / m K のカーボンシートを配置した。

実施例 D : 電極とアダプタの間に厚さ 1 mm の、厚さ方向の熱伝導度 5 W / m K のカーボン断熱シートを配置し、さらに、芯線ホルダとシリコン芯線の間に 0. 4 mm 厚さの熱伝導度 5 W / m K のカーボンシートを配置した。

比較例 b : 電極、アダプタ、芯線ホルダ、シリコン芯線のすべての間に断熱シートを設置しない。

[0047] 結果を表 2 に纏めた。比較例 b ではシリコン棒直径 2 0 mm  $\phi$  にて倒壊が生じたのに対し、実施例 C および D の何れにおいても、シリコン棒の倒壊は起きなかった。

[0048] [表2]

|       | 通電開始電圧 (V) | 析出反応の結果                         |
|-------|------------|---------------------------------|
| 実施例 C | 1 9 2 0    | 予定通りシリコン棒直径 120mm $\phi$ にて反応終了 |
| 実施例 D | 1 8 7 0    | 予定通りシリコン棒直径 120mm $\phi$ にて反応終了 |
| 比較例 b | 2 0 4 0    | シリコン棒直径 20mm $\phi$ にて倒壊し反応中断   |

## 産業上の利用可能性

[0049] 本発明は、カーボンヒータにより加熱されたシリコン芯線の熱が電極側へと放熱される程度を抑制し、これにより、析出反応開始時（通電開始時）において、シリコン芯線の温度を効率よく高める技術を提供する。

## 符号の説明

- [0050] 1 ベルジャー  
2 のぞき窓  
3 冷媒入口部  
4 冷媒出口部  
5 ベースプレート  
6 冷媒入口部  
7 冷媒出口部  
8 反応排ガス出口  
9 原料ガス供給ノズル  
10 電極  
11 シリコン芯線  
12 多結晶シリコン棒  
13 芯線ホルダ  
14 アダプタ  
15 冷媒入口部  
16 冷媒出口部  
17 断熱シート  
100 反応炉

## 請求の範囲

- [請求項1]           反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、
- 前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極とを備え、
- 前記電極から前記シリコン芯線に至る導電経路の少なくとも一か所に断熱シートが配置されており、
- 前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダの熱伝導度よりも低い、ことを特徴とする多結晶シリコン製造装置。
- [請求項2]           反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、
- 前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極とを備え、
- 前記シリコン芯線と前記芯線ホルダとの接触部に断熱シートが配置されており、
- 前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダの熱伝導度よりも低い、ことを特徴とする多結晶シリコン製造装置。
- [請求項3]           反応炉内で加熱されたシリコン芯線に原料ガスを供給することにより前記シリコン芯線の表面に多結晶シリコンを析出させるための多結晶シリコン製造装置であって、
- 前記シリコン芯線を保持する炭素製の芯線ホルダと、前記シリコン芯線に通電するための電極と、前記芯線ホルダを前記電極に載置するための炭素製のアダプタとを備え、
- 前記シリコン芯線と前記芯線ホルダとの接触部、前記芯線ホルダと前記アダプタとの接触部、および前記アダプタと前記電極との接触部の少なくともひとつに断熱シートが配置されており、

前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度が前記芯線ホルダおよび前記アダプタの熱伝導度よりも低い、ことを特徴とする多結晶シリコン製造装置。

[請求項4] 前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $10\text{ W}/\text{m K}$ 以下である、請求項1乃至3の何れか1項に記載の多結晶シリコン製造装置。

[請求項5] 前記断熱シートの厚み方向の熱伝導度は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $5\text{ W}/\text{m K}$ 以下である、請求項4に記載の多結晶シリコン製造装置。

[請求項6] 前記断熱シートの厚み方向の電気抵抗率は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $5000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下である、請求項1乃至3の何れか1項に記載の多結晶シリコン製造装置。

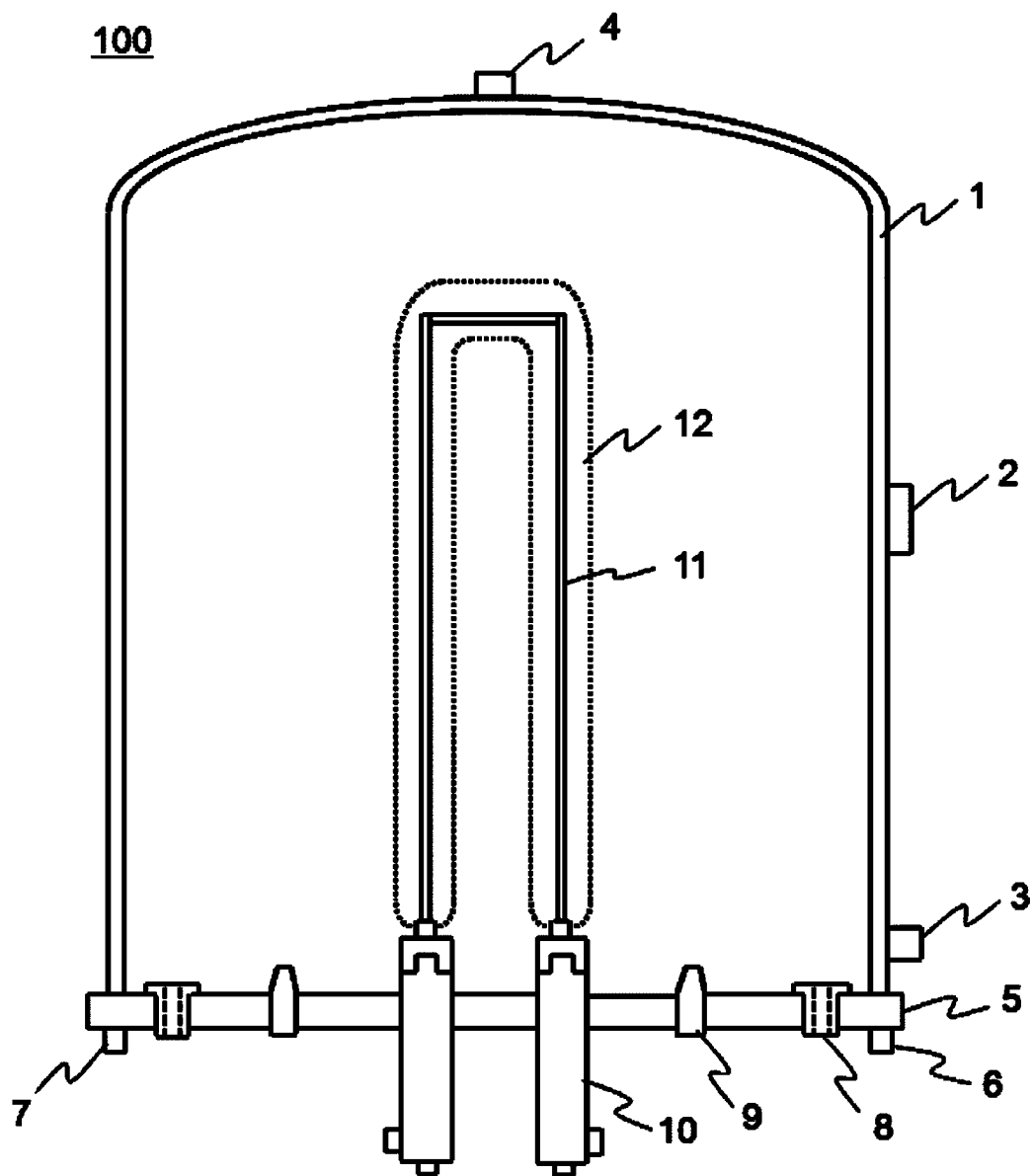
[請求項7] 前記断熱シートの厚み方向の電気抵抗率は、 $25^{\circ}\text{C}$ において、 $2000\ \mu\Omega\cdot\text{m}$ 以下である、請求項6に記載の多結晶シリコン製造装置。

[請求項8] 前記断熱シートの厚みは、 $0.1\text{ mm}$ 以上 $4.0\text{ mm}$ 以下である、請求項1乃至3の何れか1項に記載の多結晶シリコン製造装置。

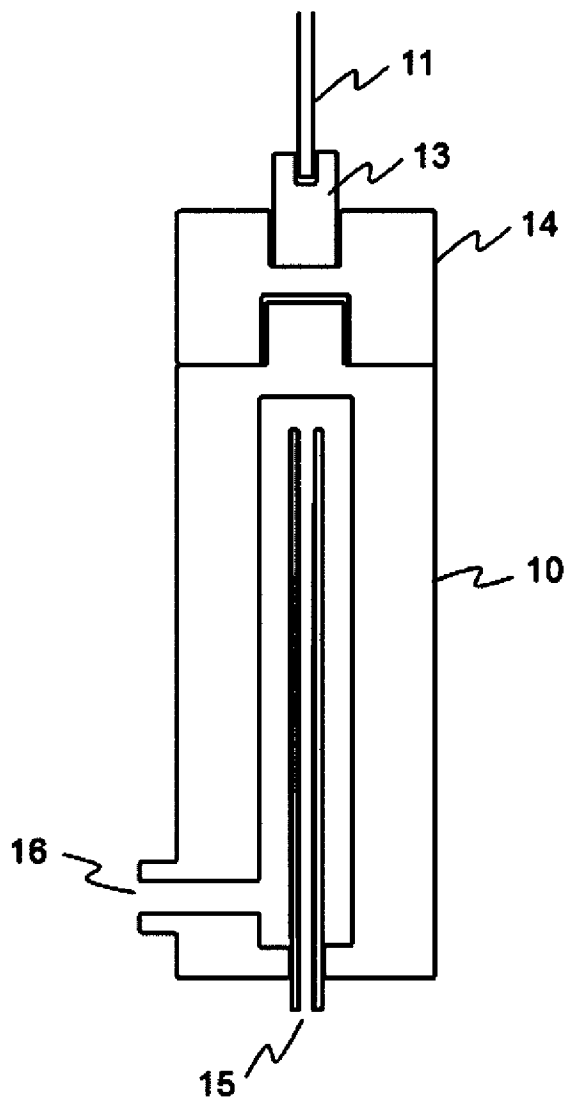
[請求項9] 前記断熱シートの厚みは、 $0.2\text{ mm}$ 以上 $1.0\text{ mm}$ 以下である、請求項8に記載の多結晶シリコン製造装置。

[請求項10] 請求項1乃至3の何れか1項に記載の多結晶シリコン製造装置を用い、前記電極から前記シリコン芯線に通電し、所定温度に加熱された前記シリコン芯線の表面に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の製造方法。

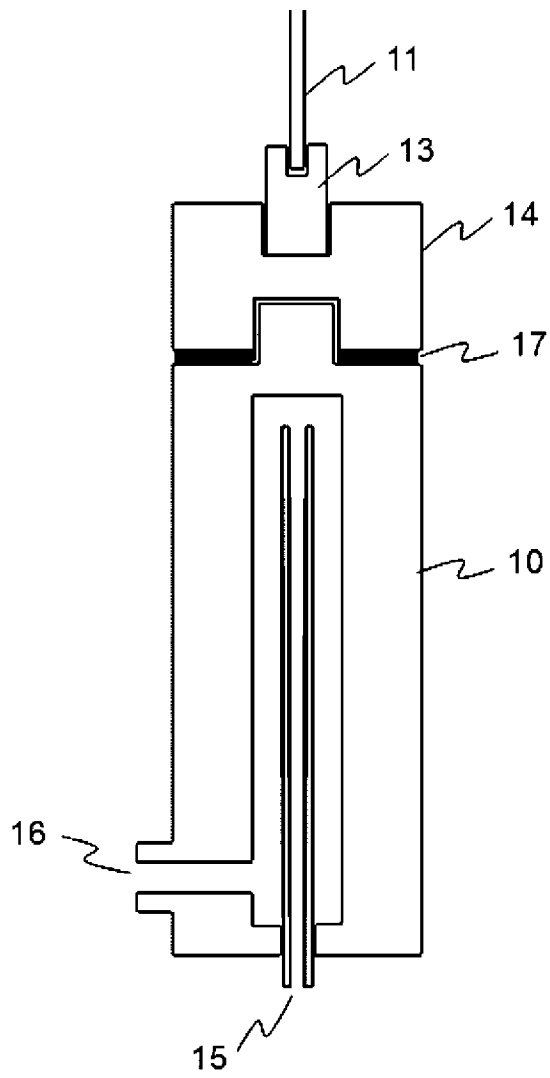
[図1]



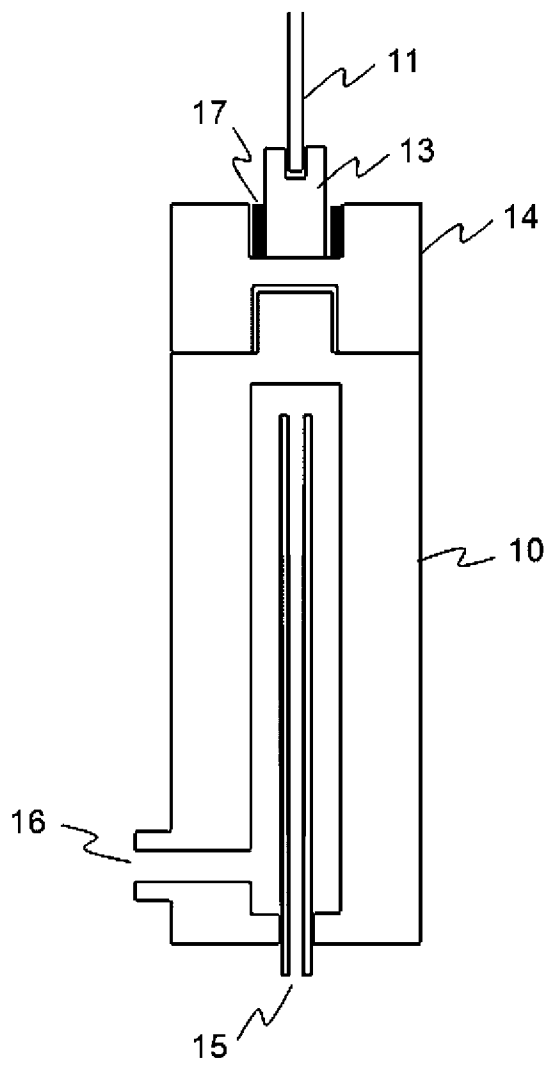
[図2]



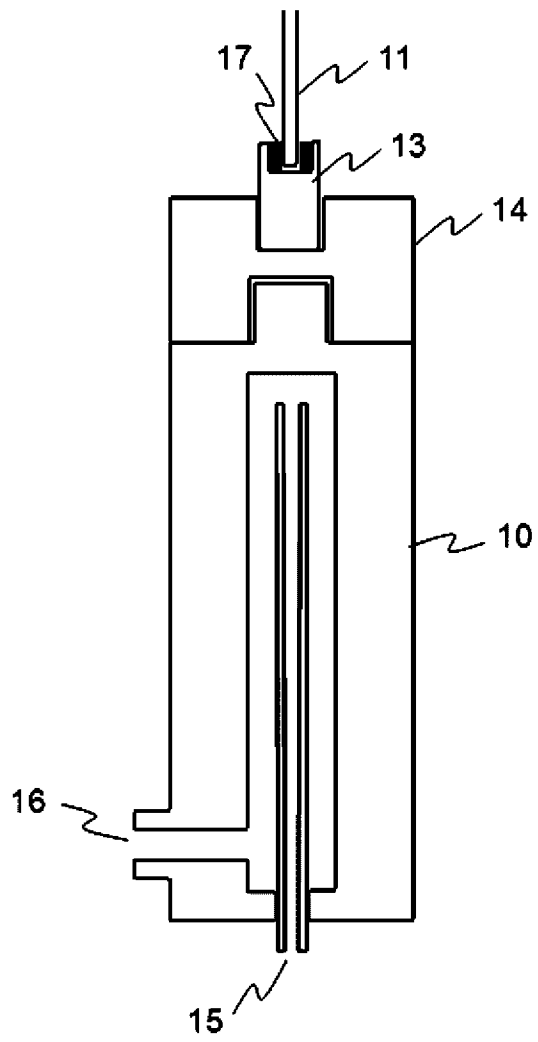
[図3]



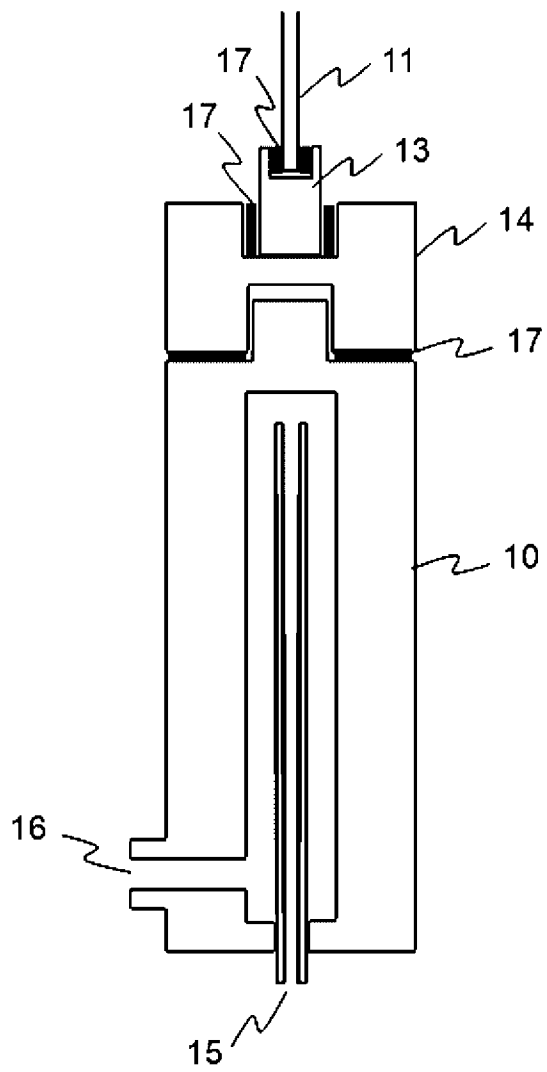
[図4]



[図5]



[図6]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/002619

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B33/02 (2006.01) i, 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)

C01B33/02-33/039

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 1996-2012

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2012 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2012

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. |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| A         | WO 2011/045881 A1 (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.),<br>21 April 2011 (21.04.2011),<br>claims; paragraphs [0027] to [0030]; drawings<br>& JP 2011-84419 A | 1-10                  |
| A         | JP 2006-240934 A (Tokuyama Corp.),<br>14 September 2006 (14.09.2006),<br>claims; paragraphs [0023] to [0025]; drawings<br>(Family: none)               | 1-10                  |
| A         | JP 2006-16243 A (Sumitomo Titanium Corp.),<br>19 January 2006 (19.01.2006),<br>claims; fig. 4, 5<br>(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, 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

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
05 July, 2012 (05.07.12)Date of mailing of the international search report  
17 July, 2012 (17.07.12)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2012/002619

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                                                                                                  | Relevant to claim No. |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| P, A      | JP 2011-195439 A (Wacker Chemie AG.),<br>06 October 2011 (06.10.2011),<br>claims; paragraphs [0024] to [0026], [0032];<br>fig. 1<br>& EP 2368847 A1 & US 2011/0229658 A1<br>& KR 10-2011-0105712 A & CN 102196611 A | 1-10                  |

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））  
Int.Cl. C01B33/02(2006.01)i, 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（I P C））

Int.Cl. C01B33/02-33/039

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 | 1971-2012年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2012年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2012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<br>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<br>請求項の番号 |
|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| A               | WO 2011/045881 A1（信越化学工業株式会社）2011.04.21,<br>特許請求の範囲, [0027]-[0030], 図面<br>& JP 2011-84419 A | 1-10           |
| A               | JP 2006-240934 A（株式会社トクヤマ）2006.09.14,<br>特許請求の範囲, [0023]-[0025], 図面（ファミリーなし）                | 1-10           |
| A               | JP 2006-16243 A（住友チタニウム株式会社）2006.01.19,<br>特許請求の範囲, 図4,5（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                                                 | の日の後に公表された文献                                                       |
| 「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                                | 「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     |
| 「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                        | 「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                     |
| 「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） | 「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 |
| 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献                                     | 「&」同一パテントファミリー文献                                                   |
| 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願                                  |                                                                    |

国際調査を完了した日  
05.07.2012

国際調査報告の発送日  
17.07.2012

国際調査機関の名称及びあて先  
日本国特許庁（I S A/J P）  
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 | 3029 |
| 永田 史泰                     |    |      |
| 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<br>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<br>請求項の番号 |
| P, A                  | JP 2011-195439 A (ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャフト)<br>2011. 10. 06,<br>特許請求の範囲, [0024]-[0026], [0032], 図 1<br>& EP 2368847 A1 & US 2011/0229658 A1 & KR 10-2011-0105712 A<br>& CN 102196611 A | 1-10           |