

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6058610号
(P6058610)

(45) 発行日 平成29年1月11日 (2017. 1. 11)

(24) 登録日 平成28年12月16日 (2016. 12. 16)

(51) Int. Cl.	F 1
C O 1 B 33/02 (2006. 01)	C O 1 B 33/02 E
B O 2 C 1/02 (2006. 01)	B O 2 C 1/02 Z

請求項の数 13 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2014-210124 (P2014-210124)	(73) 特許権者	000003182
(22) 出願日	平成26年10月14日 (2014. 10. 14)		株式会社トクヤマ
(65) 公開番号	特開2016-79053 (P2016-79053A)		山口県周南市御影町1番1号
(43) 公開日	平成28年5月16日 (2016. 5. 16)	(74) 代理人	110001494
審査請求日	平成28年10月21日 (2016. 10. 21)		前田・鈴木国際特許業務法人
早期審査対象出願		(72) 発明者	川口 一博
			山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		(72) 発明者	藤井 正美
			山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		(72) 発明者	近藤 学
			山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 多結晶シリコン破砕物、多結晶シリコン破砕物の製造方法および多結晶シリコン塊破砕装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

多結晶シリコン塊を破砕して得られる多結晶シリコン破砕物であって、
粒子サイズ500～1000 μmの多結晶シリコン粉の含有割合が0.1～40 ppmwである多結晶シリコン破砕物。

【請求項2】

粒子サイズ500 μm未満のシリコンダストの含有割合が3～140 ppmwである請求項1に記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項3】

前記多結晶シリコン破砕物の90質量%以上が2～90 mmの粒子サイズである請求項1または請求項2に記載の多結晶シリコン破砕物。 10

【請求項4】

前記多結晶シリコン破砕物の90重量%以上が4～60 mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000 μmの多結晶シリコン粉の含有割合が1～30 ppmwであり、さらに、粒子サイズ500 μm未満のシリコンダストの含有割合が10～60 ppmwである請求項1に記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項5】

前記多結晶シリコン破砕物の90重量%以上が2～40 mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000 μmの多結晶シリコン粉の含有割合が2～40 ppmwであり、さらに、粒子サイズ500 μm未満のシリコンダストの含有割合が20～140 ppmw 20

である請求項 1 に記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項 6】

前記多結晶シリコン破砕物の 90 重量%以上が 20～90mm の粒子サイズを有し、粒子サイズ 500～1000 μm の多結晶シリコン粉の含有割合が 0.5～25ppmw であり、さらに、粒子サイズ 500 μm 未満のシリコンダストの含有割合が 5～50ppmw である請求項 1 に記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項 7】

金属による表面汚染が 0.5～50ppbw である請求項 1～6 の何れかに記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項 8】

表面汚染の金属が、Na、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、Co および W からなる群を包含する請求項 7 に記載の多結晶シリコン破砕物。

【請求項 9】

原料投入口から投入された原料多結晶シリコン塊を、外力負荷部材の可動により機械的に破砕して、粒子サイズ 500～1000 μm の多結晶シリコン粉を含む多結晶シリコン破砕物を生成し、これを排出口から出す破砕部と、

前記破砕部の下方に続いており、前記排出口から出た前記多結晶シリコン破砕物を重力に従って落下移動させる落下移動部と、

前記落下移動部の下方に位置し、前記落下移動部を前記落下移動した後の前記多結晶シリコン破砕物を受けとめる受け部と、を有し、

前記落下移動部は、前記多結晶シリコン破砕物に含まれる前記多結晶シリコン粉の少なくとも一部を、前記落下移動の方向とは異なる方向に吸引して除去する吸引除去部を、有し、

前記吸引除去部は、 $1\sim 20\text{m}^3/\text{分}$ の吸引量で吸気することを特徴とする多結晶シリコン塊破砕装置。

【請求項 10】

前記外力負荷部材は、可動する可動歯と、固定された固定歯とを有し、前記破砕部は、上方の前記原料投入口から投入された前記原料多結晶シリコン塊を、前記可動歯と前記固定歯との間に挟んで破砕し、これを下方の前記排出口から出す構造である請求項 9 に記載の多結晶シリコン塊破砕装置。

【請求項 11】

前記外力負荷部材の可動に伴い摺動する摺動部から生じる摺動塵埃を吸引する摺動塵埃吸引部を有することを特徴とする、請求項 9 または請求項 10 に記載の多結晶シリコン塊破砕装置。

【請求項 12】

請求項 9～11 の何れかに記載の多結晶シリコン塊破砕装置を用いる多結晶シリコン破砕物の製造方法。

【請求項 13】

前記受け部で受けとめられた前記多結晶シリコン破砕物に、エアーを吹き付けるエアブロー工程を有することを特徴とする請求項 12 に記載の多結晶シリコン破砕物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、多結晶シリコン塊を破砕して得られる多結晶シリコン破砕物に関し、さらに詳しくは粒子サイズ 500～1000 μm の多結晶シリコン粉の含有量が低減され、また微小シリコンダストが少なく、表面金属汚染も低減された多結晶シリコン破砕物に関する。さらに、本発明は、上記の多結晶シリコン破砕物の製造に好適に用いられる多結晶シリコン塊破砕装置に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリシリコンとも呼ばれる多結晶シリコンを製造する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、ベルジャー型の反応容器内部に配置されたシリコン芯線を通電によってシリコンの析出温度に加熱し、ここにトリクロロシラン (SiHCl_3) やモノシラン (SiH_4) 等のシラン化合物のガスと水素を供給し、化学気相析出法によりシリコン芯線上に多結晶シリコンを析出させ、高純度の多結晶シリコンロッドを得る。

【0003】

得られた多結晶シリコンロッドは、次工程に使用する装置または次工程での製造対象物の製造に適した大きさに破碎、選別され、次工程へと搬送される。具体的には多結晶シリコンロッドを、炭化タングステンなどの硬質金属から構成されるハンマーなどにより碎き原料多結晶シリコン塊を得る。その後、原料多結晶シリコン塊をさらに、硬質ポリマーや硬質金属などから構成される破碎装置により所望の粒子サイズに破碎し、次いで必要に応じ、同様の材質からなる分級装置により所望のサイズに分級し、所望の粒子サイズを有する多結晶シリコン破碎物を得る。

10

【0004】

得られる多結晶シリコン破碎物は、そのサイズに応じ、ダスト、粉、チップ、ナゲット、チャンクなどと呼ばれるが、厳密な分類の基準はない。本明細書では、粒子サイズが $500\text{ }\mu\text{m}$ 未満のものを「シリコンダスト」と呼び、粒子サイズ $500\sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ のものを「多結晶シリコン粉」と呼び、これらシリコンダスト、多結晶シリコン粉および所望サイズの多結晶シリコン破碎片等を含む、多結晶シリコン塊を破碎して得られた破碎片を「多結晶シリコン破碎物」と呼ぶ。

20

【0005】

多結晶シリコンロッドの破碎、選別時には、ロッドおよび破碎物が破碎装置や選別装置に接触し、これら装置からの汚染物が表面の表面酸化層に付着する。また、破碎装置内部の摩耗などにより金属微粉が発生し、破碎物の表面酸化層に付着し、汚染することもある。これらを表面金属汚染と呼ぶ。表面金属汚染は、破碎物の粒子サイズが小さくなるほど増大する傾向にあり、特に粒子サイズの小さなシリコンダストや多結晶シリコン粉に汚染物が付着し、表面金属汚染を増大する。

【0006】

表面金属汚染を低減するため、多結晶シリコンに酸処理などの湿式化学処理を施すことは広く行われている。このような湿式化学処理により、シリコンダストや多結晶シリコン粉の小粒径のものは除去され、また、多結晶シリコン粉の大きめの粒径のものや多結晶シリコン破碎物の表面汚染も除去されるため、多結晶シリコン破碎物に同伴するシリコンダスト量および表面金属汚染は ppbw のオーダー以下まで低減できる。したがって、シリコン単結晶の育成原料として極めて高い純度が求められる場合には、湿式化学処理を施し、多結晶シリコン破碎物における不純物レベルを可能な限り低減している。しかし、湿式化学処理にはコストがかかる。

30

【0007】

一方、太陽光パネルの製造などの用途に用いられる多結晶シリコンには、上記のような極めて高い純度は要求されない。このため、用途によっては、シリコンダスト量や表面金属汚染が許容値以下であれば、過度に純度を高めずに、コストの低減を優先する場合がある。

40

【0008】

比較的低コストで、表面金属汚染を低減する方法として、特許文献1（特開2012-46412）には、破碎、分級後の多結晶シリコンに圧縮空気またはドライアイス吹き付け、シリコンダストを除去する方法が提案されている。

【0009】

しかし、多結晶シリコン破碎物に圧縮空気を吹き付けると、その風圧によってシリコンダストは除去されるものの、同時にシリコンダストより粒径の大きいシリコン破碎物が飛び跳ねたり、破碎物同士が衝突するため、新たなシリコンダストや多結晶シリコン粉が発

50

生することがある。また、シリコンロッドの破碎時には、破碎物の破断面に酸化膜が形成される。この酸化膜にシリコンダストや多結晶シリコン粉が付着すると、係る表層の酸化膜と破碎物破断面の酸化膜とが一体化し、これらシリコンダストや多結晶シリコン粉の除去が困難になることが予想される。さらに、分級後に多結晶シリコンを積み重ねた状態で圧縮空気を吹き付けても、積み重なる破碎物の隙間に入り込んだシリコンダストや多結晶シリコン粉を十分に除去できない。

【0010】

さらに、特許文献1では、粒子サイズが400 μ m未満のシリコンダストを除去対象としている。粒子サイズが500 μ m(0.5mm)以上の破碎物については、製品として認識され、除去対象とはされていない。しかし、粒子サイズが500 μ m～1mm程度の

10

【0011】

多結晶シリコン破碎物は単結晶シリコンインゴットを製造するために使用されることがある。単結晶インゴット製造に際しては、溶融容器への多結晶シリコン破碎物の充填を円滑に行う必要がある。しかし、500 μ m～1mm程度の多結晶シリコン粉が含まれると、多結晶シリコン破碎物の流動性が損なわれ、溶融容器への円滑な投入が妨げられる場合がある。また、インゴット製造のためには、多結晶シリコン破碎物を溶融容器中で溶融し、引き上げを行う(チョクラルスキー(CZ)法と呼ばれる)。しかし、500 μ m～1mm程度の粉体は融解し難いことがあり、結晶生成の核となり、インゴットが多結晶化することがある。このため、単結晶インゴットを製造するためには、多結晶化したインゴットを再溶融し、再度引き上げを行う必要があり、生産性の低下を招く。

20

【0012】

また、シリコン破碎物が積み重なった状態では、圧縮空気を吹き付けても、微細なシリコンダストは除去できるものの、500 μ m～1mmの多結晶シリコン粉を除去することは困難である。圧縮空気の圧力を過度に強力にすると、前述のようにシリコン破碎物が飛び跳ねたり、破碎物同士が衝突するため、新たなシリコンダストや多結晶シリコン粉が発生する。

【0013】

特許文献2(特開2009-78961)には、帯電した多結晶シリコンにダストが付着することを防止するために、多結晶シリコンにイオン化した清浄空気を吹き付け、静電気を除去する技術が開示されている。

30

【0014】

特許文献3(特許第4351666号)には、超硬質粉碎工具を備えた粉碎機により多結晶シリコンを粉碎し、分級するシリコン破碎物の製造装置が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0015】

【特許文献1】特開2012-46412

【特許文献2】特開2009-78961

【特許文献3】特許第4351666号

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

上述のように特許文献1では、圧縮空気またはドライアイス吹き付けることで、多結晶シリコンから粒子サイズ400 μ m未満のシリコンダストを除去する技術が開示されている。特許文献1では、粒子サイズが500 μ m～1mm程度の多結晶シリコン粉は製品とみなされ、除去の対象とはしていない。しかし、粒子サイズが500 μ m～1mm程度のシリコン微粒は、特に単結晶シリコンインゴット製造の際の操作性、生産性を損なう要因となる。一方、積み重なった多結晶シリコン破碎物の集合に対して、圧縮空気またはド

50

ライアイスの吹き付けを行っても、粒子サイズが $500\mu\text{m}\sim 1\text{mm}$ 程度のシリコン微粒を効率的に除くことは困難であり、吹き付け量を過度に高めて実施すると、逆に新たなシリコンダストや多結晶シリコン粉を生成することもある。

【0017】

したがって、本発明は粒子サイズが $500\mu\text{m}\sim 1\text{mm}$ 程度の多結晶シリコン粉が除去され、特に単結晶シリコンインゴット製造の際の操作性、生産性の向上に寄与しうる多結晶シリコン破砕物を提供することを目的としている。

【0018】

また、本発明は上記多結晶シリコン破砕物の製造方法及びその製造に好適な多結晶シリコン塊破砕装置を提供することを目的としている。

10

【課題を解決するための手段】

【0019】

本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意検討したところ、破砕装置内で破砕された多結晶シリコンが、自由落下する過程で、吸引することで $500\mu\text{m}\sim 1\text{mm}$ 程度の多結晶シリコン粉を効率的に除去しうることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0020】

上記目的を達成する本願発明は、下記の要旨を含む。

すなわち、多結晶シリコン破砕物は、多結晶シリコン塊を破砕して得られる多結晶シリコン破砕物であって、
粒子サイズ $500\sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉の含有割合が $0.1\sim 40\text{ppmw}$ である。

20

【0021】

また、たとえば、多結晶シリコン破砕物は、粒子サイズ $500\mu\text{m}$ 未満のシリコンダストの含有割合が $3\sim 140\text{ppmw}$ であってもよい。

【0022】

また、多結晶シリコン破砕物は、前記多結晶シリコン破砕物の 90 質量%以上が $2\sim 90\text{mm}$ の粒子サイズを有してもよい。

【0023】

また、たとえば、多結晶シリコン破砕物は、前記多結晶シリコン破砕物の 90 重量%以上が $4\sim 60\text{mm}$ の粒子サイズを有し、粒子サイズ $500\sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉の含有割合が $1\sim 30\text{ppmw}$ であり、さらに、粒子サイズ $500\mu\text{m}$ 未満のシリコンダストの含有割合が $10\sim 60\text{ppmw}$ であってもよい。

30

【0024】

また、たとえば、多結晶シリコン破砕物は、前記多結晶シリコン破砕物の 90 重量%以上が $2\sim 40\text{mm}$ の粒子サイズを有し、粒子サイズ $500\sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉の含有割合が $2\sim 40\text{ppmw}$ であり、さらに、粒子サイズ $500\mu\text{m}$ 未満のシリコンダストの含有割合が $20\sim 140\text{ppmw}$ であってもよい。

【0025】

また、たとえば、多結晶シリコン破砕物は、前記多結晶シリコン破砕物の 90 重量%以上が $20\sim 90\text{mm}$ の粒子サイズを有し、粒子サイズ $500\sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉の含有割合が $0.5\sim 25\text{ppmw}$ であり、さらに、粒子サイズ $500\mu\text{m}$ 未満のシリコンダストの含有割合が $5\sim 50\text{ppmw}$ であってもよい。

40

【0026】

また、たとえば、多結晶シリコン破砕物は、金属による表面汚染が $0.5\sim 50\text{ppbw}$ であってもよく、表面汚染の金属が、 Na 、 Cr 、 Fe 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 Co および W からなる群を包含してもよい。

【0027】

本発明に係る多結晶シリコン塊破砕装置は、

原料投入口から投入された原料多結晶シリコン塊を、外力負荷部材の可動により機械的に破砕して、粒子サイズ $500\sim 1000\mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉を含む多結晶シリコン

50

破碎物を生成し、これを排出口から出す破碎部と、

前記破碎部の下方に続いており、前記排出口から出た前記多結晶シリコン破碎物を重力に従って落下移動させる落下移動部と、

前記落下移動部の下方に位置し、前記落下移動部を前記落下移動した後の前記多結晶シリコン破碎物を受けとめる受け部と、を有し、

前記落下移動部は、前記多結晶シリコン破碎物に同伴する前記多結晶シリコン粉の少なくとも一部を、前記落下移動の方向とは異なる方向に吸引して除去する吸引除去部を、有することを特徴とする。

【0028】

また、たとえば、前記外力負荷部材は、可動する可動歯と、固定された固定歯とを有し、前記破碎部は、上方の前記原料投入口から投入された前記原料多結晶シリコン塊を、前記可動歯と前記固定歯との間に挟んで破碎し、これを下方の前記排出口から出す構造であってもよい。

【0029】

また、たとえば、多結晶シリコン塊破碎装置は、前記外力負荷部材の可動に伴い摺動する摺動部から生じる摺動塵埃を吸引する摺動塵埃吸引部を有してもよい。

【0030】

また、たとえば、本発明に係る多結晶シリコン破碎物の製造方法は、上記の多結晶シリコン塊破碎装置を用いてもよい。

【0031】

また、たとえば、多結晶シリコン破碎物の製造方法は、前記受け部で受けとめられた前記多結晶シリコン破碎物に、エアーを吹き付けるエアブロー工程を有してもよい。

【0032】

また、たとえば、本発明に係る多結晶シリコン破碎物は、上記の多結晶シリコン破碎物の製造方法により得られる。

【発明の効果】

【0033】

本発明によれば、多結晶シリコンロッドの粗破碎物である原料多結晶シリコン塊を破碎し、多結晶シリコン破碎物を得る際に、破碎された多結晶シリコン破碎物が破碎装置内を自由落下する間に、その落下方向とは異なる方向に吸引するため、微細なシリコンダストだけでなく、比較的粒子サイズの大きい多結晶シリコン粉までを効率的に除去できる。これは、多結晶シリコン破碎物が積み重なり、比較的大きい破碎物の間隙に多結晶シリコン粉やシリコンダストが入り込む前の状態であって、破碎物が落下空間に拡散し、上記多結晶シリコン粉やシリコンダストもほとんどが破碎物に散在する状態で吸引するため、上記多結晶シリコン粉も効率的に除去できるものであると考えられる。さらに、吸引時において、多結晶シリコン破碎物は破碎直後であり、破断面に酸化膜は形成されておらず、該表層の酸化膜に多結晶シリコン粉やシリコンダストが一体化して付着することがないことも影響しているのではないかと考えられる。

【0034】

得られる多結晶シリコン破碎物は、粒子サイズ500～1000 μ mの多結晶シリコン粉の含有量が大幅に低下するため、特に単結晶シリコンインゴットを製造する際の操作性、生産性の向上に寄与しうる。

【図面の簡単な説明】

【0035】

【図1】図1は、本発明の一実施形態に係る多結晶シリコン塊破碎装置の概略斜視図である。

【図2】図2は、図1に示す多結晶シリコン塊破碎装置の断面構造を表す概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0036】

以下、本発明についてさらに具体的に説明する。

本発明に係る多結晶シリコン破碎物は、粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉を含有する。多結晶シリコン破碎物は、原料多結晶シリコン塊を所望の粒子サイズに破碎して得られる。原料多結晶シリコン塊は、如何なる方法により得たものであっても良いが、一般的にはシーメンス法により得られる多結晶シリコンロッドを、炭化タングステンなどの硬質金属から構成されるハンマーなどにより碎いて得られる。原料多結晶シリコン塊を、後述のような多結晶シリコン塊破碎装置により破碎することで多結晶シリコン破碎物が得られ、破碎時にはシリコンダストの他、粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉が生成する。

【0037】

本発明の多結晶シリコン破碎物は、粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉の割合が0.1～40ppmw、好ましくは3～35ppmwにまで低減されている。

10

【0038】

本明細書において、多結晶シリコン粉の粒子サイズとは、1000 μm のメッシュフィルターを通過し、500 μm のメッシュフィルター上に捕集される粉状態を意味し、その含有量は、500 μm のメッシュフィルターから回収された微粉の質量から算出される。具体的には後述の実施例で説明した方法により測定される。

【0039】

また、本明細書においてppmwとは、重量基準での百万分率を意味し、ppbwは重量基準での十億分率を意味する。

【0040】

20

本発明の多結晶シリコン破碎物は、粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉量が低減されているため、特に単結晶シリコンインゴット製造の際の操作性、生産性の向上に寄与しうる。粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉量を0.1ppmw未満とすることは高コストの湿式化学処理以外の手段では困難であり、またシリコンインゴット製造の際の操作性、生産性のさらなる向上も期待できず、経済的意義も低い。粒子サイズ500～1000 μm の多結晶シリコン粉量が40ppmwを超えると、その流動性が損なわれ、さらに、これを用いて得られる単結晶シリコンインゴットが多結晶化することがある。

【0041】

多結晶シリコン破碎物は、制御された粒度分布を有することが好ましい。多結晶シリコン破碎物は、シリコン単結晶の育成原料等として好ましく用いられ、溶融容器に充填され、融解、引き上げ等が行われる。制御された粒度分布を有する多結晶シリコン破碎物は、溶融容器への充填時に、流動性が一定し、安定した供給が可能になる。

30

【0042】

多結晶シリコン破碎物は、そのサイズに応じ、ダスト、粉、チップ、ナゲット、チャンクなどと呼ばれるが、厳密な分類の基準はない。本発明の多結晶シリコン破碎物は、一般にはチップ、チャンクと呼ばれるが、ナゲットも含む。

【0043】

多結晶シリコン破碎物は、溶融容器への供給装置に適した粒子サイズを有することが好ましく、供給装置の仕様等により適宜に設定される。また多結晶シリコン破碎物は、その用途に応じた粒子サイズを有することが好ましい。多結晶シリコン破碎物は、破碎後に、所望の粒子サイズ、粒度分布を有するように選別、分級してもよい。ただし、分級後のシリコン破碎物にも、微量の多結晶シリコン粉が含まれる。

40

【0044】

多結晶シリコン破碎物の粒度分布は特に制限される物ではなく、通常、2～120mmの広い範囲から採択される。本明細書で開示した粒度分布の範囲は、範囲自体を開示するだけでなく、範囲の境界も含めて、その範囲に包含されるいかなる範囲をも開示するものである。例えば、2～40mmの範囲の開示には、2～40mmの範囲だけでなく、3mmも4mmも5mmも6mmも7mmも34mmも35mmもその他この範囲の中に含まれる他の数値も含まれる。また、例えば、2～40mmの範囲の開示には、2～5mm、

50

2～35mmも、その他その範囲の中に含まれる他の部分範囲と同様に含まれるし、また、ここで開示した範囲と等価な範囲も同様に含まれる。

なお、本明細書において、多結晶シリコン破砕物の粒子サイズとは、破砕物の長径を意味し、その粒度分布は、ノギスなどの計測器具により5kg分の破砕物を測定することにより求められる。

【0045】

さらに、本発明の多結晶シリコン破砕物は、前記粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉の含有割合が少ないだけでなく、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストの含有割合も少ない物が好ましく、その含有割合が3～140ppmwであるのが特に好ましい。シリコンダストの含有割合が少ないことにより、表面金属汚染が低減し易くなり好ましい。また、シリコンダストを上記下限値以下に減少させることは純度と経済性のバランスの観点から効率的でない。

10

【0046】

なお、本明細書において、シリコンダストの粒子サイズとは、500μmのメッシュフィルターを通過する微小粒径の粉状態を意味し、その含有量は1μmメッシュの濾紙にて捕集した微粉の捕集前後の濾紙質量差より測定される。具体的には後述の実施例で説明した方法により測定される。

【0047】

本発明の好ましい多結晶シリコン破砕物は、その90重量%以上が2～90mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉の含有割合が0.1～40ppmw、特に好ましくは3～35ppmwであり、さらに、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストの含有割合が3～140ppmw、特に好ましくは10～120ppmwである。上記の粒度分布を有することで、多結晶シリコンの流動性が一定し、熔融容器への安定した供給が可能になる。

20

【0048】

本発明の他の好ましい多結晶シリコン破砕物は、その90重量%以上が4～60mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉の含有割合が1～30ppmw、特に好ましくは5～25ppmwであり、さらに、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストの含有割合が10～60ppmw、特に好ましくは15～50ppmwであることが好ましい。

30

【0049】

本発明の他の好ましい多結晶シリコン破砕物は、その90重量%以上が2～40mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉の含有割合が2～40ppmw、特に好ましくは5～35ppmwであり、さらに、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストの含有割合が20～140ppmw、特に好ましくは30～120ppmwであることが好ましい。

【0050】

本発明の他の好ましい多結晶シリコン破砕物は、その90重量%以上が20～90mmの粒子サイズを有し、粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉の含有割合が0.5～25ppmw、特に好ましくは3～20ppmwであり、さらに、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストの含有割合が5～50ppmw、特に好ましくは10～40ppmwであることが好ましい。

40

【0051】

また、本発明の好ましい多結晶シリコン破砕物は、表面酸化層の金属汚染が低減されている。すなわち、金属による表面汚染が、0.5～50ppbw、さらに好ましくは2～40ppbwである。上述したように、多結晶シリコンから多結晶シリコン粉、さらにはシリコンダストを除去することで、表面金属汚染も低減される。特に、粒子サイズ500μm未満のシリコンダストには装置由来の金属が付着しやすいため、これを低減することで、表面金属汚染も大きく低減される。しかし、湿式化学処理を施して低減できる程に低い値とすることは通常困難である。太陽光パネルの製造など、多結晶シリコンの用途によ

50

っては、表面金属汚染が許容量以下であれば、過度に純度を高めずに、コストの低下を優先する場合がある。このため、表面金属汚染の下限値は、前記範囲であれば、こうした用途に有用に使用できる。

【0052】

本発明の多結晶シリコンの表面汚染の金属は、好ましくはNa、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、CoおよびWからなる群を包含する。表面金属汚染は後述する実施例に記載の方法によって測定する。

【0053】

また、シーメンス法による多結晶シリコンでは、ホウ素、リン、炭素及び全ての金属のバルク不純物は、極めて低い濃度に抑制される。ここでバルク不純物は、表面金属汚染とは異なり、ロッドやシリコン塊、シリコン破砕物の内部に、製造条件に依存して不可避免的に含まれる不純物を意味する。

【0054】

ここで、多結晶シリコン破砕物の金属による表面汚染は、破砕物の90重量%以上が2～90mmの粒子サイズを有する場合は、前記0.5～50ppbw、特に好適には2～40ppbwであるのが好ましい。また、破砕物の90重量%以上が4～60mmの粒子サイズを有する場合は、2～30ppbw、特に好適には3～15ppbwであるのが好ましい。また、破砕物の90重量%以上が2～40mmの粒子サイズを有する場合は、10～50ppbw、特に好適には15～30ppbwであるのが好ましい。また、破砕物の90重量%以上が20～90mmの粒子サイズを有する場合は、1～10ppbw、特に好適には2～8ppbwであるのが好ましい。

【0055】

本発明の多結晶シリコン破砕物は、必要に応じ、粒子サイズに基づいて選別してもよく、また選別機や分級装置を用いて所望の粒子サイズ、粒度分布を達成してもよい。さらに、多結晶シリコン破砕物には、任意的な処理として、磁力やエアブローを用いた不純物除去処理を施してもよい。

【0056】

他方、酸を用いた湿式化学洗浄を施すことなく、前記多結晶シリコン粉の含有量や、さらには好適とするシリコンダストの含有量を達成しているのが、コスト的な面から好ましい。湿式化学洗浄を施さない場合、多結晶シリコン破砕物の表面金属汚染は前記下限値程度を超えて低減させ難くなるが、太陽光パネルの製造などの用途には良好に使用できる。

【0057】

本発明の多結晶シリコン破砕物を得る方法は、特に限定はされないが、以下に説明するような多結晶シリコン塊破砕装置を用いる方法により実施するのが好ましい。すなわち、原料投入口から投入された原料多結晶シリコン塊を、外力負荷部材の可動により機械的に破砕して、粒子サイズ500～1000μmの多結晶シリコン粉を含む多結晶シリコン破砕物を生成し、これを排出口から出す破砕部と、

前記破砕部の下方に続いており、前記排出口から出た前記多結晶シリコン破砕物を重力に従って落下移動させる落下移動部と、

前記落下移動部の下方に位置し、前記落下移動部を落下移動した後の前記多結晶シリコン破砕物を受けとめる受け部と、を有し、

前記落下移動部は、前記多結晶シリコン破砕物に含まれる前記多結晶シリコン粉の少なくとも一部を、前記落下移動方向とは異なる方向に吸引して除去する吸引除去部を、有することを特徴とする多結晶シリコン塊破砕装置を用いる方法である。

【0058】

この多結晶シリコン塊破砕装置において、上記破砕部は、上方の投入口から投入された原料多結晶シリコン塊を、可動する可動歯と固定された固定歯とを有する前記外力負荷部材により、前記可動歯と前記固定歯の間に挟んで破砕して、生成した破砕物を下方の排出口から出す構造をした、所謂、ジョークラッシャーと呼ばれる破砕装置の破砕部構造であるのが、破砕の効率性が高く好ましい。この他、多結晶シリコン塊破砕装置の破砕部は、

原料多結晶シリコン塊を、前記外力負荷部材である、互いに逆方向に回転する２本のロール間を通して破壊する構造である、所謂、ロールクラッシャーと呼ばれる破碎装置の破碎部構造や、さらに、原料多結晶シリコン塊を、前記外力負荷部材である、揺動するハンマーの頭部で打撃して破壊する構造である、所謂、ハンマークラッシャーと呼ばれる破碎装置の破碎部構造等であっても良い。

【００５９】

以下、本発明の多結晶シリコン破碎物を得るのに使用される多結晶シリコン塊破碎装置について、上記破碎部が、前記ジョークラッシャーの破碎部構造である場合を例に説明する。図１は、こうした構造のジョークラッシャー１０の外観図であり、図２は、ジョークラッシャー１０の内部構造を示す模式断面図である。図２に示すように、ジョークラッシャー１０は、原料多結晶シリコン塊８３を破碎する破碎部３０と、破碎部３０で製造された多結晶シリコン破碎物９３が落下移動する落下移動部３２と、落下移動部３２を落下移動した後の多結晶シリコン破碎物８５を受けとめる受け部３４とを有する。

10

【００６０】

破碎部３０では、破碎部３０上方の投入口３０ａから破碎部３０に投入された原料多結晶シリコン塊８３を、可動する可動歯２４と固定された固定歯１４との間に挟んで破碎して、落下移動部３２を通過する前の多結晶シリコン破碎物９３を生成する。この多結晶シリコン破碎物９３には、多結晶シリコン粉９１ａとシリコンダスト９１ｂが、後述する多結晶シリコン破碎物８５より多く含有されている。

【００６１】

固定歯１４は、フロントフレーム１２に固定されている。これに対して、可動歯２４は、ジョークラッシャー１０中央部に設けられたスイングジョー２２に固定されている。可動歯２４が固定されたスイングジョー２２の上部は、偏心軸２０に取り付けられており、スイングジョー２２及びこれに固定された可動歯２４は、偏心軸２０の偏心回転に併せて揺動する。偏心軸２０の両側（図２の紙面奥行き方向の両側）は、偏心していない回転軸（不図示）を介して駆動用プーリ６０に接続されている。駆動用プーリ６０は、不図示の駆動用電動モータからの駆動力を受けて回転する。揺動するスイングジョー２２及び可動歯２４は両側から軸受けにて支持する。

20

【００６２】

スイングジョー２２の下部先端部には、トグルプレート５０及びテンションロッド５４が接続されている。トグルプレート５０は、スイングジョー２２の先端下部とリアフレームに固定されたプレート受け５２とを、相対移動可能に接続している。テンションロッド５４には、スイングジョー２２の下部先端部を、固定歯１４に対して遠ざかる方向に付勢するテンションスプリング５６が取り付けられている。

30

【００６３】

破碎部３０で生成された多結晶シリコン破碎物９３は、破碎部３０下方の排出口３０ｂから排出される。落下移動部３２は、排出口３０ｂの下方に続いており、排出口３０ｂから出た多結晶シリコン破碎物９３は、落下移動部３２内を、重力に従って落下移動する。本実施形態では、落下移動部３２は、排出口３０ｂを覆う排出口カバー２８で構成される。落下移動部３２は、多結晶シリコン破碎物９３の落下移動経路の途中に位置する吸引除去部４０を有する。吸引除去部４０の吸引方向は、多結晶シリコン破碎物９３の落下移動方向とは異なる方向である。吸引除去部４０の吸引方向は特に限定されないが、図２に示すように、落下方向が略鉛直方向であって、吸引除去部４０の吸引方向が、矢印９２で示すように略水平方向であることが好ましい。

40

【００６４】

吸引除去部４０は、多結晶シリコン破碎物９３に含まれる多結晶シリコン粉９１ａおよびシリコンダスト９１ｂの少なくとも一部を、残りの多結晶シリコン破碎物９３の落下方向とは異なる方向に吸引して除去する。これにより、多結晶シリコン破碎物９３に含まれる多結晶シリコン粉９１ａおよびシリコンダスト９１ｂが減少し、多結晶シリコン破碎物９３に含まれる微細な粒子および不純物の量を低減できる。さらに、重要な点は、この吸

50

引除去部 40 からの吸引により、シリコンダスト 91b だけでなく、多結晶シリコン破砕物 93 が落下し積み重なった後では除去し難い多結晶シリコン粉 91a も高度に除去できることである。特に、破砕直後に落下中の多結晶シリコン破砕物 93 においては、多結晶シリコン破砕物 93 の表面酸化膜がほとんど形成されていないため、他の多結晶シリコン破砕物 93 とシリコンダスト 91b や多結晶シリコン粉 91a とが結合していないか、又は他の多結晶シリコン破砕物 93 とこれらとの結合力は非常に小さいと考えられ、これによりその除去性が高まるものと推定される。そのため、吸引除去部 40 は、破砕直後に落下中の多結晶シリコン破砕物 93 を吸引することにより、シリコンダスト 91b はもちろん、多結晶シリコン粉 91a も効果的に除去し、落下移動部 32 を通過した後の多結晶シリコン破砕物 85 に含まれる不純物量を低減できる。

10

【0065】

上記吸引除去部 40 からの吸引効果を良好に発揮させるためには、落下移動部 32 を落下する多結晶シリコン破砕物 93 の落下密度が適度であり、さらに、この落下密度で落下する多結晶シリコン破砕物 93 にかかる吸引力が十分な強さであることが求められる。この観点から、落下移動部 32 に対する、多結晶シリコン破砕物 93 の供給量は、落下移動部 32 の単位断面積 (cm^2) 当たり $20 \sim 160 \text{ g/分}$ であるのが好ましく、 $30 \sim 130 \text{ g/分}$ であるのがより好ましい。さらに、吸引除去部 40 の口径は、その断面積が落下移動部 32 における該吸引除去部 40 が設けられた部分の断面積の $2 \sim 40 \%$ であるのが好ましく、 $3 \sim 30 \%$ であるのがより好ましく、この口径の吸引除去部 40 から $1 \sim 20 \text{ m}^3/\text{分}$ 、より好適には、 $2 \sim 15 \text{ m}^3/\text{分}$ の吸引量で吸気するのが好ましい。

20

【0066】

また、落下移動部 32 は、 $20 \sim 80 \text{ cm}$ の長さ、より好適には $30 \sim 70 \text{ cm}$ の長さで設けるのが好ましい。なお、吸引除去部 40 は、落下移動部 32 の周方向および長さ方向に 2 箇所以上に設けても良い。

【0067】

吸引除去部 40 は、吸引力を発生又は伝達し、多結晶シリコン粉 91a を吸引可能なものであれば特に限定されず、例えば不図示の負圧形成ポンプに接続された吸引管等を、吸引除去部 40 として採用できる。

【0068】

落下移動部 32 を落下移動した後の多結晶シリコン破砕物 85 は、落下移動部 32 の下方に位置する受け部 34 によって受けとめられる。受け部 34 は、図 2 に示すように、多結晶シリコン破砕物 85 を搬送可能なベルトコンベアで構成されていても良いが、多結晶シリコン破砕物 85 を収納する収納箱等であっても構わない。

30

【0069】

以上により、粒子サイズ $500 \sim 1000 \mu\text{m}$ の多結晶シリコン粉の含有割合が $0.1 \sim 40 \text{ ppmw}$ である、本発明の多結晶シリコン破砕物 85 が製造できる。後述するように、受け部 34 に受けとめられた多結晶シリコン破砕物 85 は、分級工程等に搬送される。

【0070】

また、図 1 及び図 2 に示すように、ジョークラッシャー 10 は、可動歯 24 の可動に伴い摺動する摺動部から生じる摺動塵埃を吸引する摺動塵埃吸引部 42、44、46 を有するのが好ましい。摺動塵埃吸引部 42 は、中央カバー 26 に接続された吸引管によって構成されている。中央カバー 26 は、ジョークラッシャー 10 の中央上部に設けられており、スイングジョー 22、偏心軸 20 及び回転軸等を覆っており、摺動塵埃吸引部 42 は、スイングジョー 22、偏心軸 20 及び回転軸から発生する摺動塵埃を吸引する。

40

【0071】

摺動塵埃吸引部 44 は、駆動用プーリ 60 を覆うサイドカバー 62 に接続された吸引管によって構成されており、駆動用プーリ 60 から発生する摺動塵埃を吸引する。また、摺動塵埃吸引部 46 は、トグルプレート 50 及びテンションロッド 54 等を覆うリアカバー 58 に接続された吸引管によって構成されており、トグルプレート 50 及びテンションロ

50

ッド54、又はこれらとスイングジョー22及びリアフレーム等の接続部分から発生する摺動塵埃を吸引する。

【0072】

このような摺動塵埃吸引部42、44、46を備えるジョークラッシャー10は、生成される多結晶シリコン破砕物85に含まれる不純物量を低減することが可能であり、特に摺動塵埃に含まれる金属による多結晶シリコン破砕物93、85の表面汚染を効果的に防止できる。また、吸引除去部40がジョークラッシャー10内部で発生した摺動塵埃を吸引することにより、摺動塵埃と多結晶シリコン破砕物93、85との接触機会が増加する問題を防止できる。

摺動塵埃吸引部42、44、46からの摺動塵埃の吸引効果を十分に高めるためには、摺動塵埃吸引部42については、 $1 \sim 15 \text{ m}^3 / \text{分}$ 、より好適には、 $1 \sim 10 \text{ m}^3 / \text{分}$ の吸引量で吸気するのが好ましい。また、摺動塵埃吸引部44については、 $0.5 \sim 5 \text{ m}^3 / \text{分}$ 、より好適には、 $1 \sim 3 \text{ m}^3 / \text{分}$ の吸引量で吸気するのが好ましい。また、摺動塵埃吸引部46については、 $1 \sim 20 \text{ m}^3 / \text{分}$ 、より好適には、 $2 \sim 15 \text{ m}^3 / \text{分}$ の吸引量で吸気するのが好ましい。さらに、投入口吸引部48については、 $0.5 \sim 5 \text{ m}^3 / \text{分}$ 、より好適には、 $1 \sim 3 \text{ m}^3 / \text{分}$ の吸引量で吸気するのが好ましい。

【0073】

さらに、ジョークラッシャー10は、投入口30aを覆う投入口カバー16に接続された吸引管によって構成されており、破砕部30での破砕時に舞い上がる粉塵等を吸引する投入口吸引部48を有している。なお、上述した吸引除去部40、摺動塵埃吸引部42、44、46及び投入口吸引部48の一部又は全部は、共通の負圧形成ポンプに接続されていてもよく、異なる負圧形成ポンプに接続されていてもよい。

【0074】

上記ジョークラッシャー10に供給する原料多結晶シリコン塊83は、シーメンス法等で製造された多結晶シリコンロッドを、硬質金属のハンマー等を用いてジョークラッシャー10に投入可能な大きさまで粗割りして製造すれば良い。その大きさはジョークラッシャー10に投入可能なサイズまで粗割りを行えばよく、特に限定されないが、長径が $10 \sim 30 \text{ cm}$ 程度、より好適には、 $15 \sim 25 \text{ cm}$ 程度であるのが好ましい。

【0075】

前記の如くに本発明の多結晶シリコン塊破砕装置により製造された多結晶シリコン破砕物は、次いで、分級工程、エアブロー工程としての清浄化工程等に送られ処理されるのが好ましい。これら次工程への多結晶シリコン破砕物の搬送は、搬送用ベルトコンベヤ等により行われる。分級工程では、多結晶シリコン破砕物は、所望の粒子サイズに分級される。分級工程で用いられる分級装置は、特に限定されないが、例えば振動篩別機やローラー式分級機等が用いられる。

【0076】

所望の粒子サイズに分級された多結晶シリコン破砕物は、搬送用ベルトコンベヤへの載置や搬送、さらには分級工程での各種分級機への投入、分級処理を受ける過程で、破砕物同士が衝突し合い、粒径の大きめの多結晶シリコン粉が生じるほどではないが、微細なシリコンダストについては若干量が再び生成する。従って、このシリコンダストの清浄化（除去）処理するのが好ましい。この清浄化工程では、多結晶シリコン破砕物にエアブローして含有されるシリコンダストを吹き飛ばすのが好ましい。具体的には、多結晶シリコン破砕物をベルトコンベアで搬送しつつ、上方若しくはベルトコンベアが網目状である場合は下方に設けた吹飛用気流噴射器を用いて、ベルトコンベア上の多結晶シリコン破砕物にエアーを吹き付けることにより、多結晶シリコン破砕物に含有されるシリコンダストを除去し、清浄化を行う。なお、こうしてベルトコンベア上に密集または積み重なった多結晶シリコン破砕物に対するエアブローでは、各破砕物に付着して含有される、粒径の大きめの多結晶シリコン粉を効果的に除去することが困難であることは前述のとおりである。

【0077】

エアブロー処理において、吹飛用気流噴射器から噴射される気流は、噴射口単位面積（

10

20

30

40

50

mm²) 当たりの8~82 L/分の噴出量であるのが好ましく、16~60 L/分であるのがより好ましい。噴射される気流の温度は、20~25℃であるのが一般的である。多結晶シリコン破碎物を載置するベルトコンベアの走行速度は、1~15 m/分であるのが好ましく、2~9 m/分であるのがより好ましい。

【実施例】

【0078】

以下、本発明を、さらに詳細な実施例に基づき説明するが、本発明は、これら実施例に限定されない。

【0079】

(実施例1)

シーメンス法により得たシリコンロッドを炭化タングステン製のハンマーにより砕いて、原料多結晶シリコン塊を得た。

図示する多結晶シリコン塊破碎装置としてのジョークラッシャー10の投入口に原料多結晶シリコン塊を投入し、多結晶シリコン破碎物の90質量%以上が4~60 mmの粒子サイズとなるように破碎した。図示した構成の装置において、吸引の有無により、下記の4態様での試験を行った。

【0080】

A：吸引なし（比較例）

B：落下移動部の吸引のみ行った。

C：落下移動部およびトグルプレート周りの摺動部の吸引を行った。

D：落下移動部、トグルプレート周りおよび偏心回転軸周りの摺動部、およびプーリーカバー部の吸引を行った。

なお、多結晶シリコン塊破碎装置10は、可動歯24と固定歯14の材質は炭化タングステンであり、落下移動部32は、50 cmの長さであった。多結晶シリコン塊破碎装置10の運転に際して、落下移動部32に対する、多結晶シリコン破碎物93の供給量は落下移動部32の単位断面積 (cm²) 当たり80 g/分であった。また、吸引除去部40の口径は、その断面積が落下移動部32における該吸引除去部40が設けられた部分の断面積の15%であり、吸引除去部40から5 m³/分の吸引量で吸気して破碎を実施した。

他方、摺動塵埃吸引部42については3 m³/分の吸引量で吸気し、摺動塵埃吸引部44については2 m³/分の吸引量で吸気し、摺動塵埃吸引部46については5 m³/分の吸引量で吸気した。投入口吸引部48については1 m³/分の吸引量で吸気した。

【0081】

得られた多結晶シリコン破碎物について、粒子サイズ500~1000 μmの多結晶シリコン粉の含有量、および500 μm未満のシリコンダスト量を測定した。また、表面金属汚染について、Na、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、CoおよびWの含有量を測定した。結果を表1に示す。

なお、多結晶シリコン粉の量、シリコンダスト量、および表面金属汚染は以下のように測定した。

【0082】

(1) 多結晶シリコン粉、およびシリコンダストの各含有量

約1 kgの多結晶シリコン破碎物を2 Lビーカーに入れ、該多結晶シリコン破碎物が完全に浸かるように超純水1 Lを入れた。ビーカーを左右にゆっくり揺らし、多結晶シリコン破碎物の表面が完全に超純水と接触し、表面上の微粉を超純水中に浮遊させた。得られた微粉の浮遊液を1000 μmメッシュフィルターに通液した後に、500 μmメッシュフィルターに通液し、その後、1 μmメッシュの濾紙にて微粉を捕集した。

捕集された500 μmメッシュフィルター、および1 μmメッシュの濾紙は110℃の乾燥庫にて12時間以上乾燥させ、500 μmメッシュフィルターから回収された微粉の質量、および微粉の捕集前後の濾紙質量差にて500 μm未満の微粉の質量を算出し、本

10

20

30

40

50

分析にて使用された多結晶シリコンの質量を用いて多結晶シリコン粉およびシリコンダスト含有量を算出した。

この操作を再度実施し、新たに算出された多結晶シリコン粉およびシリコンダストの各含有量をそれぞれ、先に算出した値に加算し、さらに、該操作を、この加算による各々の増加量が、各加算前の含有量に対して５％以内に小さくなる一定値に達するまで繰り返し、これを最終値として多結晶シリコン粉の含有量およびシリコンダストの含有量を確定した。

【００８３】

(２) 表面金属汚染

表面金属汚染は、多結晶シリコン破砕物の表面酸化層をフッ硝酸混合溶液により分解除去し、サンプル中の各金属元素を誘導結合プラズマ質量分析（ＩＣＰ－ＭＳ）にて分析し、定量した。

【００８４】

【表１】

表1

破砕物の粒子サイズ	吸引の態様	多結晶シリコン粉量	シリコンダスト量	表面金属汚染								
		ppmw	ppmw	Na	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn	Co	W	計
				ppbw								
90重量%以上が 4mm～60mm	A(比較例)	52	90	0.2	0.3	1	0.5	0.1	1	4.5	31	38.6
	B	15	31	0.2	0.3	1	0.1	0.1	1.1	4.7	10.6	18.1
	C	10	28	0.1	0.1	0.7	0.2	0.1	0.6	1.5	5.1	8.4
	D	12	34	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.8	4.7	6.2

(実施例２)

実施例１において、多結晶シリコン塊破砕装置１０による原料多結晶シリコン塊の破砕を、多結晶シリコン破砕物の粒子サイズが、９０質量%以上が２～４０mmとなるように破砕する以外、実施例１と同様に実施した。その結果を表２に示した。

【表２】

表2

破砕物の粒子サイズ	吸引の態様	多結晶シリコン粉量	シリコンダスト量	表面金属汚染								
		ppmw	ppmw	Na	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn	Co	W	計
				ppbw								
90重量%以上が 2mm～40mm	A(比較例)	60	145	2.7	0.7	4.2	1.7	0.7	2.2	10.8	38	61
	B	28	98	0.7	0.5	3.3	1.1	0.6	1.6	8.3	20	36.1
	C	23	88	0.4	0.2	3.2	0.8	0.1	0.6	2.6	16.6	24.5
	D	25	83	0.4	0.3	0.9	0.5	0.1	0.7	2.5	15.8	21.2

(実施例３)

実施例１において、多結晶シリコン塊破砕装置１０による原料多結晶シリコン塊の破砕を、多結晶シリコン破砕物の粒子サイズが、９０質量%以上が２０～９０mmとなるように破砕する以外、実施例１と同様に実施した。その結果を表３に示した。

【表３】

表3

破砕物の粒子サイズ	吸引の態様	多結晶シリコン粉量	シリコンダスト量	表面金属汚染								
		ppmw	ppmw	Na	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn	Co	W	計
				ppbw								
90重量%以上が 20mm～90mm	A(比較例)	42	74	0.1	0.1	0.7	0.3	0.1	0.5	3	7.6	12.4
	B	7	19	0.1	0.1	0.6	0.2	0.1	0.5	1.1	5.8	8.5
	C	12	28	0.1	0.1	0.5	0.1	0.1	0.3	0.5	4.4	6.1
	D	10	27	0.1	0.1	0.3	0.1	0.1	0.2	0.4	2.6	3.9

【符号の説明】

【００８５】

１０…ジョークラッシャー（多結晶シリコン塊破砕装置）

１４…固定歯

２４…可動歯

３０…破砕部

３０a…投入口

３０b…排出口

３２…落下移動部

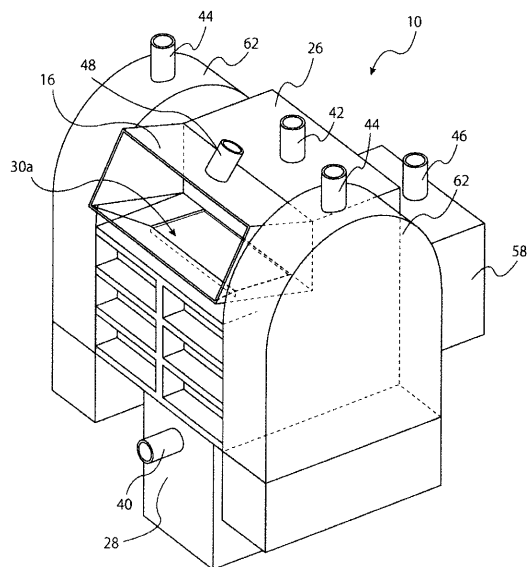
３４…受け部

40 …吸引除去部

42、44、46 …摺動塵埃吸引部

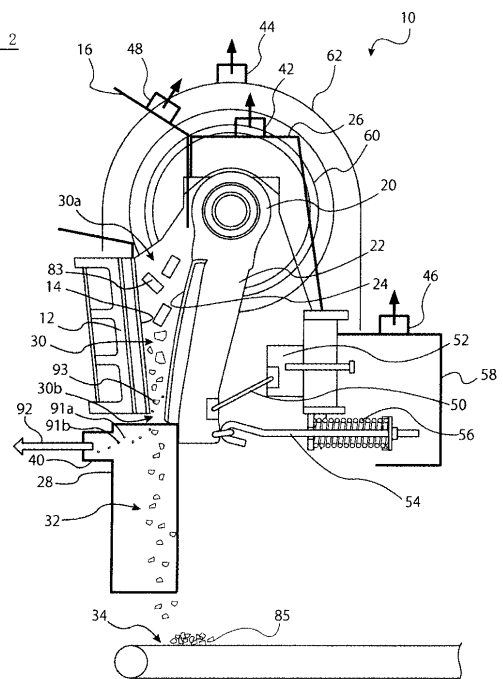
【図 1】

図 1



【図 2】

図 2



フロントページの続き

- (72)発明者 三戸 美文
山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
(72)発明者 義松 信昭
山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内

審査官 廣野 知子

- (56)参考文献 特開2012-162453 (JP, A)
特表2008-503423 (JP, A)
特開2012-46412 (JP, A)
特開2009-184922 (JP, A)
特開2006-192423 (JP, A)
特開平6-144822 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C01B 33/00-33/193
B02C1/00-7/18
B02C15/00-17/24