

(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
2016年6月30日(30.06.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/103608 A1

- (51) 国際特許分類:
C01B 33/02 (2006.01) *C30B 29/06* (2006.01)
C01B 33/035 (2006.01) *G01N 23/20* (2006.01)
C30B 13/30 (2006.01) *G01N 23/207* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/006142
- (22) 国際出願日: 2015年12月9日(09.12.2015)
- (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 2014-263296 2014年12月25日(25.12.2014) JP
- (71) 出願人: 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 宮尾 秀一 (MIYAO, Shuichi); 〒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). 津 茂義 (NETSU, Shigeyoshi); 〒9428601 新潟県上越市頸城区西福島28-1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内 Niigata (JP). 岡田 淳一 (OKADA, Junichi); 〒9428601 新潟県上越市頸城区

西福島28-1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内 Niigata (JP).

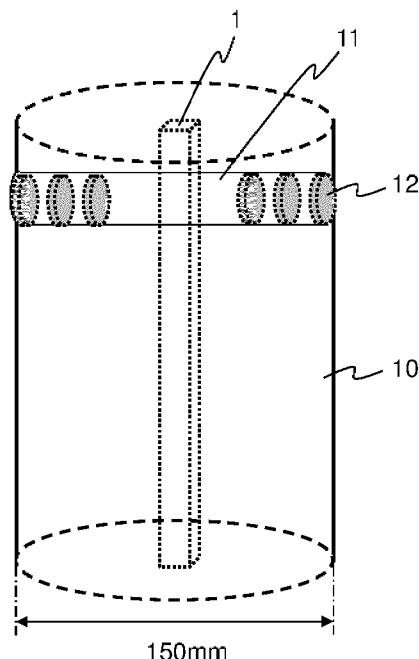
- (74) 代理人: 大野 聖二, 外 (OHNO, Seiji et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内1丁目6番5号丸の内北口ビル21階 大野総合法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[続葉有]

(54) Title: POLYCRYSTALLINE SILICON ROD, POLYCRYSTALLINE SILICON ROD PROCESSING METHOD, POLYCRYSTALLINE SILICON ROD CRYSTAL EVALUATION METHOD, AND FZ MONOCRYSTALLINE SILICON PRODUCTION METHOD

(54) 発明の名称: 多結晶シリコン棒、多結晶シリコン棒の加工方法、多結晶シリコン棒の結晶評価方法、および、FZ単結晶シリコンの製造方法

【図1】



(57) Abstract: During crystal evaluation of a polycrystalline silicon rod used as a starting material for monocrystalline silicon production by the FZ method, a new evaluation value (characteristic value $\times$ crystal amount) that includes the amount of crystal growth in the growth direction (the radial direction) is defined to evaluate uniformity of a crystal characteristic in the growth direction (the radial direction). Specifically, multiple plate-shape samples that have as the primary surface a cross-section orthogonal to the radial direction of a polycrystalline silicon rod grown by the Siemens process are extracted at regular intervals in the radial direction, crystal characteristic values of said plate-shape samples are obtained by measurement, and the uniformity of the polycrystalline silicon rod is evaluated on the basis of the evaluation values obtained by multiplying the crystal characteristic values and the crystal amounts (relative crystal amounts) at the sites where the plate-shaped samples were sampled.

(57) 要約: FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の結晶評価に際し、成長方向(径方向)の結晶成長量を包含する新たな評価値(特性値 $\times$ 結晶量)を定義して、成長方向(径方向)の結晶特性の均一性評価を行う。具体的には、シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の結晶量(相対結晶量)を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する。



MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:

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

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

— 補正された請求の範囲 (条約第 19 条(1))

明 細 書

発明の名称：

多結晶シリコン棒、多結晶シリコン棒の加工方法、多結晶シリコン棒の結晶評価方法、および、F Z単結晶シリコンの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、多結晶シリコン棒の製造技術に関し、より詳細には、F Z法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒の製造技術に関する。

背景技術

[0002] 半導体デバイス等の製造に不可欠な単結晶シリコンは、C Z法やF Z法により結晶育成され、その際の原料として多結晶シリコン塊や多結晶シリコン棒が用いられる。このような多結晶シリコン材料は多くの場合、シーメンス法により製造される（特許文献1（特公昭37-18861号公報）等参照）。シーメンス法とは、トリクロロシランやモノシラン等のシラン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）法により気相成長（析出）させる方法である。

[0003] 例えば、C Z法で単結晶シリコンを結晶育成する際には、石英ルツボ内に多結晶シリコン塊をチャージし、これを加熱溶融させたシリコン融液に種結晶を浸漬させて転位線を消滅させ、無転位化させた後に所定の直径となるまで徐々に径拡大させて、一定の速度で結晶の引上げが行われる。この時、シリコン融液中に未溶融の多結晶シリコンが残存していると、この未溶融多結晶片が対流により固液界面近傍を漂い、転位発生を誘発して結晶線を消失させてしまう原因となる。

[0004] 特許文献2（特開2014-001096号公報）には、単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコンを高い定量性と再現性で選別し、単結晶シリコンの安定的製造に寄与する技術を提供することを目的とした、多

結晶シリコンの結晶配向度をX線回折法により評価する方法が開示されている。

[0005] 特許文献2には、従来の目視観察では結晶粒が確認されない多結晶シリコンであっても、これを原料として単結晶シリコンを製造すると転位発生の誘発に起因する結晶線消失を生じる場合があるとの問題に鑑み、新たな手法として、多結晶シリコンの結晶配向度をX線回折法により評価するにあたり、採取した円板状試料をミラー指数面 $\langle h k l \rangle$ からのブラッグ反射が検出される位置に配置し、スリットにより定められるX線照射領域が円板状試料の主面上を ϕ スキャンするように円板状試料の中心を回転中心として回転角度 ϕ で面内回転させ、ミラー指数面 $\langle h k l \rangle$ からのブラッグ反射強度の円板状試料の回転角度(ϕ)依存性を示すチャートを求め、該チャートからベースラインを求め、該ベースラインの回折強度値を結晶配向度の評価指標として用いる方法が提案されている。

[0006] そして、当該手法による評価結果に基づいて選択された多結晶シリコン棒乃至多結晶シリコン塊を用いて単結晶シリコンの育成を行うと、結晶線消失の発生が高い確率で防止できるとされている。

[0007] 特に、上述のシリコン棒AやBのように、ミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ についての複数のベースライン回折強度値の最大値を最小値で除した値が1.5以下で、ミラー指数面 $\langle 220 \rangle$ についての複数のベースライン回折強度値の最大値を最小値で除した値も1.9以下であり、且つ、何れの板状試料についても除算値($| \langle 111 \rangle / | \langle 220 \rangle$)が2.5未満である多結晶シリコン棒は、単結晶シリコン育成用の原料として好適であるとの報告がある。

[0008] 特許文献3(特開2013-217653号公報)にも、単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコンを高い定量性と再現性で選別し、単結晶シリコンの安定的製造に寄与する技術を提供することを目的とした、多結晶シリコンの結晶配向度をX線回折法により評価する方法が開示されている。

[0009] 具体的には、多結晶シリコン棒から採取された円板状試料について評価を

行うとφスキャン・チャート中にピークが現れることがあり、このようなピークの本数が少ないほど、また、その半値幅が狭いほど、単結晶シリコン製造用の原料として好適である旨が記載されており、φスキャン・チャートに現れるピークの本数は、ミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ および $\langle 220 \rangle$ の何れについても、円板状試料の単位面積当たりの換算で24本/cm²以下であることが好ましいこと、また、円板状試料の半径を R_0 としたときに、ピーク半値幅に $\delta L = 2^{1/2} \pi R_0 / 360$ を乗じて得られる値を不均質結晶粒径と定義付け、該不均質結晶粒径が何れも0.5mm未満のものを単結晶シリコン製造用原料として選択することが好ましいとの報告がなされている。

[0010] 特許文献4（特開2014-031297号公報）にも、単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコンを高い定量性と再現性で選別し、単結晶シリコンの安定的製造に寄与する技術を提供することを目的とした、単結晶シリコン製造用原料として用いる多結晶シリコン棒を選択するための方法が開示されている。

[0011] 具体的には、多結晶シリコン棒から採取された板状試料の主面に電子線を照射して得られる電子後方散乱回折像を解析し、粒径が0.5μm以上の結晶粒が検出されない領域の総和面積が、電子線照射された面積全体の10%以下であること（条件1）、および、粒径が0.5μm以上で3μm未満の範囲にある結晶粒の個数が、検出された結晶粒の全体の45%以上であること（条件2）、を同時に満足する多結晶シリコン棒を単結晶シリコン製造用原料として選択する。係る多結晶シリコン棒を用いて単結晶シリコンの育成を行うと結晶線の消失が生じないため、単結晶シリコンの安定的製造が可能となるとの報告がなされている。

[0012] 特許文献5（特開2014-034506号公報）にも、単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコンを高い定量性と再現性で選別し、単結晶シリコンの安定的製造に寄与する技術を提供することを目的とした、単結晶シリコン製造用原料として用いる多結晶シリコン棒を選択するための方法が開示されている。

- [0013] 具体的には、化学成長法による析出で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を採取して、この板状試料の熱拡散率 α (T) を測定し、標準試料の熱拡散率 α_R (T) と比較して、熱拡散率の比 (α (T) / α_R (T)) に基づいて単結晶シリコン製造用の原料として好適な多結晶シリコン棒を選択する方法である。このようにして選択された多結晶シリコン棒を用いて単結晶シリコンの育成を行うと、結晶線の消失が生じないため、単結晶シリコンの安定的製造が可能となるとの報告がなされている。
- [0014] これらの文献に開示の方法は、何れも、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）における特性値やその分布を評価するというものであるが、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）における回転対称性や、延伸方向（軸方向）における結晶の均一性等については評価の対象とされていない。
- [0015] FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒においては、その成長方向（径方向）の諸特性の分布状態と同様に、延伸方向（軸方向）における諸特性の分布状態は重要なファクターである。ここで、結晶の特性とは、例えば、結晶生成量、結晶配向性、結晶粒径、結晶粒径、熱拡散率、熱伝導度などである。
- [0016] これは、FZ法（帯域浮遊熔融法）により単結晶シリコンを製造する際には、多結晶シリコン棒を回転させながらゾーニングを行うためであるが、これまでは、延伸方向（軸方向）における結晶特性の均一性等については評価の対象とされてこなかった。

先行技術文献

特許文献

- [0017] 特許文献1：特公昭37-18861号公報
特許文献2：特開2014-001096号公報
特許文献3：特開2013-217653号公報
特許文献4：特開2014-031297号公報
特許文献5：特開2014-034506号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0018] しかし、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒を得るためには、多結晶シリコン棒の全体としての「結晶特性の均一性」を高めること、すなわち、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）における結晶特性均一性だけではなく、延伸方向（軸方向）における結晶特性均一性も高める必要がある。
- [0019] 加えて、「結晶特性の均一性」だけではなく、多結晶シリコン棒の「形状均一性」も重要である。これは、多結晶シリコン棒の延伸方向（軸方向）における「形状均一性」が低いと、熱が均一に伝熱しないために、無転位状態にあることを示す晶癖線が消失する（有転位化する）ことがあるためである。
- [0020] 本発明は、このような事情に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、形状均一性および結晶特性均一性に優れた、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒を得るための技術を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0021] 上記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棒は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、前記多結晶シリコン棒は全長が500mm以上であり、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3mm以下である。
- [0022] 例えば、前記多結晶シリコン棒の平均直径は300mm以下である。
- [0023] 本発明に係る第2の態様の多結晶シリコン棒は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、前記多結晶シリコン棒は全長が500mm以上であり、前記多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6mm以下である。

[0024] 例えば、前記多結晶シリコン棒の平均直径は300mm以下である。

[0025] 本発明に係る第1の態様の多結晶シリコン棒の加工方法は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500mm以上の多結晶シリコン棒であり、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する。

[0026] 本発明に係る第2の態様の多結晶シリコン棒の加工方法は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500mm以上の多結晶シリコン棒であり、該多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する。

[0027] 本発明に係る多結晶シリコン棒の結晶評価方法は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の結晶評価方法であって、シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の相対結晶量を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する。

[0028] ある態様では、前記多結晶シリコン棒の中心軸と対象位置にある部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値AおよびBから下式により回転対称性を算出し、該回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であるか否かを評価するステップを備えている。

$$100 - (|A - B| / ((A + B) / 2)) \times 100$$

[0029] また、ある態様では、前記多結晶シリコン棒の中心軸からの径方向の距離が等しく、且つ、前記多結晶シリコン棒を円筒近似した場合の同一母線上に

位置する部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値CおよびDから下式により回転対称性差異を算出し、該回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下であるか否かを評価するステップを備えている。

$$(|C - D| / (C + D)) / 2 \times 100$$

[0030] 上述の多結晶シリコン棒の結晶評価方法において、前記結晶特性は、例えば、結晶生成量、結晶配向性、結晶粒径、熱拡散率、熱伝導度の何れかである。

[0031] 本発明に係るFZ単結晶シリコンの製造方法は、多結晶シリコン棒を原料としたFZ単結晶シリコンの製造方法であって、前記多結晶シリコン棒は、1対（2本）のシリコン芯線をブリッジを介して逆U字型に組んで多結晶シリコンを析出させて得られた逆U字型の多結晶シリコン部の脚部から採取された多結晶シリコン棒であり、前記多結晶シリコン棒の一方端部側を析出炉内でのブリッジ近傍部とし、他方端部側を析出炉内での電極近傍部としたときに、帯域浮遊熔融工程を、前記多結晶シリコン棒のブリッジ近傍部より開始することを特徴とする。

発明の効果

[0032] 本発明においては、「特性値×相対結晶量」なる新たな評価値を導入し、これに基づき、「回転対称性」が40%以上のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。また、「回転対称性差異」が40%以下のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。

[0033] 本発明によれば、形状均一性および結晶特性均一性に優れた、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒を得るための技術が提供される。

図面の簡単な説明

[0034] [図1]特性値評価に供する試料の採取法の一例を説明するための図である。

[図2]ブリッジ近傍部から採取した16枚および電極近傍部から採取した16

枚（計 3 2 枚）の板状試料から得られた評価値（ $|<111>\times\Delta d^2$ および $|<220>\times\Delta d^2$ ）をグラフ化した図である。

発明を実施するための形態

[0035] 本発明者らは、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒は、多結晶シリコン棒の延伸方向（軸方向）における「形状均一性」が高いこと、また、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）における結晶特性均一性だけではなく延伸方向（軸方向）における結晶特性均一性も高いことが必要であるとの認識のもとに誠意検討した結果、本発明を成すに至った。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。

[0036] [形状均一性]

シーメンス法により得られた直後の多結晶シリコン棒の断面は、完全な真円ではなく僅かに楕円であることが多い。加えて、延伸方向（軸方向）に渡る断面形状は、多くの場合、部位ごとに異なっている。つまり、シーメンス法により育成されたままの多結晶シリコン棒は、延伸方向（軸方向）において「形状均一」ではない。

[0037] 本発明者らの検討によれば、多結晶シリコン棒の延伸方向（軸方向）における「形状均一性」が低いと、これをFZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いた場合に、無転位状態にあることを示す晶癖線が消失する（有転位化する）ことがある。これは、高周波加熱による融解、対流、固化の連続状態変化において熱の伝導が一定に行われなかったためである。

[0038] そこで、多結晶シリコン棒の断面の「真円性」がどの程度であればFZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適であるのか、さらに、多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値と最小値の差がどの程度であればFZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適であるのかについて検討を行った。なお、多結晶シリコン棒は全長が500mm以上で平均直径が300mm以下（5～12インチ径）のもので評価を行い、「好適」であることの判断は、晶癖線の

消失の有無により行った。

[0039] その結果、下記の条件を満足する多結晶シリコン棒を用いてFZ法により単結晶シリコンを製造すると、晶癖線の消失が認められないとの知見を得た。

[0040] すなわち、多結晶シリコン棒の断面の「真円性」についてみると、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下であることが条件となる。

[0041] また、多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値と最小値の差についてみると、最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6 mm以下であることが条件となる。なお、この最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 は、実際のFZプロセス時に多結晶シリコン棒を把持して回転させる際の、径方向の変動幅に相当する。

[0042] つまり、本発明に係る多結晶シリコン棒は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、前記多結晶シリコン棒は全長が500 mm以上であり、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下である。

[0043] シーメンス法により得られた直後の多結晶シリコン棒の形状が上記条件を満足しない場合には、多結晶シリコン棒の側面を円筒研削することにより成形することになる。

[0044] すなわち、本発明に係る多結晶シリコン棒の加工方法は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500 mm以上の多結晶シリコン棒であり、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する。

[0045] また、本発明に係る多結晶シリコン棒は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、前記多結晶シリコン棒は全長が500 mm以上であり、前記多結晶シリコン棒の延伸方向の中心

軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6 mm以下である。

[0046] 上述したように、シーメンス法により得られた直後の多結晶シリコン棒の形状が上記条件を満足しない場合には、多結晶シリコン棒の側面を円筒研削することにより成形することになる。

[0047] すなわち、本発明に係る多結晶シリコン棒の加工方法は、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500 mm以上の多結晶シリコン棒であり、該多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6 mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する。

[0048] [結晶特性均一性]

上述したように、特許文献2～5に開示された評価方法は何れも、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）の結晶特性値（若しくはその分布）についてのものである。しかし、多結晶シリコン棒は円柱状であり、延伸方向（軸方向）の結晶特性値（若しくはその分布）も考慮しないと、FZ操作における晶癖線の消失を抑制するためには十分ではない。

[0049] また、FZ法により単結晶シリコンを製造するに際しては、多結晶シリコン棒を把持して回転させながら熔解、帯域熔融、固化により単結晶成長を行うため、多結晶シリコン棒の成長方向（径方向）の結晶特性値（若しくはその分布）を評価するに際しても、その回転対称性を評価することが必要である。

[0050] ここで、多結晶シリコン棒は円柱状であるから、中心から成長距離 d にある多結晶量は d の2乗に比例することとなり、中心側ほど多結晶量は少なく、外側に向かうほど多結晶量は多くなる。本発明者らは、FZプロセス時の熱安定性、熱負荷、熔融内部における融液の対流に影響を与えるのは、単なる結晶特性値ではなく、この結晶特性値に寄与している多結晶量を乗じた評

価値（特性値×結晶量）であると考え、本発明を成すに至った。つまり、本発明者らは、成長方向（径方向）の結晶成長量を包含する新たな評価値（特性値×結晶量）を定義して、成長方向（径方向）の結晶特性の均一性評価を行うこととした。なお、ここで、本発明において重要な点は、試料採取位置における相対的な多結晶量であるから、上記「結晶量」は絶対値である必要はなく、「相対結晶量」であればよい。その意味で、上記「評価値」は、特性値×「相対結晶量」であってよい。

[0051] 延伸方向（軸方向）の結晶特性の均一性評価も同様であって、上記評価値（特性値×相対結晶量）により評価することとなる。

[0052] 上述の評価値（特性値×相対結晶量）とは、例えば、下記のようなものとなる。

[0053] 図1は、特性値評価に供する試料の採取法の一例を説明するための図で、この図に示した例では、シーメンス法でシリコン芯線1上への析出により育成させた直径が約150mmの多結晶シリコン棒10のブリッジ近傍部、すなわち炉内で最も高い位置にあった部位の側面側から、直径が概ね20mmで長さが概ね750mmのロッド11を、多結晶シリコン棒の軸方向と垂直にくり抜いて採取し、10mm間隔で、厚みが概ね2mmの板状試料12を、全部で16枚採取する。そして、これらの板状試料12のそれぞれにつき、ミラー指数面<111>および<220>からのブラッグ反射強度を求める。

[0054] 同様に、多結晶シリコン棒10の電極近傍部、すなわち炉内で最も低い位置にあった部位の側面側から、直径が概ね20mmで長さが概ね750mmのロッド11を、多結晶シリコン棒の軸方向と垂直にくり抜いて採取し、10mm間隔で、厚みが概ね2mmの板状試料12を、全部で16枚採取する。そして、これらの板状試料12のそれぞれにつき、ミラー指数面<111>および<220>からのブラッグ反射強度を求める。

[0055] 本発明では、これらの多結晶シリコン棒の各部位の成長方向（径方向）の対称性を、結晶特性値としての回折強度値と相対結晶量の積で評価する。こ

こで、当該評価値を算出するための「相対結晶量」は、先ず、各板状試料を採取した部位の中心からの距離 d を 2 乗して d^2 を求める。そして、近接して採取された板状試料の d^2 値の差である Δd^2 を求める。

[0056] 表 1 は、ブリッジ近傍部（炉内で最も高い位置にあった部位）から採取した計 16 枚の板状試料（SPL）の採取位置（中心からの距離： d ）、当該 d を 2 乗した値 d^2 、隣接する板状試料の d^2 値との差分 Δd^2 、測定値であるミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ および $\langle 220 \rangle$ からのブラッグ反射強度（ $I_{\langle 111 \rangle}$ および $I_{\langle 220 \rangle}$ ）、これら $I_{\langle 111 \rangle}$ および $I_{\langle 220 \rangle}$ に上記差分 Δd^2 を乗じて得られた評価値（ $I_{\langle 111 \rangle} \times \Delta d^2$ および $I_{\langle 220 \rangle} \times \Delta d^2$ ）を纏めた表である。なお、「回転対称性」の平均値は、 $\langle 111 \rangle$ につき 88% であり、 $\langle 220 \rangle$ につき 89% である。

[0057] [表1]

SPL.	中心からの距離			測定値		評価値		回転対称性	
No.	d (cm)	d^2	Δd^2	$I_{\langle 111 \rangle}$ (cps)	$I_{\langle 220 \rangle}$ (cps)	$I_{\langle 111 \rangle}$ $\times \Delta d^2$	$I_{\langle 220 \rangle}$ $\times \Delta d^2$	$\langle 111 \rangle$ (%)	$\langle 220 \rangle$ (%)
1	7	49	13	9,161	9,337	119,095	121,375	88.4	91.7
2	6	36	11	9,545	9,922	104,992	109,139	81.6	94.6
3	5	25	9	9,110	9,149	81,991	82,340	80.6	77.8
4	4	16	7	9,354	10,909	65,481	76,362	99.5	99.2
5	3	9	5	8,097	10,919	40,484	54,595	90.5	97.8
6	2	4	3	8,587	13,686	25,762	41,057	88.9	83.2
7	1	1	1	8,489	13,310	8,404	13,177	98.2	99.1
8	0.1	0	0.01	12,272	8,085	123	81	79.8	65.9
9	0.1	0	0.01	10,025	11,409	100	114		
10	1	1	1	8,335	13,189	8,252	13,057		
11	2	4	3	9,596	16,198	28,787	48,593		
12	3	9	5	8,907	10,684	44,537	53,422		
13	4	16	7	9,309	10,818	65,164	75,726		
14	5	25	9	7,500	7,324	67,501	65,913		
15	6	36	11	7,934	9,399	87,275	103,387		
16	7	49	13	8,154	8,594	105,998	111,718		

[0058] 表2は、電極近傍部（炉内で最も低い位置にあった部位）から採取した計16枚の板状試料（SPL）についての採取位置（d）、当該dを2乗した値 d^2 、隣接する板状試料の d^2 値との差分 Δd^2 、測定値であるミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ および $\langle 220 \rangle$ からのブラッグ反射強度（ $I_{\langle 111 \rangle}$ および $I_{\langle 220 \rangle}$ ）、これら $I_{\langle 111 \rangle}$ および $I_{\langle 220 \rangle}$ に上記差分 Δd^2 を乗じて得られた評価値（ $I_{\langle 111 \rangle} \times \Delta d^2$ および $I_{\langle 220 \rangle} \times \Delta d^2$ ）を纏めた表である。なお、「回転対称性」の平均値は、 $\langle 111 \rangle$ につき91%であり、 $\langle 220 \rangle$ につき84%である。

[0059] [表2]

SPL. No.	中心からの距離			測定値		評価値		回転対称性	
	d (cm)	d^2	Δd^2	$I_{\langle 111 \rangle}$ (cps)	$I_{\langle 220 \rangle}$ (cps)	$I_{\langle 111 \rangle} \times \Delta d^2$	$I_{\langle 220 \rangle} \times \Delta d^2$	$\langle 111 \rangle$ (%)	$\langle 220 \rangle$ (%)
1	7	49	13	8,764	9,320	113,938	121,154	96.9	90.8
2	6	36	11	8,728	8,753	96,013	96,280	97.2	92.5
3	5	25	9	8,642	8,783	77,774	79,043	87.2	95.9
4	4	16	7	8,985	7,486	62,892	52,399	94.7	84.4
5	3	9	5	9,267	11,092	46,336	55,461	97.6	96.2
6	2	4	3	8,969	11,219	26,906	33,656	87.7	90.3
7	1	1	1	9,648	14,925	9,552	14,775	85.9	55.8
8	0.1	0	0.01	9,664	6,258	97	63	78.2	62.8
9	0.1	0	0.01	12,030	9,119	120	91		
10	1	1	1	8,381	9,524	8,298	9,428		
11	2	4	3	7,930	10,184	23,789	30,552		
12	3	9	5	9,495	10,676	47,474	53,382		
13	4	16	7	9,471	8,754	66,297	61,277		
14	5	25	9	9,824	9,147	88,418	82,324		
15	6	36	11	8,490	8,122	93,392	89,345		
16	7	49	13	8,500	8,500	110,503	110,505		

[0060] 図2は、これら計32枚の板状試料から得られた評価値をグラフ化した図である。

[0061] 表 1 および表 2 中の「回転対称性」は、中心軸から左右対称の等距離にある板状試料から得られた評価値の差を、下記の手順で％表示した値である。例えば、表 1 において、板状試料 6 は中心からの距離 $d = 2 \text{ cm}$ であるから、これと左右対称の等距離にある板状試料は試料 11 であり、ミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ についての評価値でみると、試料 6 のそれは 25, 762 であり、試料 11 のそれは 28, 787 であるから、その差は 3, 025 となる。この値 3, 025 を上記評価値の平均 27, 275 で割って％表示した値は 11.1％となる。この 11.1％を 100％から引いた値が 88.9％となり、この値をもって「回転対称性」としている。

[0062] 採取位置が高さ方向で異なる試料同士についても同様の計算を行い、多結晶シリコン棒の軸方向（炉内での高さ方向）での差の程度を評価する。例えば、表 1 に示した板状試料 6 は中心からの距離 $d = 2 \text{ cm}$ であるから、これに対応する試料は表 2 中の試料 6 となる。これらの試料のミラー指数面 $\langle 111 \rangle$ についての評価値でみると、表 1 中の試料 6 のそれは 25, 762 であり、表 2 中の試料のそれは 26, 906 であるから、その差は 1, 144 となる。この値 1, 144 を上記評価値の平均 26, 334 で割って％表示した値は 4.3％となる。この 4.3％をもって軸方向での「回転対称性差異」としている。

[0063] 表 3 は、上述の演算により求めた軸方向での「回転対称性差異」を纏めた表である。なお、「回転対称性差異」の平均値は、 $\langle 111 \rangle$ につき 10％であり、 $\langle 220 \rangle$ につき 17％である。

[0064]

[表3]

SPL.	中心からの距離			回転対称性差異 (軸方向：%)	
No.	d (cm)	d ²	Δ d ²	<111>	<220>
1	7	49	13	4.4	0.2
2	6	36	11	8.9	12.5
3	5	25	9	5.3	4.1
4	4	16	7	4.0	37.2
5	3	9	5	13.5	1.6
6	2	4	3	4.3	19.8
7	1	1	1	12.8	11.4
8	0.1	0	0.01	23.8	25.5
9	0.1	0	0.01	18.2	22.3
10	1	1	1	0.5	32.3
11	2	4	3	19.0	45.6
12	3	9	5	6.4	0.1
13	4	16	7	1.7	21.1
14	5	25	9	26.8	22.1
15	6	36	11	6.8	14.6
16	7	49	13	4.2	1.1

[0065] 本発明においては、上述の「回転対称性」が40%以上のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。また、上述の「回転対称性差異」が40%以下のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。

[0066] 「回転対称性差異」が40%以下との基準は、実際のFZ、L%と特性値から算出した評価値の実績値との関係から、FZ、L%の値が66%以上得

られる時の評価値の違いの値を求めると40%であったことによる。なお、この判断に際してのn数は十分であり、統計的に計算される相関関係が1%の危険率から計算される判定基準に対して、高度に有意な相関関係が認められると判断した。

[0067] ここで、「FZ、L%」とは、多結晶シリコンの棒の長さを100としたときに、1回のFZ操作で結晶成長させて得られた結晶シリコンに備わっている晶癖線が完全な状態で存在している多結晶シリコン棒の長さを%で表したものである。不完全な晶癖線としては、晶癖線の消失はもとより、晶癖線の乱れや曲がりなどがある。本明細書で言うFZ、L%は全て、1回のFZ操作で得られる値であり、複数回のFZ操作により得られる値ではない。これは、2回以上のFZ操作を行うことは、生産性の低下を招くためであり、本発明では対象としない。

[0068] FZ、L%の値は必ずしも100%であることは必要ないが、より高いものが好ましく、その下限値は、生産性を考慮すると、60～70%程度であり、それ以下は事実上、使用出来ない。

[0069] 上述の結晶特性がどのようなものであるかについての特別な制約はないが、例えば、結晶生成量、結晶配向性、結晶粒径、熱拡散率、熱伝導度などの物性値を例示することができ、それらの特性値の分布を結晶特性として採用することとしてもよい。

[0070] X線回折法を用いて特定のミラー指数面からの回折強度を測定する手順は、特許文献2や3に記載されているものと同様でよい。

[0071] また、結晶粒径や結晶粒径分布を評価する手順は、特許文献4に記載されているものと同様でよい。

[0072] さらに、熱拡散率および熱伝導率を評価する手順は、特許文献5に記載されているものと同様でよい。

[0073] 「回転対称性」は、一般に、ブリッジ近傍よりも、電極近傍において低い傾向がある。この傾向は、多結晶シリコン析出時の諸条件を変えても同様である。炉内での低い位置にある結晶部位は、反応プロセス中に冷却されてい

るカーボン製の電極に近い場合、炉内での高い位置にある結晶部位に比べて、CVD温度が低下していることが考えられる。

[0074] この現象はシーメンス法の根本的な空間構造配置、ガス流分布を変えない限りは解決しないため、カーボン電極位置から一定の距離分を切り捨てる対策化を行うと、FZ用のシリコン棒の長さを短くすることになってしまう。どの程度の距離を確保するかは、結晶の高さ方向の均一性を指針に決定する必要がある、ここにある。

[0075] 軸方向の均一性を確保するために反応炉を長めに改造し、均熱部の長さを長くする方法も考えられるが、その状況下でもカーボン電極の近傍の温度低下は回避できず、一定割合で結晶の不均一性部分が発生してしまう。

[0076] この様に、多結晶シリコン棒の結晶特性の、炉内での高さ方向での部位依存性については、高い位置から低い位置に向かって徐々に結晶の均一性が低下して行くことがわかってきた。従って、多結晶シリコン棒としての全体の評価値把握するためには、多結晶シリコン棒の両端部位から採取した試料を評価する必要がある。

[0077] 両端部位の評価を行えば、その中間領域は、これら2箇所の評価値の範囲内にあるであろうから、敢えてその他の領域を評価することは必要ない。つまり、高さ方向の2箇所の評価により、多結晶シリコン棒全体としての評価値が定まり、同時に、棒内の大凡のプロファイルも把握される。本発明は、特許文献2～5に開示されたような、成長方向（径方向）の単なる物性測定方法とは異なり、径方向の結晶量をも考慮した新たな評価値を導入し、更に、軸方向での結晶の（回転）対称性についても考慮した評価方法である。

[0078] 本発明者らの行った実験によれば、上述の手法で評価した「回転対称性」が40%以上のものをFZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いると、晶癖線の消失が認められない長さ領域の割合が66%の単結晶インゴットが得られる。このような多結晶シリコン棒は、何れも、上述の「回転対称性差異」が40%以下のものであった。つまり、「回転対称性差異」が40%以下のものをFZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いると、晶癖

線の消失が認められない長さ領域の割合が66%の単結晶インゴットが得られる。

[0079] また、一般に、ブリッジ近傍に比べてカーボン電極近傍の結晶の均一性は低いため、FZ法による単結晶シリコン製造プロセスにおいて帯域熔融を開始する際には、ブリッジ近傍部から開始した方が晶癖線は消失し難い。この理由として考えられることは、晶癖線は、一度生成すると多少の変動があっても、そのまま帯域熔融されて行く継続性の傾向があり、許容範囲外の変動があった場合にも消失するためと考えられる。

[0080] このような理由により、カーボン電極近傍部から帯域熔融を開始すると、帯域熔融をしている途中で、晶癖線が消失する可能性が高くなり、ブリッジ近傍部から開始するより不利となる。そのため、FZ用として帯域熔融プロセスは、ブリッジ近傍部から開始することが望ましい。

[0081] 表4は、4本の多結晶シリコン棒（a、b、c、d）のそれぞれにつき、ブリッジ近傍部から帯域熔融を開始した場合のFZ、L%の値と、電極近傍部から帯域熔融を開始した場合のFZ、L%の値を比較して示した表である。

[0082] [表4]

多結晶シリコン棒	ブリッジ近傍から開始 (FZ, L%)	電極近傍から開始 (FZ, L%)
a	100	91
b	76	69
c	66	40
d	2	0

[0083] 本発明の結晶評価方法は、下記のように整理できる。すなわち、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の結晶評価方法であって、シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状

試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の結晶量（相対結晶量）を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

[0084] また、本発明で採用する「回転対称性」の評価手法は、下記のように整理できる。すなわち、前記多結晶シリコン棒の中心軸と対象位置にある部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値AおよびBから下式により回転対称性を算出し、該回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であるか否かを評価するステップを備えている、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$100 - (|A - B| / (A + B) / 2) \times 100$$

[0085] さらに、本発明で採用する「回転対称性差異」の評価手法は、下記のように整理できる。すなわち、前記多結晶シリコン棒の中心軸からの径方向の距離が等しく、且つ、前記多結晶シリコン棒を円筒近似した場合の同一母線上に位置する部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値CおよびDから下式により回転対称性差異を算出し、該回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下であるか否かを評価するステップを備えている、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$(|C - D| / (C + D) / 2) \times 100$$

[0086] 以下に、実験例（実施例および比較例）を示す。

[0087] [実験例1]

実験例1は、多結晶シリコン棒の外形形状がFZ、L%に及ぼす影響についての検討である。その検討結果を表5に示す。比較例はシーメンス法により合成したままの多結晶シリコン棒であり、実施例のものは、これらの多結晶シリコン棒を円筒研削して成形したものである。

[0088]

[表5]

比較例				実施例			
直径(mm)	ΔD_1	ΔD_2	FZ, L%	直径(mm)	ΔD_1	ΔD_2	FZ, L%
153～158	5	9	1 8	153～158	3	6	7 4
130～134	4	7	2 4	130～134	3	5	6 8

[0089] 実施例のものは何れも、全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下であり、且つ、多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6 mm以下である。一方、比較例のものは何れも、上記 ΔD_1 が3 mmより大きく、 ΔD_2 も6 mmより大きい。

[0090] そして、実施例のものは何れも、FZ, L%が66を超えているのに対し、比較例のものは何れも、これを大きく下回るFZ, L%でしかない。

[0091] [実験例2]

実験例2の結果は、表1～3に示したものである。

[0092] 既に述べたとおり、本発明においては、「回転対称性」が40%以上のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。また、上述の「回転対称性差異」が40%以下のものを、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒として採用する。

[0093] [実験例3]

実験例3では、FZ, L%の異なる5本の多結晶シリコン棒（FZ, L% = 100、76、66、52、2）のそれぞれの、ブリッジ近傍から採取した試料と電極近傍から採取した試料の回転対称性（平均値）および回転対称性差異（平均値）を調べた。なお、この実施例では、評価値を求める際の結晶特性として、ラー指数面 $\langle 111 \rangle$ および $\langle 220 \rangle$ からのブラッグ反射強度を採用した。表6に、その結果を纏めた。

[0094]

[表6]

FZ, L%	回転対称性 (ブリッジ近傍：%)		回転対称性 (電極近傍：%)		回転対称性差異 (軸方向：%)	
	<111>	<220>	<111>	<220>	<111>	<220>
100	88	89	91	84	10	17
76	57	53	45	41	25	28
66	41	40	42	40	35	39
52	30	29	28	30	55	50
2	9	7	10	9	85	95

[0095] この表に纏めた結果に依れば、回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であり、回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下である場合には、FZ, L%は66%以上となっている。

[0096] [実験例4]

実験例4でも、FZ, L%の異なる5本の多結晶シリコン棒（FZ, L% = 100、76、66、52、2）のそれぞれの、ブリッジ近傍から採取した試料と電極近傍から採取した試料の回転対称性（平均値）および回転対称性差異（平均値）を調べた。なお、この実施例では、評価値を求める際の結晶特性として、ミラー指数面<111>および<220>の配向性を採用することとし、具体的には、ミラー指数面<111>および<220>からの回折強度の面積比率（%）を採用した。表7に、その結果を纏めた。

[0097]

[表7]

FZ, L%	回転対称性 (ブリッジ近傍：%)		回転対称性 (電極近傍：%)		回転対称性差異 (軸方向：%)	
	<111>	<220>	<111>	<220>	<111>	<220>
100	64	63	74	78	27	31
76	68	55	69	50	28	35
66	48	40	51	40	32	40
52	15	13	9	8	48	52
2	6	4	5	4	79	96

[0098] この表に纏めた結果においても、回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であり、回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下である場合には、FZ, L%は66%以上となっている。

[0099] [実験例5]

実験例5でも、FZ, L%の異なる5本の多結晶シリコン棒（FZ, L% = 100、76、66、52、2）のそれぞれの、ブリッジ近傍から採取した試料と電極近傍から採取した試料の回転対称性（平均値）および回転対称性差異（平均値）を調べた。なお、この実施例では、評価値を求める際の結晶特性として、EBSD法で測定した平均粒径分布を採用することとした。表8に、その結果を纏めた。

[0100] [表8]

FZ, L%	回転対称性 (ブリッジ近傍：%)	回転対称性 (電極近傍：%)	回転対称性差異 (軸方向：%)
100	70	60	25
76	55	50	30
66	45	40	38
52	33	28	52
2	4	4	96

[0101] この表に纏めた結果に依れば、回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であり、回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下である場合には、FZ, L%は66%以上となっている。

[0102] [実験例6]

実験例6でも、FZ, L%の異なる5本の多結晶シリコン棒（FZ, L% = 100、76、66、52、2）のそれぞれの、ブリッジ近傍から採取した試料と電極近傍から採取した試料の回転対称性（平均値）および回転対称性差異（平均値）を調べた。なお、この実施例では、評価値を求める際の結晶特性として、熱拡散率を採用することとした。なお、熱伝導率は、熱拡散率に密度と比熱を乗じたものであるため、両者の値には差がない。表9に、その結果を纏めた。

[0103] [表9]

FZ, L%	回転対称性 (ブリッジ近傍：%)	回転対称性 (電極近傍：%)	回転対称性差異 (軸方向：%)
100	95	93	29
76	87	81	35
66	55	41	38
52	42	39	45
2	4	4	91

[0104] この表に纏めた結果に依れば、回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であり、回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下である場合には、FZ, L%は66%以上となっている。

[0105] [実験例7]

実験例7では、1対（2本）のシリコン芯線をブリッジを介して逆U字型に組んで多結晶シリコンを析出させ、その両脚部から採取された各1本（計2本）の多結晶シリコン棒を用い、一方（多結晶シリコン棒）はブリッジ近傍部からFZプロセスを開始し、他方（多結晶シリコン棒）は電極近傍部からFZプロセスを開始し、得られた単結晶シリコンのFZ, L%を比較した

。なお、実験に用いた多結晶シリコンは、A～Dの4つの異なるシーメンスプロセスで育成されたものである。その結果を表10に示す。

[0106] [表10]

多結晶シリコン	ブリッジ近傍部から開始	電極近傍部から開始
A	1 0 0	9 1
B	7 6	6 9
C	6 6	4 0
D	2	0

[0107] この表に纏めた結果に依れば、本来は同質の多結晶シリコン棒であっても、ブリッジ近傍部からFZプロセスを開始した方が、電極近傍部からFZプロセスを開始する場合よりも、FZ，L%は高い値を示している。

[0108] よって、多結晶シリコン棒を原料としたFZ単結晶シリコンの製造をするに際しては、多結晶シリコン棒として、1対（2本）のシリコン芯線をブリッジを介して逆U字型に組んで多結晶シリコンを析出させて得られた逆U字型の多結晶シリコン部の脚部から採取された多結晶シリコン棒を用いる場合、多結晶シリコン棒の一方端部側を析出炉内でのブリッジ近傍部とし、他方端部側を析出炉内での電極近傍部としたときに、帯域浮遊熔融工程を、多結晶シリコン棒のブリッジ近傍部より開始することが好ましい。

産業上の利用可能性

[0109] 本発明によれば、形状均一性および結晶特性均一性に優れた、FZ法による単結晶シリコン製造用原料として好適な多結晶シリコン棒を得るための技術が提供される。

符号の説明

- [0110] 1 シリコン芯線
 1 0 多結晶シリコン棒
 1 1 ロッド
 1 2 板状試料

請求の範囲

- [請求項1] F Z 法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、
前記多結晶シリコン棒は全長が500mm以上であり、
全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3mm以下である、多結晶シリコン棒。
- [請求項2] 前記多結晶シリコン棒の平均直径が300mm以下である、請求項1に記載の多結晶シリコン棒。
- [請求項3] F Z 法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、
前記多結晶シリコン棒は全長が500mm以上であり、
前記多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6mm以下である、多結晶シリコン棒。
- [請求項4] 前記多結晶シリコン棒の平均直径が300mm以下である、請求項3に記載の多結晶シリコン棒。
- [請求項5] F Z 法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、
前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500mm以上の多結晶シリコン棒であり、
全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する、多結晶シリコン棒の加工方法。
- [請求項6] F Z 法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、
前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500mm以上の多結晶シリコン棒であり、
該多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成され

る略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が 6 mm 以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する、多結晶シリコン棒の加工方法。

[請求項7] F Z 法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の結晶評価方法であって、

シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の相対結晶量を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

[請求項8] 前記多結晶シリコン棒の中心軸と対象位置にある部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値 A および B から下式により回転対称性を算出し、該回転対称性の軸方向での平均値が 40 % 以上であるか否かを評価するステップを備えている、請求項 7 に記載の、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$100 - (|A - B| / (A + B) / 2) \times 100$$

[請求項9] 前記多結晶シリコン棒の中心軸からの径方向の距離が等しく、且つ、前記多結晶シリコン棒を円筒近似した場合の同一母線上に位置する部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値 C および D から下式により回転対称性差異を算出し、該回転対称性差異の軸方向での平均値が 40 % 以下であるか否かを評価するステップを備えている、請求項 7 に記載の、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$(|C - D| / (C + D) / 2) \times 100$$

[請求項10] 前記結晶特性は、結晶生成量、結晶配向性、結晶粒径、熱拡散率、熱伝導度の何れかである、請求項 7 ～ 9 の何れか 1 項に記載の多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

[請求項11] 多結晶シリコン棒を原料とした F Z 単結晶シリコンの製造方法であ

って、

前記多結晶シリコン棒は、1対（2本）のシリコン芯線をブリッジを介して逆U字型に組んで多結晶シリコンを析出させて得られた逆U字型の多結晶シリコン部の脚部から採取された多結晶シリコン棒であり、

前記多結晶シリコン棒の一方端部側を析出炉内でのブリッジ近傍部とし、他方端部側を析出炉内での電極近傍部としたときに、

帯域浮遊熔融工程を、前記多結晶シリコン棒のブリッジ近傍部より開始する、FZ単結晶シリコンの製造方法。

補正された請求の範囲
[2016年4月15日(15.04.2016)国際事務局受理]

- [請求項1] (補正後) FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、
前記多結晶シリコン棒は全長が500 mm以上で平均直径が130 mm以上で300 mm以下であり、
全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下である、
多結晶シリコン棒。
- [請求項2] (削除)
- [請求項3] (補正後) FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒であって、
前記多結晶シリコン棒は全長が500 mm以上で平均直径が130 mm以上で300 mm以下であり、
前記多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6 mm以下である、
多結晶シリコン棒。
- [請求項4] (削除)
- [請求項5] (補正後) FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、
前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500 mm以上で平均直径が130 mm以上で300 mm以下の多結晶シリコン棒であり、
全長に渡っての直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_1 が3 mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する、
多結晶シリコン棒の加工方法。
- [請求項6] (補正後) FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の加工方法であって、

前記多結晶シリコン棒はシーメンス法により育成された全長が500mm以上で平均直径が130mm以上で300mm以下の多結晶シリコン棒であり、

該多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 D_{max} と最小値 D_{min} の差 ΔD_2 が6mm以下となるように、前記多結晶シリコン棒の側面を円筒研削する、多結晶シリコン棒の加工方法。

〔請求項7〕 FZ法による単結晶シリコン製造用原料として用いられる多結晶シリコン棒の結晶評価方法であって、

シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の相対結晶量を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

〔請求項8〕 前記多結晶シリコン棒の中心軸と対象位置にある部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値AおよびBから下式により回転対称性を算出し、該回転対称性の軸方向での平均値が40%以上であるか否かを評価するステップを備えている、請求項7に記載の、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$100 - (|A - B| / (A + B) / 2) \times 100$$

〔請求項9〕 前記多結晶シリコン棒の中心軸からの径方向の距離が等しく、且つ、前記多結晶シリコン棒を円筒近似した場合の同一母線上に位置する部位から採取した2つの試料について前記評価値を求め、得られた2つの評価値CおよびDから下式により回転対称性差異を算出し、該回転対称性差異の軸方向での平均値が40%以下であるか否かを評価するステップを備えている、請求項7に記載の、多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

$$(|C - D| / (C + D) / 2) \times 100$$

[請求項10] 前記結晶特性は、結晶生成量、結晶配向性、結晶粒径、熱拡散率、熱伝導度の何れかである、請求項7～9の何れか1項に記載の多結晶シリコン棒の結晶評価方法。

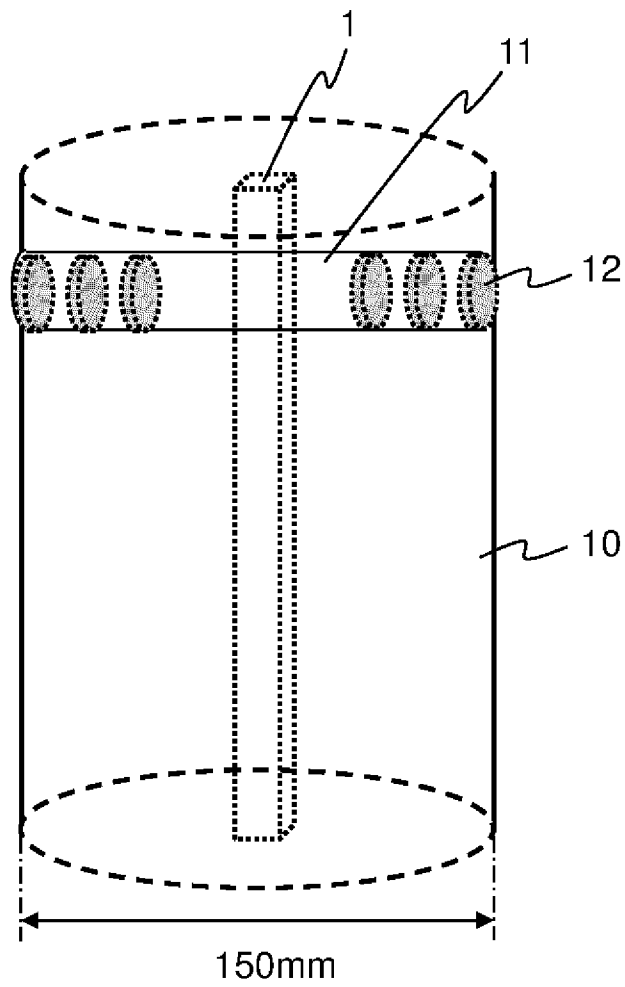
[請求項11] 多結晶シリコン棒を原料としたFZ単結晶シリコンの製造方法であって、

前記多結晶シリコン棒は、1対（2本）のシリコン芯線をブリッジを介して逆U字型に組んで多結晶シリコンを析出させて得られた逆U字型の多結晶シリコン部の脚部から採取された多結晶シリコン棒であり、

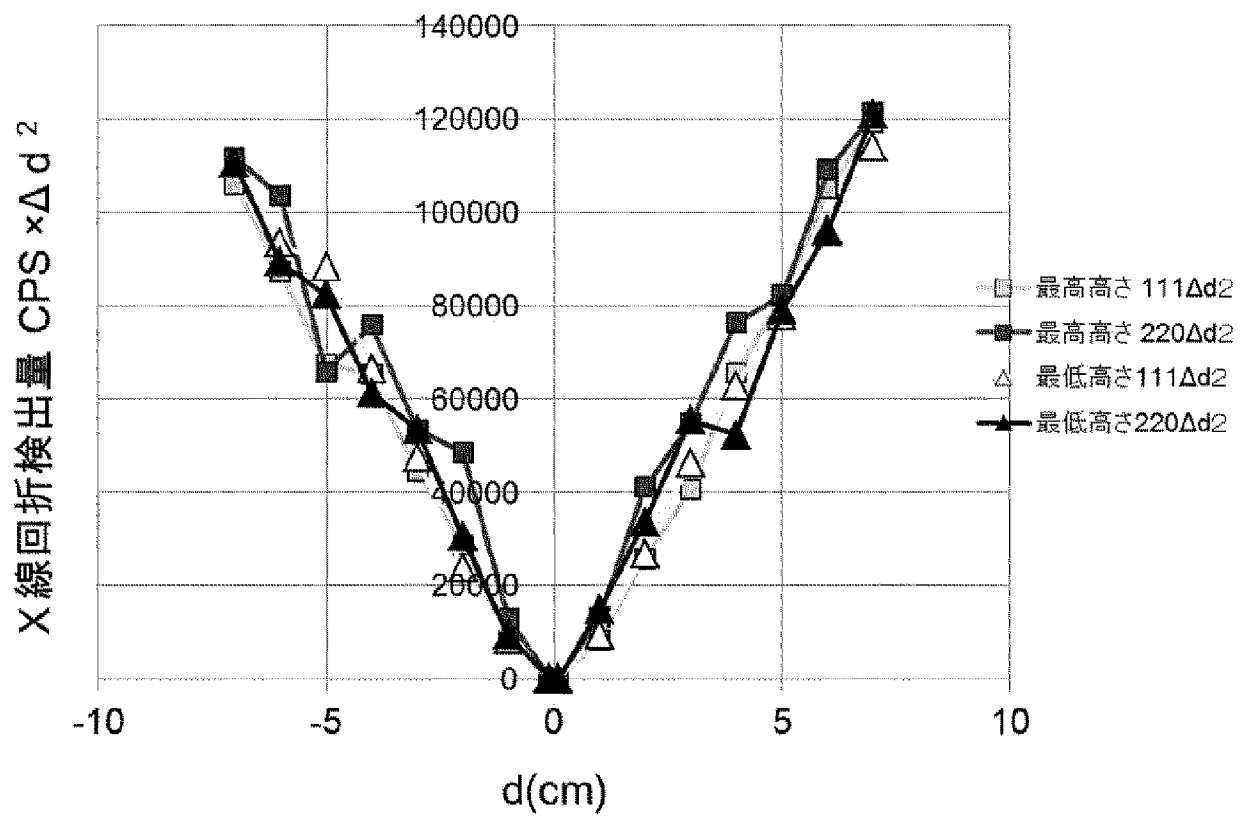
前記多結晶シリコン棒の一方端部側を析出炉内でのブリッジ近傍部とし、他方端部側を析出炉内での電極近傍部としたときに、

帯域浮遊熔融工程を、前記多結晶シリコン棒のブリッジ近傍部より開始する、FZ単結晶シリコンの製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006142

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B33/02(2006.01)i, C01B33/035(2006.01)i, C30B13/30(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i, G01N23/20(2006.01)i, G01N23/207(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, C01B33/035, C30B13/30, C30B29/06, G01N23/20, G01N23/207

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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.
X A	JP 53-108029 A (Komatsu Ltd.), 20 September 1978 (20.09.1978), claims; page 2, upper left column, line 1 to page 2, lower right column, line 2; fig. 1 & US 4147814 A claims; column 1, line 46 to column 6, line 5; fig. 1	1-6, 11 7-10
X A	WO 2012/004969 A1 (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 12 January 2012 (12.01.2012), paragraphs [0002] to [0011] (Family: none)	11 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

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
10 February 2016 (10.02.16)

Date of mailing of the international search report
23 February 2016 (23.02.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006142

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/150758 A1 (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 10 October 2013 (10.10.2013), claims & US 2015/0047554 A1 claims & EP 2835632 A1	1-11
A	WO 2012/164803 A1 (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 06 December 2012 (06.12.2012), claims & US 2014/0033966 A1 claims & EP 2692909 A1	1-11
A	JP 9-165296 A (Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.), 24 June 1997 (24.06.1997), claims; paragraphs [0002] to [0004] (Family: none)	1-11
A	WO 2010/098319 A1 (Tokuyama Corp.), 02 September 2010 (02.09.2010), claims; paragraphs [0060] to [0071] & US 2011/0274926 A1 claims; paragraphs [0077] to [0103] & EP 2402287 A1	1-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006142

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:
See extra sheet.

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006142

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

Claims are classified into the following three inventions.

Document 1: JP 2014-31297 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 20 February 2014 (20.02.2014), claims; paragraph [0017] (Family: none)

(Invention 1) claims 1-6

Claims 1-6 have the same or corresponding special technical feature in which "the polycrystalline silicon rod has a whole length of 500 mm or longer and the difference ΔD_1 between the diameter maximum value D_{max} and the diameter minimum value D_{min} as determined over the whole length is 3 mm or less" or in which "the polycrystalline silicon rod has a whole length of 500 mm or longer and the difference ΔD_2 between the diameter maximum value D_{max} and the diameter minimum value D_{min} of an approximately columnar virtual rotary body formed by rotating the polycrystalline silicon rod about the draw direction center axis of the polycrystalline silicon rod is 6 mm or less", and are classified into Invention 1.

(Invention 2) claims 7-10

Claims 7-10 share a common technical feature "a polycrystalline silicon rod which can be used as a raw material for the production of monocrystalline silicon by an FZ method" with claim 1 which is classified into Invention 1.

However, the above-said technical feature cannot be considered to be a special technical feature, since the technical feature does not make a contribution over the prior art in the light of the contents disclosed in the document 1.

Further, there is no other same or corresponding special technical feature between these inventions.

Further, claims 7-10 are not dependent on claim 1.

In addition, claims 7-10 have no relationship such that these claims are substantially same as or equivalent to any claim classified into Invention 1.

Consequently, claims 7-10 cannot be classified into Invention 1.

And claims 7-10 have a special technical feature in which "the uniformity of a polycrystalline silicon rod that is grown by a Siemens method is evaluated by: collecting multiple plate-like specimens, of each of which the main face is a cross section perpendicular to the direction of the diameter of the polycrystalline silicon rod, from the polycrystalline silicon rod at regular intervals in the direction of the diameter; determining a crystal property value of each of the plate-like specimens by a measurement; and evaluating the uniformity from evaluation values each obtained by multiplying a relative crystal amount at a site from which each of the plate-like specimens is collected by the crystal property value", and are classified into Invention 2.

(Invention 3) claim 11

Claim 11 shares a common technical feature "a polycrystalline silicon rod which can be used as a raw material for the production of monocrystalline silicon by an FZ method" with claim 1 which is classified into Invention 1 and claim 3 which is classified into Invention 2.

However, the above-said technical feature cannot be considered to be a special technical feature, since the technical feature does not make a contribution over the prior art in the light of the contents disclosed in the document 1.

Further, there is no other same or corresponding special technical feature between these inventions.

Further, claim 11 is not dependent on claims 1 and 7.

(Continued to next extra sheet)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/006142

Further, claim 11 has no relationship such that this claim is substantially same as or equivalent to any claim classified into Invention 1 or 2.

Consequently, claim 11 cannot be classified into either Invention 1 or Invention 2.

And claim 11 has a special technical feature in which "the polycrystalline silicon rod is one collected from a leg part of an inverted-U-shaped polycrystalline silicon part that is produced by assembling a pair of (two) silicon core wires into an inverted-U-shaped form with a bridge interposed therebetween and then depositing polycrystalline silicon on the inverted-U-shaped silicon core wires, and, when one end side of the polycrystalline silicon rod is defined as a bridge-neighbor part in a deposition furnace and the other end side is defined as an electrode-neighbor part in the deposition furnace, a zone-floating melting method is initiated from the bridge-neighbor part of the polycrystalline silicon rod", and is classified into Invention 3.

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, C30B13/30(2006.01)i, C30B29/06(2006.01)i,
G01N23/20(2006.01)i, G01N23/207(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, C01B33/035, C30B13/30, C30B29/06, G01N23/20, G01N23/207

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 6 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 6 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 6 年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 53-108029 A（株式会社小松製作所）1978.09.20, 特許請求の範囲, 第2頁左上欄第1行 - 第2頁右下欄第2行, 第1図 & US 4147814 A, 請求の範囲, 第1欄第46行-第6欄第5行, 第1図	1-6, 11 7-10
X A	WO 2012/004969 A1（信越化学工業株式会社）2012.01.12, [0002]-[0011] （ファミリーなし）	11 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

1 0 . 0 2 . 2 0 1 6

国際調査報告の発送日

2 3 . 0 2 . 2 0 1 6

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 1 0 0 - 8 9 1 5

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）

伊藤 真明

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

3 6 4 0

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	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
A	WO 2013/150758 A1 (信越化学工業株式会社) 2013. 10. 10, 請求の範囲 & US 2015/0047554 A1, 請求の範囲 & EP 2835632 A1	1-11
A	WO 2012/164803 A1 (信越化学工業株式会社) 2012. 12. 06, 請求の範囲 & US 2014/0033966 A1, 請求の範囲 & EP 2692909 A1	1-11
A	JP 9-165296 A (コマツ電子金属株式会社) 1997. 06. 24, 特許請求の範囲, [0002]-[0004] (ファミリーなし)	1-11
A	WO 2010/098319 A1 (株式会社トクヤマ) 2010. 09. 02, 請求の範囲, [0060]-[0071] & US 2011/0274926 A1, 請求の範囲, [0077]-[0103] & EP 2402287 A1	1-11

第Ⅱ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（P C T 17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。
つまり、
2. ☐ 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってP C T 規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅲ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

特別ページ参照

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. ☐ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- ☒ 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。

< 第 III 欄の続き >

請求の範囲は、以下の 3 つの発明に区分される。

文献 1: JP 2014-31297 A (信越化学工業株式会社) 2014. 02. 20,
特許請求の範囲, [0017] (ファミリーなし)

(発明 1) 請求項 1-6

請求項 1-6 は、「前記多結晶シリコン棒は全長が 500 mm 以上であり、全長に渡っての直径の最大値 $D_{\max}$ と最小値 $D_{\min}$ の差 ΔD_1 が 3 mm 以下である」又は「前記多結晶シリコン棒は全長が 500 mm 以上であり、前記多結晶シリコン棒の延伸方向の中心軸で回転させた際に形成される略円柱状の仮想回転体の直径の最大値 $D_{\max}$ と最小値 $D_{\min}$ の差 ΔD_2 が 6 mm 以下である」という同一の又は対応する特別な技術的特徴を有しているので、発明 1 に区分する。

(発明 2) 請求項 7-10

請求項 7-10 は、発明 1 に区分された請求項 1 と、FZ 法による単結晶シリコン製造用原料である多結晶シリコン棒という共通の技術的特徴を有している。しかしながら、当該技術的特徴は、文献 1 の開示内容に照らして、先行技術に対する貢献をもたらすものではないから、当該技術的特徴は、特別な技術的特徴であるとはいえない。また、これらの発明の間には、他に同一の又は対応する特別な技術的特徴は存在しない。

さらに、請求項 7-10 は、請求項 1 の従属請求項ではない。また、請求項 7-10 は、発明 1 に区分されたいずれの請求項に対しても実質同一又はそれに準ずる関係にはない。

したがって、請求項 7-10 は発明 1 に区分できない。

そして、請求項 7-10 は、「シーメンス法で育成された多結晶シリコン棒の径方向に垂直な断面を主面とする板状試料を前記径方向に等間隔に複数採取し、該板状試料の結晶特性値を測定により求め、該板状試料が採取された部位の相対結晶量を前記結晶特性値に乗じて得た評価値により、多結晶シリコンの棒の均一性を評価する」という特別な技術的特徴を有しているので、発明 2 に区分する。

(発明 3) 請求項 11

請求項 11 は、発明 1 に区分された請求項 1 及び発明 2 に区分された請求項 3 と、FZ 法による単結晶シリコン製造用原料である多結晶シリコン棒という共通の技術的特徴を有している。しかしながら、当該技術的特徴は、文献 1 の開示内容に照らして、先行技術に対する貢献をもたらすものではないから、当該技術的特徴は、特別な技術的特徴であるとはいえない。また、これらの発明の間には、他に同一の又は対応する特別な技術的特徴は存在しない。

さらに、請求項 11 は、請求項 1 及び 7 の従属請求項ではない。また、請求項 11 は、発明 1 又は 2 に区分されたいずれの請求項に対しても実質同一又はそれに準ずる関係にはない。

したがって、請求項 11 は発明 1 又は 2 のいずれにも区分できない。

そして、請求項 11 は、「前記多結晶シリコン棒は、1 対 (2 本) のシリコン芯線をブリッジを介して逆 U 字型に組んで多結晶シリコンを析出させて得られた逆 U 字型の多結晶シリコン部の脚部から採取された多結晶シリコン棒であり、前記多結晶シリコン棒の一方端部側を析出炉内でのブリッジ近傍部とし、他方端部側を析出炉内での電極近傍部としたときに、帯域浮遊熔融工程を、前記多結晶シリコン棒のブリッジ近傍部より開始する」という特別な技術的特徴を有しているので、発明 3 に区分する。