

WO 2011/016167 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

本発明は、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去するシリコン酸化物除去装置であって、少なくとも、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段と、該強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段とを具備することを特徴とするシリコン酸化物除去装置である。これにより、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物の除去効果を低コストで向上でき、このシリコン酸化物が効果的に除去された不活性ガスを再利用可能とするシリコン酸化物除去装置及びシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備が提供される。

明 細 書

発明の名称：

シリコン酸化物除去装置及びシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備

技術分野

[0001] 本発明は、半導体用及び太陽電池用等のシリコン単結晶を製造するチョクラスキー法（CZ法）によるシリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス成分中のシリコン酸化物除去及び不活性ガス回収設備に関する。

背景技術

[0002] 従来、半導体用及び太陽電池用等のシリコン単結晶をCZ法によって棒状単結晶として得る方法が広く用いられている。図5に従来から一般的に用いられているシリコン単結晶製造装置の概略図を示す。図5に示すように、シリコン単結晶製造装置20は、一般的にシリコン融液21が收容された昇降動可能なルツボ22、23と、該ルツボ22、23を取り囲むように配置されたヒータ24が単結晶25を育成するメインチャンバ26内に配置されており、該メインチャンバ26の上部には育成した単結晶25を收容し取り出すためのプルチャンバ27が連設されている。

[0003] また、炉内に発生した酸化物を炉外に排出する等を目的とし、プルチャンバ27上部に設けられたガス導入口28からアルゴンガス等の不活性ガスが導入され、黒鉛製の整流筒30によって単結晶25の近傍まで整流されて、ガス流出口29から排出される。そして、シリコン融液21に種結晶31を接触させて単結晶25を育成する。

[0004] また、炉内圧を大気圧近傍にした雰囲気で行う常圧引上げ法と、炉内を低真空領域（10～500hPa）にして減圧雰囲気下で単結晶の引上げを行う減圧法とがあり、減圧法が主流となっている。

このようなシリコン単結晶の製造の際、シリコン単結晶製造装置20から

排出される不活性ガス中には、装置内で発生するシリコン酸化物や、CO、CO₂、O₂、N₂、及びH₂等の不純物ガスが含まれる。

[0005] 近年、シリコン単結晶の生産規模が拡大するに伴って不活性ガスの使用量も増大し、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを回収して再利用することがコスト削減のための重要な課題となっており、そのためには排出された不活性ガス中に含まれる上記したシリコン酸化物や不純物ガスを除去し、精製する必要がある。

[0006] 従来、このような不活性ガスの回収のための設備として、シリコン単結晶製造装置に油回転式真空ポンプ、ガスの精製装置等が接続されたものが一般的であった。しかし、真空ポンプに油を使用しているためシリコン単結晶製造装置から排出される高温に加熱された不活性ガス中にオイルミストが含まれてしまい、このオイルミストの分離回収が難しく、また大気中に放出されると環境汚染となるなどの問題があった。この対策として水封式真空ポンプも利用されてきたが、水封式真空ポンプは大量の水が必要となると共に、多量の電力も消費し、コスト高となってしまう。

[0007] そこで、このような2つの湿式タイプのポンプに対してコストの削減が可能な乾式タイプの所謂ドライポンプが一般的となってきた。例えば、このようなドライポンプの後段に湿式のバブリング缶、電気集塵機及び精製装置等が設けられた不活性ガス回収装置が開示されている（特許文献1参照）。

また、単結晶製造炉から排出されたシリコン酸化物などの粉塵が含まれた排ガスをベンチュリースクラバーに導入して粉塵を除去する方法が知られている（特許文献2参照）。

[0008] しかし、このような従来の装置及び方法を用いて不活性ガス中のシリコン酸化物の除去を行っても、シリコン酸化物が数 μ mオーダーの微粉末であるため、その集塵効果は必ずしも十分ではなく、メンテナンス性も低く、運転コストも高額になっていた。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特許第2853757号

特許文献2：特公平6-24962号公報

発明の概要

[0010] 本発明は前述のような問題に鑑みてなされたもので、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物の除去効果を低コストで向上でき、このシリコン酸化物が効果的に除去された不活性ガスを再利用可能とするシリコン酸化物除去装置及びこれを用いたシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備を提供することを目的とする。

[0011] 上記目的を達成するために、本発明によれば、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去するシリコン酸化物除去装置であって、少なくとも、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段と、該強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段とを具備することを特徴とするシリコン酸化物除去装置が提供される。

[0012] このように、少なくとも、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段と、該強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段とを具備すれば、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を効果的に分離してその除去効果を低コストで向上できるものとなり、シリコン酸化物が効果的に除去された不活性ガスを再利用可能となる。またこのような微粉末のシリコン酸化物を強アルカリと反応させて中和するシリコン酸化物除去装置であればメンテナンス性も高く、運転コストも低コストに抑えることができるものとなる。

[0013] このとき、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段は、スクラバー、エゼクター、ミキサー、及びナッシュポンプのいずれか、又はこれら2つ以上を組み合わせたものであることが好ましい。

このように、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段が、スクラバー、エゼクター、ミキサー、及びナッシュポンプのいずれか、又はこれら2つ以上を組み合わせたものであれば、強アルカリ溶液とシリコン酸化物とを効率的に接触させてシリコン酸化物の溶解を促進し、その除去効果をより効果的に向上できるものとなる。

[0014] このとき、前記強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段を、水洗スクラバー又は酸スクラバーとすることができる。

このように、前記強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段を、水洗スクラバー又は酸スクラバーとすれば、簡単な設備で強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させることができる。

[0015] またこのとき、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスに接触させる前記強アルカリ溶液を加熱する機構を有することが好ましい。

このように、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスに接触させる前記強アルカリ溶液を加熱する機構を有するものであれば、不活性ガスに接触させる強アルカリ溶液を加熱することでシリコン酸化物の除去効果を向上できるものとなる。

[0016] またこのとき、前記強アルカリ溶液は苛性ソーダ溶液であることが好ましい。

このように、前記強アルカリ溶液が苛性ソーダ溶液であれば、安価な苛性ソーダ溶液を用いて低コストで実施することができる。

[0017] また、本発明によれば、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを回収して精製し、該精製した不活性ガスを前記シリコン単結晶製造装置に供給するシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備であって、少なくとも、前記不活性ガスを精製する前に、該不活性ガス中のシリコン酸化物を除去する本発明のシリコン酸化物除去装置を具備するものであることを特徴とするシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備が提供される。

[0018] このように、少なくとも、前記不活性ガスを精製する前に、該不活性ガス中のシリコン酸化物を除去する本発明のシリコン酸化物除去装置を具備するものであれば、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を低コストで効果的に分離、除去でき、高純度に精製された不活性ガスをシリコン単結晶製造装置に供給して再利用することができるものとなる。またこのような微粉末のシリコン酸化物を強アルカリと反応させて中和するシリコン酸化物除去装置を具備する設備であればメンテナンス性も高く、運転コストも低コストに抑えることができるものである。

[0019] 本発明では、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去するシリコン酸化物除去装置において、少なくとも、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段と、該強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ性物質を中和させる手段とを具備するので、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を効果的に分離して、その除去効果を低コストで向上できるものとなり、シリコン酸化物が効果的に除去された不活性ガスを再利用可能となる。またこのような微粉末のシリコン酸化物を強アルカリと反応させて中和するシリコン酸化物除去装置であればメンテナンス性も高く、運転コストも低コストに抑えることができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]本発明のシリコン酸化物除去装置及びシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備の一例を示す概略図である。

[図2]本発明のシリコン酸化物除去装置で用いることができるエゼクターの一例を示す概略図である。

[図3]本発明のシリコン酸化物除去装置で用いることができるスタティックミキサーの一例を示す概略図である。

[図4]本発明のシリコン酸化物除去装置及びシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備の別の一例を示す概略図である。

[図5]一般的に用いられているシリコン単結晶製造装置の一例を示す概略図である。

[図6]本発明のシリコン酸化物除去装置で用いることができるナッシュポンプの一例を示す概略図である。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明について実施の形態を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

近年のシリコン単結晶の生産規模の拡大に伴い、ここで用いられるアルゴンガス等の不活性ガスの需要も拡大し、シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを効率的に回収して再利用することがコスト削減のため重要な課題となっている。そのためには排出された不活性ガス中に含まれるシリコン酸化物を効果的に除去する必要がある。従来、このような不活性ガス中に含まれるシリコン酸化物を除去するために、例えばフィルターを用いたり、ベンチュリースクラバー等のような集塵装置を用いて不活性ガスを水に通してバブリングすることにより除去していた。

[0022] しかし、このような従来の装置及び方法を用いて不活性ガス中のシリコン酸化物の除去を行っても、シリコン酸化物が数 μm オーダーの微粉末であるため、その集塵効果は必ずしも十分ではなくシリコン酸化物の除去効果の更なる向上が課題となっていた。また、除去したシリコン酸化物が微粉末であるため装置のメンテナンス性が低くなってしまい、そのための運転コストも高くなってしまうという問題もあった。

[0023] そこで、本発明者等はこのような問題を解決すべく鋭意検討を重ねた。その結果、シリコン酸化物を強アルカリ溶液に接触させて分離させれば、その除去効果を向上できることに想到した。また、特にエゼクター、スタティックミキサーなどの攪拌機構を用いれば、撥水性であり、強アルカリ溶液と混ぜにくい微粉末のシリコン酸化物を強アルカリ溶液に効率的に接触させてシリコン酸化物の溶解を促進し、その除去効果をさらに向上できることを見出し、本発明を完成させた。

[0024] 図1は本発明のシリコン酸化物除去装置及びシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備の一例を示した概略図である。

図1に示すように、シリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備10は、シリコン単結晶製造装置20から排出される不活性ガスを回収して精製し、その精製した不活性ガスをシリコン単結晶製造装置20に供給して再利用するものである。また、本発明のシリコン酸化物除去装置1はこのシリコン単結晶製造装置20から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去するものである。

[0025] ここで、本発明で処理する対象である不活性ガスを排出するシリコン単結晶製造装置20について簡単に説明する。

このシリコン単結晶製造装置20は、例えば、図5に示すような一般的に用いられるシリコン単結晶製造装置として構成される。

図5に示すように、シリコン単結晶製造装置20は、シリコン融液21が収容された昇降動可能なルツボ22、23と、該ルツボ22、23を取り囲むように配置された黒鉛ヒータ24が単結晶25を育成するメインチャンバ26内に配置されており、該メインチャンバ26の上部には育成した単結晶25を収容し取り出すためのプルチャンバ27が連設されている。

[0026] ルツボ22、23は、内側にシリコン融液21を直接収容する石英ルツボ22と、外側に該石英ルツボ22を支持するための黒鉛ルツボ23とから構成されている。

また、炉内に発生したシリコン酸化物を炉外に排出する等を目的とし、プルチャンバ27上部に設けられたガス導入口28からアルゴンガス等の不活性ガスが導入され、黒鉛製の整流筒30によって単結晶25の近傍まで整流されて、ガス流出口29から排出される。そして、シリコン融液21に種結晶31を接触させて単結晶25を育成する。

[0027] この時、シリコン融液21を収容する石英ルツボ22とシリコン融液21との反応によってシリコン酸化物の微粉末が発生し、また、このシリコン酸化物と黒鉛ヒータ等が反応してCOガスやCO₂ガスが発生すると共に、その

他の黒鉛部品等から発生する N_2 、 H_2 等の脱ガスが発生する。そのためシリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中には微粉末のシリコン酸化物及び各種の不純物ガスが含まれている。この不活性ガス中に含まれるシリコン酸化物濃度はおよそ 20 mg/m^3 程度である。

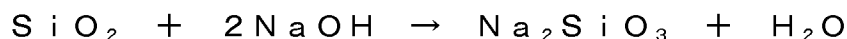
[0028] このようなシリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去する本発明のシリコン酸化物除去装置について以下説明する。

本発明のシリコン酸化物除去装置では強アルカリ溶液として、例えば苛性ソーダ溶液、水酸化カリウム溶液、水酸化リチウム溶液、水酸化ルビジウム溶液、水酸化セシウム溶液等を用いることができる。ここでは苛性ソーダ溶液を用いた場合の例について説明する。

図1に示すように、本発明のシリコン酸化物除去装置1は、強アルカリ溶液（苛性ソーダ溶液）8を貯蔵する貯蔵タンク3、シリコン単結晶製造装置20から排出される不活性ガスを苛性ソーダ溶液8に接触させる手段（接触手段）2、該接触手段2に苛性ソーダ溶液8を供給する循環ポンプ4を有している。

[0029] そして、貯蔵タンク3内に貯蔵された苛性ソーダ溶液8を循環ポンプ4によって接触手段2へ供給し、その接触手段2によって不活性ガスと苛性ソーダ溶液8とを接触させる。ここで、循環ポンプ4によって苛性ソーダ溶液8を接触手段2へ供給する量は、本発明において特に限定されないが、例えば 20 L/min 程度とすることができる。

[0030] こうして苛性ソーダ溶液8に接触させた不活性ガス中のシリコン酸化物は以下のように反応して苛性ソーダ溶液8に溶解する。



ここで、苛性ソーダの溶液濃度は特に限定されないが、例えば $10\sim 50\%$ とすることができる。

[0031] また、図1に示すように、接触手段2に供給する苛性ソーダ溶液8を加熱する機構7を有することが好ましい。この加熱機構7によって苛性ソーダ溶

液 8 を加熱することでシリコン酸化物の溶解を促進し、その除去効果を高めることができる。特に、温度を 50℃以上にするすることでシリコン酸化物の除去効果をより効果的に向上できる。

このとき、接触手段 2 としてスクラバーを用い、スクラバー内で苛性ソーダ溶液に不活性ガスを通過させることによって、排出された不活性ガスと苛性ソーダ溶液とを接触させるようにすることができる。

[0032] または、接触手段 2 としてエゼクターを用いることもできる。図 2 にエゼクターの概略図を示す。図 2 に示すように、エゼクター 40 は、中央内部が絞られたチャンバー 41 と、その中央内部に吸い込み口 42 を有している。このチャンバー 41 の入口から苛性ソーダ溶液が流入し（図 2 の A 参照）、内部で絞られた部分を通過する。この時点で苛性ソーダ溶液の流速が増してミスト状となり圧力が低下し、この圧力損失で吸い込み口 42 から不活性ガスが吸い込まれミスト状の苛性ソーダと接触する。このように苛性ソーダ溶液をミスト状にすることで、シリコン酸化物との接触と溶解を促進することができる。

このとき、強アルカリ溶液との接触時間を 5 秒以上とすることにより、シリコン酸化物を確実に除去することができる。

[0033] または、接触手段 2 としてミキサーを用いることもできる。ミキサーとしては、例えばスタティックミキサーを用いることができる。

図 3 にスタティックミキサーの概略図を示す。図 3 に示すように、スタティックミキサー 50 はチャンバー 51 内に不活性ガスと苛性ソーダ溶液とを攪拌するための複数のエレメント 52 を有している。そして、チャンバー 51 の入口から苛性ソーダ溶液が流入し（図 3 の A 参照）、ガス流入口 53 から不活性ガスが流入し、接触した両者をエレメント 52 によって攪拌する。このようにスタティックミキサー 50 の攪拌効果によりシリコン酸化物との接触と溶解を促進することができる。

[0034] さらに、接触手段 2 としてナッシュポンプを用いることもできる。図 6 にナッシュポンプの概略図を示す。図 6 に示すように、ナッシュポンプ 60 は

苛性ソーダ溶液を収容する円筒状のケーシング 6 1、ケーシング 6 1 の中心軸と偏心した位置に中心軸を有し、その軸周りに回転可能なインペラー 6 2、排気口 6 3、吸気口 6 4 を有している。そして、外周に羽根を有したインペラー 6 2 を回転させると、ケーシング 6 1 の内筒壁に沿って苛性ソーダ溶液が流れて環流を形成してポンプ内を圧縮し、吸気口 6 4 から不活性ガスが流入して苛性ソーダ溶液と接触し、インペラー 6 2 の回転によって両者が攪拌され、シリコン酸化物との接触と溶解が促進される。そして、シリコン酸化物が除去された不活性ガスは排気口 6 3 より排出される。

[0035] このように、不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段 2 が、スクラバー、エゼクター、ミキサー、又はナッシュポンプのいずれかであれば、強アルカリ溶液とシリコン酸化物とを効率的に接触させてシリコン酸化物の溶解を促進し、その除去効果をより効果的に向上できるものとなる。

或いは、これら 2 つ以上を組み合わせることにより、さらに強アルカリ溶液とシリコン酸化物との攪拌効果を高めるようなものとしても良い。例えば、図 4 に示すように、エゼクター 4 0 とスタティックミキサー 5 0 を直列接続するように構成することができる。このような構成であれば、強アルカリ溶液とシリコン酸化物との攪拌効果を高めてシリコン酸化物の高捕集率を達成することができる。

[0036] また、図 1、図 4 に示すように、シリコン酸化物除去装置 1 は、上述のようにして強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ性物質を中和させる手段（中和手段） 5 を有している。

この中和手段 5 を、例えば水洗スクラバーとして構成し、強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに水を噴射することによって、不活性ガスに含まれるアルカリ性物質を中和し、気液分離することができる。或いは、中和手段 5 を酸スクラバーとして構成し、同様に酸を噴射することによって、例えばアルカリ性である苛性ソーダ溶液や上記反応によって生成された Na_2SiO_3 （ケイ酸ナトリウム）を中和し、気液分離することができる。

[0037] このように本発明のシリコン酸化物除去装置 1 は、少なくとも、シリコン

単結晶製造装置 20 から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液 8 に接触させる手段 2 と、該強アルカリ溶液 8 に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ性物質を中和させる手段 5 とを具備しているので、単結晶製造装置 20 から排出される不活性ガス中の従来分離が非常に難しかった微粉末のシリコン酸化物を効果的に分離して、その除去効果を低コストで向上できるものとなる。その結果、シリコン酸化物が効果的に除去された不活性ガスの再利用が可能となる。

[0038] また、本発明のシリコン酸化物除去装置 1 では、微粉末のシリコン酸化物を強アルカリ溶液 8 と反応させた後に中和するものであるので、除去後に微粉末を取り扱う必要がないためメンテナンス性が高く、これにより運転コストも低コストに抑えることができる。

また、上記したように、本発明のシリコン酸化物除去装置 1 では強アルカリ溶液として、苛性ソーダ溶液以外にも、水酸化カリウム溶液、水酸化リチウム溶液、水酸化ルビジウム溶液、水酸化セシウム溶液等を用いることができるが、特に苛性ソーダ溶液はコストが低いため好ましく用いることができる。

[0039] 次に、本発明のシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備について以下説明する。

図 1、図 4 に示すように、本発明のシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備 10 は、上記した本発明のシリコン酸化物除去装置 1 と、不活性ガス中の不純物ガス等を除去する精製装置 6 を具備している。

そして、シリコン単結晶製造装置 20 から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を本発明のシリコン酸化物除去装置 1 により除去し、その後、精製装置 6 によって不活性ガス中に含まれる各種の不純物ガス等を除去するものとなっている。

[0040] ここで、精製装置 6 は、従来と同様に構成することができ、例えば、触媒反応によって不純物ガスを CO_2 、 N_2 、 H_2 、 O_2 等にまとめて転換して吸着剤によって除去するものとすることができる。或いは、液化蒸留法、膜分離

法等の方法による精製装置 6 とすることもできる。

このように本発明のシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備は、本発明のシリコン酸化物除去装置によって、従来分離が非常に難しかった微粉末のシリコン酸化物を効果的に分離して除去でき、高純度に精製された不活性ガスをシリコン単結晶製造装置に供給して再利用することができるものである。

[0041] また、本発明のシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備において、微粉末のシリコン酸化物を強アルカリ溶液と反応させて中和するので、除去後に微粉末を取り扱う必要もないためメンテナンス性が高く、これにより運転コストも低コストに抑えることができる。

[0042] 尚、上記したように、本発明のシリコン酸化物除去装置は不活性ガス中のシリコン酸化物を低コストで効果的に除去できるものなので、処理後の不活性ガスを回収する場合のみならず、固形物・微粉末の処理装置として単独に利用することで高効率集塵装置として利用することも可能である。

[0043] 以下、本発明の実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0044] (実施例 1)

図 1 及び図 4 に示すような本発明のシリコン酸化物除去装置を用いて、シリコン単結晶製造装置から排出されたアルゴンガス中のシリコン酸化物を除去した。アルゴンガスは $1\ \mu\text{m}$ 以上のシリコン酸化物が $3.3\ \text{mg}/\text{m}^3$ 含まれたものを用いた。また、強アルカリ溶液として、濃度が 25% で、 60°C に加熱した苛性ソーダ溶液を用いた。また、不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段として、スクラバー、エゼクター、スタティックミキサー、ナッシュポンプ、及びエゼクターとスタティックミキサーを直列接続したものをを用いそれぞれのシリコン酸化物の除去率を評価した。

[0045] 結果を表 1 に示す。表 1 に示すように、接触手段がいずれの場合も後述する比較例と比べ除去率が向上しており、特にエゼクターとスタティックミキ

サーを直列接続したものではシリコン酸化物を完全に除去することができた。

このように、本発明のシリコン酸化物除去装置は、単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物の除去効果を向上できることが確認できた。

[0046] (実施例 2)

苛性ソーダ溶液の温度を 30℃、50℃、60℃、100℃と変化させ、苛性ソーダ溶液の濃度を 10～50%の範囲で変化させて、実施例 1 と同様にシリコン酸化物の除去を行い、その除去率を評価した。ここで、不活性ガスを苛性ソーダ溶液に接触させる手段として、エゼクターを用いた。

その結果、苛性ソーダ溶液の濃度によってシリコン酸化物の除去率が変化していることが分かった。その濃度が 20～50%であれば、除去率が十分に向上するため好ましく、特に 20～30%の濃度がより好ましいことが確認できた。

また、苛性ソーダ溶液の温度を高くすることでシリコン酸化物の除去率を向上できることが分かった。その温度が 50～100℃であれば、除去率が十分に向上するため好ましく、特に 50～60℃の温度とすれば、例えば容器や配管等に塩化ビニル製のものを用いてコストを削減することもできるので、除去率とコスト面において好ましいことが分かった。

[0047] (比較例)

従来の不活性ガスを水に通すことによってバブリングするスクラバーを用いて不活性ガス中のシリコン酸化物を除去し、その除去率を評価した。不活性ガスは実施例 1 と同様の条件のものを用いた。

その結果を表 1 に示す。表 1 に示すように、除去率は 30%と実施例 1 の結果と比較して悪化していることが分かる。

[0048]

[表1]

		シリコン酸化物除去率	備考
実施例 1	スクラバー	4 0 %	2 5 % 苛性ソーダ
	エゼクター	9 5 %	2 5 % 苛性ソーダ
	スタティックミキサー	9 5 %	2 5 % 苛性ソーダ
	ナッシュポンプ	9 5 %	2 5 % 苛性ソーダ
	エゼクター + スタティックミキサー	1 0 0 %	2 5 % 苛性ソーダ
比較例		3 0 %	水

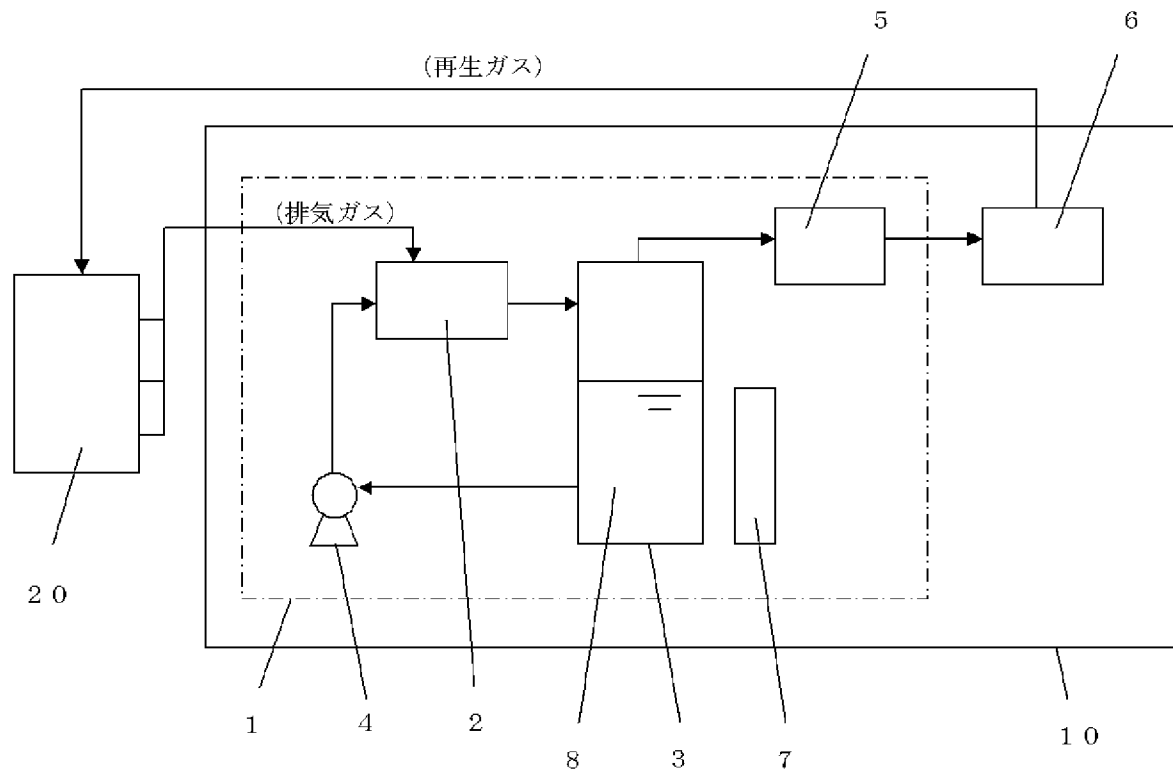
[0049] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

請求の範囲

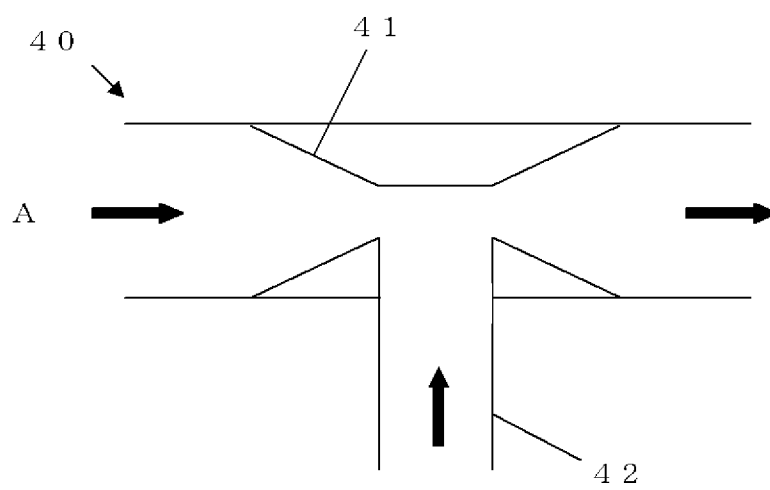
- [請求項1] シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガス中のシリコン酸化物を除去するシリコン酸化物除去装置であって、
- 少なくとも、前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段と、該強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段とを具備することを特徴とするシリコン酸化物除去装置。
- [請求項2] 前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを強アルカリ溶液に接触させる手段は、スクラバー、エゼクター、ミキサー、及びナッシュポンプのいずれか、又はこれら2つ以上を組み合わせたものであることを特徴とする請求項1に記載のシリコン酸化物除去装置。
- [請求項3] 前記強アルカリ溶液に接触させた不活性ガスに含まれるアルカリ物質を中和させる手段は、水洗スクラバー又は酸スクラバーであることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のシリコン酸化物除去装置。
- [請求項4] 前記シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスに接触させる前記強アルカリ溶液を加熱する機構を有することを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれか1項に記載のシリコン酸化物除去装置。
- [請求項5] 前記強アルカリ溶液は、苛性ソーダ溶液であることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載のシリコン酸化物除去装置。
- [請求項6] シリコン単結晶製造装置から排出される不活性ガスを回収して精製

し、該精製した不活性ガスを前記シリコン単結晶製造装置に供給するシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備であって、少なくとも、前記不活性ガスを精製する前に、該不活性ガス中のシリコン酸化物を除去する請求項 1 乃至請求項 5 のいずれか 1 項に記載のシリコン酸化物除去装置を具備するものであることを特徴とするシリコン単結晶製造装置の不活性ガス回収設備。

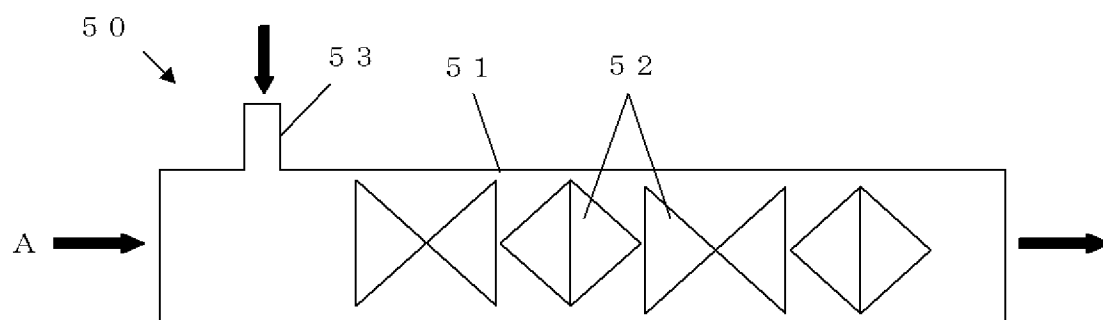
[図1]



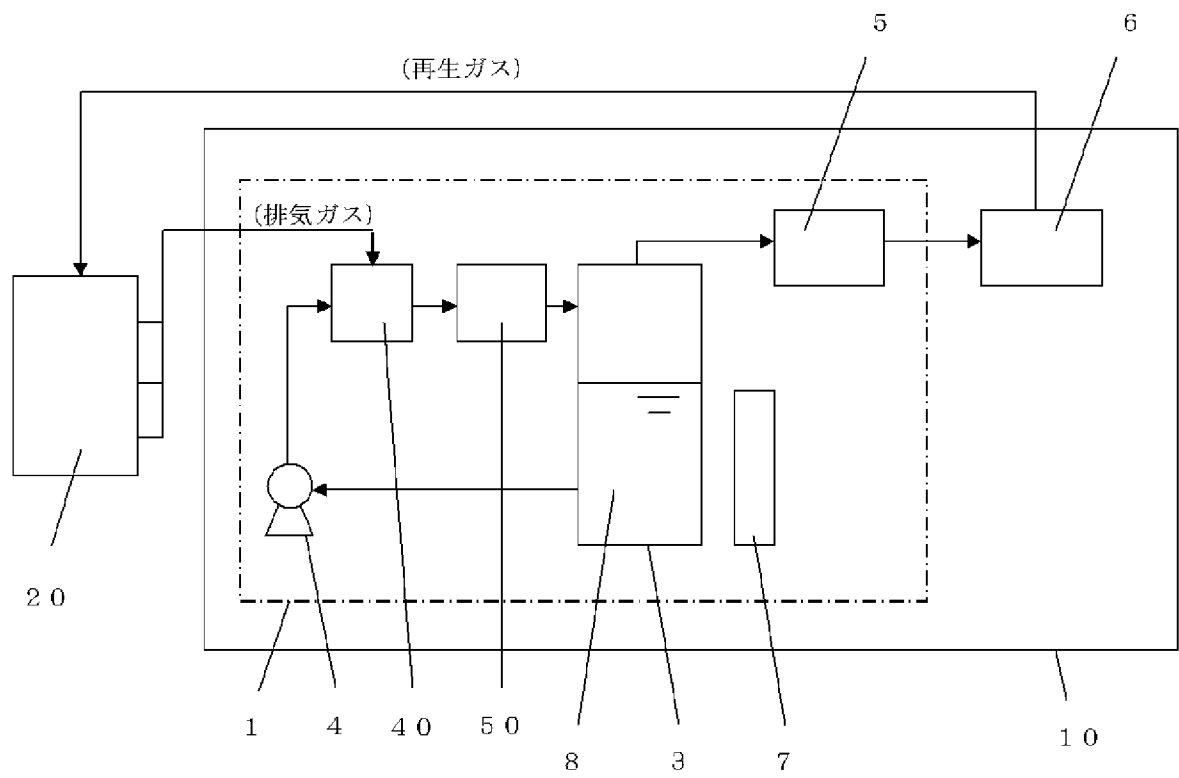
[図2]



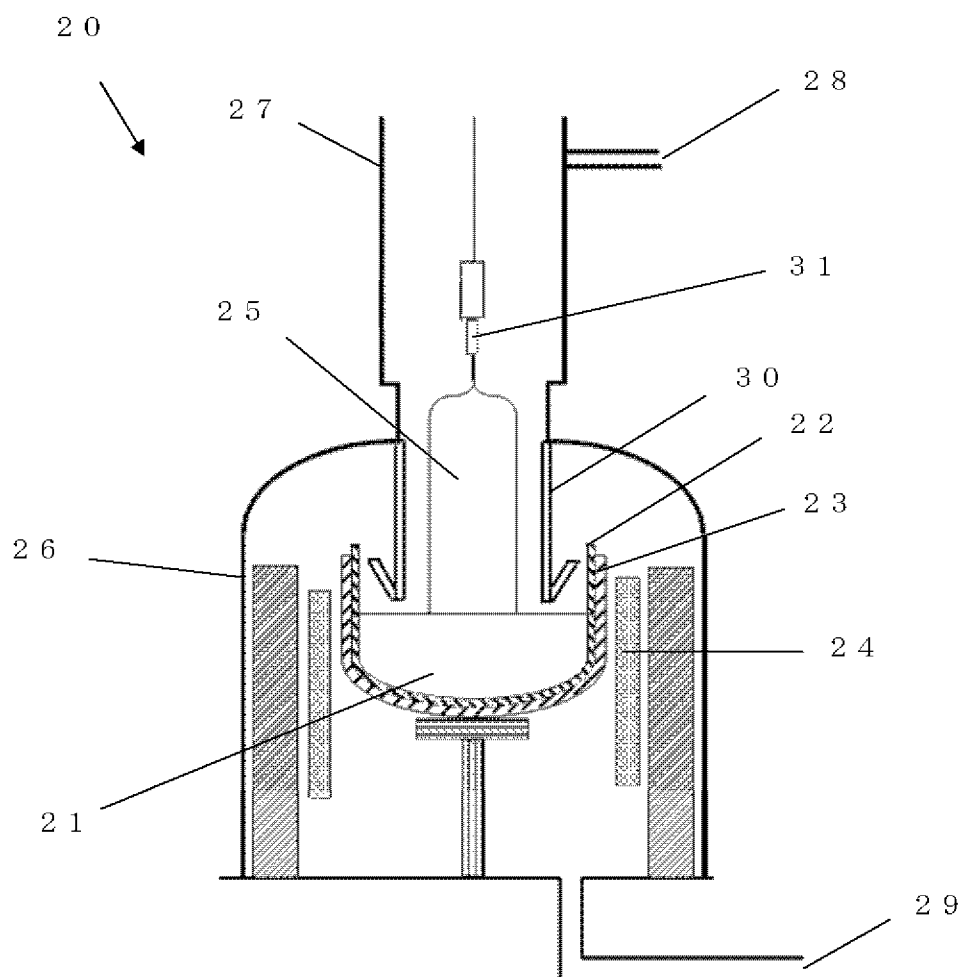
[図3]



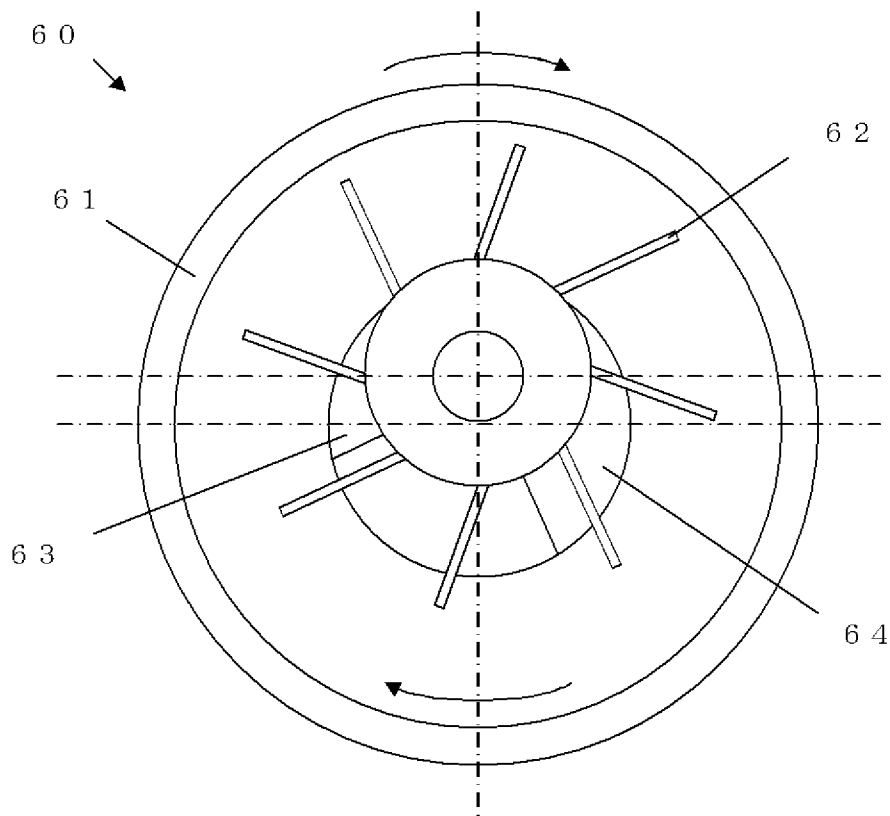
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/003548

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/06(2006.01)i, C30B15/00(2006.01)i, C30B35/00(2006.01)i, F27B14/08(2006.01)i, F27D17/00(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)

C30B29/06, C30B15/00, C30B35/00, F27B14/08, F27D17/00

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	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

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

JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-2180 A (Wacker Siltronic AG.), 08 January 2004 (08.01.2004), paragraphs [0003] to [0006] & US 2003/0200867 A1 & DE 10218491 B & CN 1453399 A	1-6
Y	WO 2008/027156 A1 (EXXONMOBIL RESEARCH AND ENGINEERING CO.), 06 March 2008 (06.03.2008), paragraph [0003] & JP 2010-501332 A & US 2008/0050299 A1 & EP 2059324 A	1-6

☒ 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

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 June, 2010 (09.06.10)

Date of mailing of the international search report
29 June, 2010 (29.06.10)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/003548

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 62-186924 A (Standard Elektrik Lorenz AG.), 15 August 1987 (15.08.1987), page 4, lower left column, line 9 to lower right column, line 1; drawings & US 4765805 A & EP 0237464 A2 & DE 3603511 A1	2, 3
Y	JP 2853757 B2 (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 03 February 1999 (03.02.1999), claims; fig. 1 to 3 (Family: none)	6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C30B29/06(2006.01)i, C30B15/00(2006.01)i, C30B35/00(2006.01)i, F27B14/08(2006.01)i, F27D17/00(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. C30B29/06, C30B15/00, C30B35/00, F27B14/08, F27D17/00

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

JSTPlus(JDreamII)

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
Y	JP 2004-2180 A (ワッカー ジルトロニック アクチエンゲゼルシャフト) 2004.01.08, 段落【0003】 - 【0006】 & US 2003/0200867 A1 & DE 10218491 B & CN 1453399 A	1 - 6
Y	WO 2008/027156 A1 (EXXONMOBIL RESEARCH AND ENGINEERING COMPANY) 2008.03.06, [0003] & JP 2010-501332 A & US 2008/0050299 A1 & EP 2059324 A	1 - 6

☒ 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

0 9 . 0 6 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

2 9 . 0 6 . 2 0 1 0

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)

田中 則充

4 G

9 7 3 0

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

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 62-186924 A (スタンダード・エレクトリック・ローレンツ・アクチエンゲゼルシャフト) 1987. 08. 15, 第 4 頁左下欄第 9 行-右下欄第 1 行, 図面 & US 4765805 A & EP 0237464 A2 & DE 3603511 A1	2, 3
Y	JP 2853757 B2 (信越半導体株式会社) 1999. 02. 03, 特許請求の範囲, 図 1-図 3 (ファミリーなし)	6