

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3592660号  
(P3592660)

(45) 発行日 平成16年11月24日(2004.11.24)

(24) 登録日 平成16年9月3日(2004.9.3)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C 0 1 B 33/02

F I

C O 1 B 33/02

E

請求項の数 5 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2001-259479 (P2001-259479)	(73) 特許権者	591004043
(22) 出願日	平成13年8月29日 (2001.8.29)		コリア リサーチ インスティテュート
(65) 公開番号	特開2002-220219 (P2002-220219A)		オブ ケミカル テクノロジー
(43) 公開日	平成14年8月9日 (2002.8.9)		KOREA RESEARCH INST
審査請求日	平成13年8月29日 (2001.8.29)		TUTE OF CHEMICAL T
(31) 優先権主張番号	2001-237		ECHNOLOGY
(32) 優先日	平成13年1月3日 (2001.1.3)	(74) 代理人	100072051
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		弁理士 杉村 興作
		(72) 発明者	キム ヒヨン
			大韓民国 テジョン ユソンーク ウフン
			ードン ハンビット アpartment 1
			01-203

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多結晶シリコンの製造装置

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ガス分散器をもつ流動ガス供給手段、反応ガスノズルをもつ反応ガス供給手段が備えられた流動層反応器を含む多結晶シリコンの製造装置において、前記反応ガス供給手段の反応ガスノズルが該反応ガスノズルの表面にエッチングガスを供給するためのエッチングガスノズルの内部に同軸の二重管の形で装着されることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置。

## 【請求項 2】

前記反応ガスノズルとエッチングガスノズルの材質が、石英、シリカ、窒化ケイ素、表面が酸化処理されたシリコン、及びこれらの成分がコーティングされた炭素及び炭化ケイ素の中から選択されたものであることを特徴とする請求項 1 記載の多結晶シリコンの製造装置。

## 【請求項 3】

反応ガスノズルの出口及びエッチングガスノズルの出口の高さが互いに同一高さであるか、あるいは 10 ~ 30 mm の範囲で異なっていることを特徴とする請求項 1 記載の多結晶シリコンの製造装置。

## 【請求項 4】

エッチングガスノズルと反応ガスノズルとの間の環状空間に固定充填剤が充填されていることを特徴とする請求項 1 記載の多結晶シリコンの製造装置。

## 【請求項 5】

10

20

前記固定充填剤が、石英、酸化ケイ素 ( $\text{SiO}_2$ )、シリコン ( $\text{Si}$ )、窒化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )、表面が酸化処理されたシリコン、及びこれらの成分がコーティングされた炭素 ( $\text{C}$ ) 及び炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ ) から選択されたものであることを特徴とする請求項4記載の多結晶シリコンの製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、多結晶シリコン (*polycrystalline silicon*) の製造方法及びその装置に関し、さらに詳しくは、流動層反応器を用いて粒子形態の多結晶シリコンを量産するにおいて、流動層反応器に塩化水素を含むエッチングガスを供給するノズルを備えて反応ガス供給手段の出口表面にシリコンが析出して堆積されるのを有効に防ぎ、多結晶シリコンを量産する際に反応器を連続的に運転できるようにする多結晶シリコンの製造方法及び装置に関する。

10

【0002】

【従来の技術】

高純度の多結晶シリコンは、光起電力用途において半導体ウェーハ用のシリコン単結晶や太陽電池用のシリコン薄板素材の原料として使用される。多結晶シリコンを製造するためには、シリコン元素を含有する反応ガスの熱分解又は水素還元反応でシリコン表面にシリコン元素を連続的に析出する化学気相蒸着 (*Chemical Vapor Deposition: CVD*) 方式が使用される。

20

【0003】

このように半導体応用のために使用される多結晶シリコンの量産化のために、これまで鐘形 (*bell-jar type*) の反応器が主として使用されてきており、この反応器を用いて製造された多結晶シリコン製品の直径は約50～300mmの棒形状を有する。電気抵抗加熱を必要とする鐘形反応器は、シリコン析出によって増加する棒の直径に限界があるため、製品を連続的に生産できないだけでなく、約1000以上にシリコン棒の表面の温度を保持させるための電力消費量が非常に大きいという短所がある。

【0004】

これらの問題を解決するために、最近では大きさ0.5～5mm程度の粒子形態に多結晶シリコンを生成しうる流動層反応器を応用したシリコン析出方法が開発された。この方法によれば、反応器の下部から上部に向かって供給される反応ガスによりシリコン粒子が流動される流動層が形成され、高温に加熱されたこれらシリコン粒子の表面に反応ガス中のシリコン元素が連続して析出するため、粒子が益々大きくなって多結晶シリコン製品が生産される。この時、小さいシリコン種粒子 (*seed crystal*) は、シリコン元素が連続的に析出することによって大きくなるため、大きな粒子は流動性が低下して流動層の下部に漸次沈むことになる。ここで、種粒子は流動層内に連続的または周期的に供給することができ、析出反応によりその大きさが増加したシリコン粒子、すなわち多結晶シリコン製品は反応器の下部から連続的又は周期的に抜くことができる。

30

【0005】

このように鐘形反応器又は流動層反応器を用いて製造された多結晶シリコンは、チョクラルスキ法の成長装置で生産され、該装置では半導体ウェーハの基本素材であるシリコン単結晶の製造に主に使用される。大部分のシリコン単結晶は約1400以上の融点に加熱されるるつぼ内で原料の高純度多結晶シリコンを溶かし、熔融液から単結晶を徐々に育てていく。シリコン単結晶を製造するとき、流動層反応器で生産された粒子形態の多結晶シリコンは元の状態で単結晶成長用のるつぼに直ぐ投入しうるに対し、従来の鐘形反応器で生産された棒形態の多結晶シリコンはるつぼに投入するために粉碎し適当な大きさの選別工程を経なければならぬという煩わしさがあった。また、前記粉碎及び選別工程でシリコンの表面が不純物で汚染されるため、不純物を除去するために高純度の無機酸を用いたエッチング、超純水を用いた洗浄、清浄雰囲気での乾燥及び包装などの複雑な追加過程が必要であった。

40

50

## 【 0 0 0 6 】

このように鐘形反応器で生産された棒形態の多結晶シリコンは、追加の処理過程において製品損失及び汚染された不純物の除去による処理費用の発生のような深刻な問題を抱えているため、今後も流動性反応器による粒子形態の多結晶シリコン製品が棒形態の製品を徐々に取って代わると期待されている。

## 【 0 0 0 7 】

一方、流動層反応器は、析出反応が起きるシリコン粒子の表面積が非常に広く、同じ反応条件における反応率が鐘形反応器のそれに比べて著しく高いという長所がある。

## 【 0 0 0 8 】

しかしながら、シリコン含有ガスは約 300 ~ 400 の温度（初期分解温度）以上で自ら分解してシリコンを析出し始めるため、反応温度が初期分解温度より高くなると流動層反応器内の固体表面には、その表面の材質に拘わらず、シリコンが析出される。従って、流動中のシリコン粒子の表面でシリコン析出・堆積が起きるだけでなく、反応温度に近い高い温度に保たれる反応ガス供給手段の表面でもシリコンが析出・堆積する問題が流動層反応器内で発生する。

10

## 【 0 0 0 9 】

このように反応ガス供給手段の表面にシリコン析出物が堆積される問題は、反応ガスが流動層内に噴射される反応ガス供給手段の出口側で最も深刻である。反応ガス供給手段の表面、特に流動中の高温のシリコン粒子と常に接触する反応ガスの出口側の表面にシリコンが析出されると、出口表面の温度はシリコン粒子の温度とほぼ同じ温度に維持される。従って、噴射された反応ガスによって反応ガス供給手段の出口表面にシリコンが析出し続け、それによって出口表面に析出・堆積したシリコンの厚さも徐々に増加し続ける。

20

## 【 0 0 1 0 】

このようなシリコン析出物の堆積は、流動層反応器の連続運転を不可能にし、シリコン多結晶を量産する上で深刻な問題を招く。シリコン析出物の堆積は、反応ガス供給手段の出口側の構造、反応ガスの噴射形態、流動中のシリコン粒子との接触形態によってある程度異なってくるものの、反応ガス供給手段の出口側の表面に堆積されるシリコン析出物の量は反応器の運転時間に従って益々増えて反応ガスの出口が構造的に変わってしまうことは言うまでもなく、最終的には詰り現象が起こることもある。

## 【 0 0 1 1 】

これらの問題に加えて、このように反応ガス供給手段の表面にシリコン析出物が堆積することによって、反応器の性能劣化、及び運転上の混乱を招くだけでなく、その析出物層又は塊による物理的又は熱的な変形と応力を誘発して反応ガス供給手段自体にも亀裂や破損を引き起こし、事故の危険性も高い。

30

## 【 0 0 1 2 】

これらの問題を解決すべく、反応ガス供給手段内に冷却水、オイル、ガスなどの冷媒を循環させて該供給手段の表面温度を一定温度以下に保つか、又は反応器の外部での反応ガス予熱を最小限に止め、反応ガス供給手段の温度を下げるようにすることもできる。この場合、約 1000 に至る反応器内に晒される反応ガス供給手段の表面温度、特に反応ガスの出口側の表面温度を、シリコン含有シランガスの初期分解温度以下に下げするためには、反応ガス供給手段自体の冷却が十分になされるべきである。しかしながら、反応器内で不純物による汚染を防止するためには低い熱伝導度をもつ高純度の無機素材を反応ガス供給手段を構成する材料として使用しなければならない、従って、反応ガス供給手段の表面を十分に冷却させるのは非現実的である。たとえそのような冷却が可能であっても、シリコン析出が起こるシリコン粒子の表面とこれに接する反応ガス供給手段の表面間の温度差が非常に大きくなるように供給手段が冷却されると、反応ガスの過冷につながる恐れもある。

40

## 【 0 0 1 3 】

このように反応ガス供給手段の内部を冷却するのは、熱供給が困難な流動層から輻射、対流、及び伝導により高い熱伝達を通じて過量の熱を奪うことになる。粒子形態の多結晶シ

50

リコンの生産において、特に、生産速度が大きくなると反応器内の流動層の加熱が最も重要且つ難しい問題になるという点を考慮すると、反応ガス供給手段を十分に冷却すると反応器内からの莫大なエネルギー損失となり好ましくない。しかも、このような冷却によって低い温度で供給される反応ガスは、流動層の内部、即ち析出反応が起こるシリコン粒子の表面をさらに冷却させて析出反応速度を落とし、反応器の効率と生産速度を大きく低下させる問題がある。

【0014】

シランガスを初期分解温度より低い温度で反応器内に供給する従来の技術は、米国特許番号第4150168号及び第4786477号に開示されており、ここでは流動層と直接接触する反応ガス供給手段を冷却水のような冷媒を用いて冷却させる方法を使用している。しかし、この方法は流動層と接触する反応ガス供給手段を人工的に冷却させて反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出されない程度に低い温度を保った状態で反応ガス供給手段からの低温の反応ガスを流動層内に噴射するため、析出が起こるべきシリコン粒子の表面を急冷させ、反応器内の加熱を一層困難にする問題がある。さらに深刻な問題は、前述の方法を使用しても反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出して堆積されるのは実際上解決できないという点である。

10

【0015】

前述の如く、反応ガス供給手段が反応器内の流動層に晒されて高温のシリコン粒子と接触し、反応ガス供給手段、特に反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコンが析出される深刻な問題があるにも拘わらず、流動層反応器の特性上、これといった解決方法が未だ提案されていない現状である。

20

【0016】

【発明が解決しようとする課題】

前述したように、従来の鐘形反応器を用いて多結晶シリコンを製造する方法は、多結晶シリコンを連続生産することができない以外に、電力消費も大きく、製品として使用する前に後処理工程を行わなければならない問題があった。一方、前記鐘形反応器の代わりに使用された流動層反応器は、前記問題点のある程度解決したが、反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出して堆積されるのを防止しなければ、反応器を連続稼働できないという問題があった。

【0017】

そこで、反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出して堆積されるのを防ぎ、流動層反応器を連続稼働せうる多結晶シリコンの製造方法及び装置の開発が切実に要求されることになった。

30

したがって、本発明は、前記問題点を解決すべく、流動層反応器の反応ガス供給ノズルの表面に塩化水素を含むエッチングガスを注入する方法により反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出して堆積されるのを防ぎ、反応器を連続稼働せうる、改良された多結晶シリコンの製造方法とその装置を提供することにその目的がある。

【0018】

【課題を解決するための手段】

本発明では、流動層反応器に反応ガスを供給しながらシリコン粒子を流動させて多結晶シリコンを連続的に製造する方法において、流動層反応器の反応ガス供給手段の表面に塩化水素を含有するエッチングガスを注入することによって、反応ガス供給手段の表面にシリコンの析出・堆積するのを防ぐ、連続的に多結晶シリコンの製造する方法が提供される。

40

【0019】

また、本発明では、ガス分散器をもつ流動ガス供給手段、反応ガスノズルをもつ反応ガス供給手段が備えられた流動層反応器を含む多結晶シリコンの製造装置において、表面にエッチングガスを供給するためのエッチングガスノズルの内部に同軸の二重管の形で前記反応ガス供給手段の反応ガスノズルが装着されることを特徴とする多結晶シリコンの製造装置が提供される。

【0020】

50

**【発明の実施の形態】**

以下、本発明をさらに詳細に説明する。

本発明は、シリコン粒子を流動させる流動層反応器内に反応ガスを供給しながら多結晶シリコンを製造する方法において、塩化水素を含有するエッチングガスを供給するエッチングノズルを装着することによって、反応ガス供給手段の表面にシリコンが析出して堆積されるのを有効に防ぎ、反応器を連続して運転できるようにする多結晶シリコンの製造方法とその装置に関する。

**【0021】**

本発明に使用されるエッチングガスは、塩化水素を含有し、塩化水素との反応性のない水素、窒素、アルゴン、又はヘリウムなどの不活性ガスをさらに混合して使用することができる。

10

本発明に使用される反応ガスは、多結晶シリコンの製造に一般に使用される四塩化シリコン( $\text{SiCl}_4$ )、三塩化シラン( $\text{SiHCl}_3$ )、二塩化シラン( $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ )、又はモノシラン( $\text{SiH}_4$ )などのシリコン元素を含有するガス(シランガス)成分を1種以上含有し、水素をさらに含有してもいい。

本発明に使用される反応ガスに加えてガス分散器を通して供給される流動ガスには、シリコン元素を含有しない窒素、水素、アルゴン、ヘリウムなどのガスが使用できる。また、このような流動ガス成分は反応ガスに含まれてもいい。

**【0022】**

本発明に使用されるエッチングガスがシリコン析出物を取り除くというのは化学的に周知のことであって、文献( Process Economics Program Report No. 160 ' Silicones ', pp. 65 - 70, SRI International, June, 1983 )に記載してあるように、シリコン金属は約300以上の温度で塩化水素とシリコンとの間で非可逆的なガス化反応を通じて三塩化シラン及び四塩化シリコンなどの塩化シラン、シリコンを生成する。このガス化反応は約300でも非常に速い速度で行われる。三塩化シラン反応ガスの場合、本発明で使

用されるシリコン析出用の流動層反応器の反応温度は約1000であるのでガス化反応がさらに加速化してほとんど瞬間的に起こるようになる。したがって、本発明は、エッチングガスノズル4を通して供給されるエッチングガスが反応ガスノズル3の出口側の表面に生成されるシリコン析出物と接触してそのノズル4の出口のまわりで接触しながらシリ

コン析出物を非常に速い速度でガス化して除去する化学反応によって、反応ガス供給手段の表面にシリコン析出物が堆積される問題を解決する。そして、塩化水素とシリコンとの間のガス化反応は非可逆的であるという性質を考慮すると、出口に析出するシリコン粒子が減少するのに過量の塩化水素を供給する必要がない。

20

30

**【0023】**

本発明によるエッチングガスの組成及び供給方法は種々に適用されることができる。まず、エッチングガスの主成分である塩化水素は、不活性ガスと混合することなくそのまま供給してもいい。しかし、前記流動層反応器の運転目的が流動中のシリコン粒子の表面にシランガスの熱分解又は水素還元反応によってシリコン元素を析出させることにあるため、流動層反応器内に塩化水素を、多量に高い濃度で供給する必要はない。

40

**【0024】**

また、エッチングガスの供給形態及び供給速度は制限がない。エッチングガスを連続的に供給してもいいが、間欠的に供給しても本発明の目的を達成するに支障はない。例えば、エッチングガスノズル4を通して不活性ガスの水素、窒素、アルゴン又はこれらの混合ガスを供給し続けながら反応ガスノズルの入口の反応ガス圧力( $P_r$ )と反応器の内圧( $P_v$ )との差( $P = P_r - P_v$ )又はエッチングガスノズルの入口からのエッチングガス圧力( $P_e$ )と反応器の内圧( $P_r$ )との差( $P = P_e - P_v$ )の圧力差の増加を測定することができる。測定値  $r$  は、前記反応ガスノズルの出口側の表面に生成されたシリコン析出物の量を間接的に示す。 $P$  値が所定の基準値を超える場合、塩化水素を不活性ガスに混ぜてエッチングガスで析出物を取り除く。そして  $P$  値が再び減少すると、エッ

50

チングガス中の塩化水素の濃度を減らすか、0にすることもできる。この方法では、塩化水素の供給量を減らすこともでき経済的である。

【0025】

一方、塩化水素の供給量を慎重に制御することは臨界的ではない。塩化水素は必要以上に供給しても、流動中のシリコン粒子の表面で強力な発熱反応であるガス化反応によって流動層の内温を上昇させて析出反応速度を速める間接的な効果もあるため、塩化水素の供給量や濃度を入念に制御する必要はないが、エッチングガスに含まれる塩化水素の供給量を、反応ガスに含まれるシランガスの供給量に比べてモル(mole)数基準で40%以下に制御するのが好ましい。仮に、エッチングガスに含まれる単位時間当たり塩化水素の供給量がシランガスの供給量に比べてモル数基準約40%以上より多くなると、シリコン粒子の表面における析出効率が反って低下し、好ましくない。

10

【0026】

また、エッチングガスノズルを通した不活性ガスの供給を持続すると、エッチングガスに含まれる塩化水素の濃度を周期的に変化させても本発明の目的を達成するには支障がない。従って、本発明を流動層反応器に適用するとき、反応器の特性と運転状況を考慮した多様な設計及び運転条件の設定が可能である。

そして、本発明によるエッチングガスノズルが装着された流動層反応器を通過した反応ガス及び流動ガスの混合物は廃ガスとして反応器の上部から排出される。廃ガス中の未反応シランガス、水素ガス、反応副生物である塩化水素、及びシラン副生物は回収されて精製の後反応器に再び供給される。

20

【0027】

以下、添付した図面を参照しつつ本発明をさらに詳細に説明する。図面符号は後述する図面の簡単な説明の通りである。

図1は、本発明の多結晶シリコンの生産に使用する流動層反応器の概略的な断面図である。

通常、シリコン粒子を流動層反応器1中のガス分散器2の上に充填し、反応ガスと流動ガスをそれぞれ反応ガスノズル3とガス分散器2を通して供給することによってシリコン粒子を流動化させる。従って、流動層反応器1の反応ガス供給手段は、流動ガス供給用のガス分散器2とこれにつながる反応ガス供給ノズル3とから構成される。

【0028】

本発明は、前記流動層反応器に備えたエッチングガスノズル4を通して塩化水素と不活性ガスとからなるエッチングガスを供給することによって反応ガス供給手段にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐ。

30

反応ガスノズル3をエッチングガスノズル4の内部に互いに同軸状の二重管(double pipe)の形で装着するのが好ましい。又、反応ガスノズルの出口とエッチングガスノズルの出口の高さが同一か、あるいは約10~30mmの範囲で互いに異なる高さに位置するように装着するのが好ましく、反応ガスノズル出口とエッチングガスノズル出口の高さをガス分散器より高くし、流動層反応器内に位置させるのが好ましい。

【0029】

反応ガスノズル3、エッチングガスノズル4、ガス分散器2の材質には、シリコン粒子の不純物による汚染を防止するために石英、酸化ケイ素( $SiO_2$ )、窒化ケイ素( $Si_3N_4$ )、表面を酸化処理したシリコン(Si)などの素材または前記成分がコーティングされた炭化ケイ素(SiC)や炭素(C)などの高純度の無機素材を使用するのが好ましい。

40

また、流動層反応器に使用されるガス分散器2と反応ガスノズル3は単一ボディからなっても良く、製品粒子の排出手段7を含めて各部分が組み立てられた形で結合されてもいい。

【0030】

ガス分散器2には、平板形又は円錐形など流動ガスを必要な形態に分散させうるいずれの形態も適用することができる。

50

また、反応ガスは、ガス分散器 2 を通して供給できる。あるいは、一般的には高温のシリコン粒子と継続的に接触するガス分散器の出口側の表面にシリコン析出が急に起こる問題があるため、通常、流動ガスのガス分散器 2 と組み合わせた形で反応ガスノズル 3 を有する反応ガス供給手段を通してガスを供給する。

【 0 0 3 1 】

一方、反応ガスノズル 3 を通して供給する反応ガスだけではシリコン粒子を必要とされるほど全体的に流動させることができないので、所望のパターンの流動層は別の流動ガスをガス分散器 2 を通して噴射させることによって形成する。

【 0 0 3 2 】

図 2 a ~ 2 d は、本発明によるエッチングガスノズルを通してエッチングガスを流動層反応器内へ供給する方法を示す各ノズル先端部の断面図である。

10

図 2 a の方法によれば、反応ガスノズル及びエッチングガスノズルの環状出口領域が相互に接合しており、同領域に形成される多数の小穴を通してエッチングガスを分散させることによって、前記反応ガスノズル及びエッチングガスノズルの出口表面におけるシリコン析出物の生成を防ぎ、あるいは生成された析出物を取り除くことができる。

【 0 0 3 3 】

図 2 b の方法によれば、二重管形態の両ノズル間の環状の出口開口と、反応ガスノズル 3 の上部に形成される多数の小穴を通してエッチングガスを通過させ、反応ガスノズル 3 の出口部の内壁面も經由できるようにすることによって、反応ガスノズル 3 の上部の内壁面でのシリコン析出物の生成を防ぎ、あるいは生成された析出物を取り除くことができる。

20

【 0 0 3 4 】

図 2 a と図 2 b の方法を結合した図 2 c の方法によれば、反応ガスノズル 3 及びエッチングガスノズル 4 の出口表面の内外壁面に形成される多数の小穴と、反応ガスノズル 3 の上部に形成される多数の小穴を通して前記両ノズルの出口側の内、外壁の表面全体にかけてエッチングガスを分散させることによって、いずれの表面でもシリコン析出物の生成を防ぐか、または生成された析出物を取り除くことができる。

【 0 0 3 5 】

一方、二重管形状のノズル間の間隔や前記穴に流動層のシリコン粒子が不必要に出入したり、最悪の場合、粒子がエッチングガスノズルと反応ガスノズルとの環状空間に堆積したり、詰まったりしてエッチングガスの必要な流れを妨げる恐れもある。したがって、前記両ノズル間の空間に、図 2 d に示すように、好ましくは、エッチングガスノズル 4 に類似した材質の石英、シリカ、窒化ケイ素、表面が酸化処理されたシリコン、又はこれらの成分がコーティングされた炭素や炭化ケイ素などの無機粒子充填剤を埋め込んで、エッチングガスを供給してもいい。

30

【 0 0 3 6 】

前述の如く、エッチングガスを流動層反応器内に供給する方法において、エッチングガスノズルと反応ガスノズルの出口部分を図 2 a ~ 2 d のように様々な形に変化させても本発明の目的が達成できる。

【 0 0 3 7 】

図 3 a ~ 図 3 b は、本発明によるエッチングガスノズルを装着した場合、反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐ状態を示すノズル先端部の断面図であって、さらに詳しくは、図 3 a は、反応ガスノズルとエッチングガスノズルを同軸の二重管の形で装着し、反応ガスノズルの出口をエッチングガスノズルの出口より約 10 ~ 30 mm 高く装着してエッチングガスノズルを通してエッチングガスを供給することによって、反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐ状態を示すノズル先端部の断面図であり、図 3 b は反応ガスノズルとエッチングガスノズルを同軸の二重管の形で装着し、反応ガスノズルの出口をエッチングガスノズルの出口より約 10 ~ 30 mm 低く装着してエッチングガスを供給することによって、反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐ状態を示すノズル先端部の断面図である。

40

50

## 【0038】

図4 aは、従来の反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積される状態を示すノズル先端部の断面図であり、図4 bは、反応器に塩化ガスを含む不活性ガスだけを注入した場合に、本発明によるエッチングガスノズルを装着した反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積される状態を示すノズル先端部の断面図である。

## 【0039】

一方、多結晶シリコンの製造時反応器内の流動層の温度、即ちシリコン粒子の温度を高く保たなければならず、従って、効率的な加熱手段5を設けることは基本的に重要な要素である。この反応温度でシリコン粒子の表面にシリコンの析出が進むと、シリコン粒子は、その大きさが徐々に増加して製品搬出手段7を通して粒子大きさ約0.5~5mmの多結晶シリコン製品が粒子として搬出される。この製品粒子中の一部は、高純度雰囲気中で粉砕されて粒子大きさ0.3~0.5mmの種粒子とされた後、種粒子供給手段6を通して周期的又は連続的に反応器に供給される。このように種粒子供給と製品粒子の搬出を繰り返し行うことによって、粒子形態の多結晶シリコンの連続生産が可能になる。

10

## 【0040】

## 【発明の効果】

以上から述べてきたように、本発明によれば、流動層反応器を用いて粒子形態の多結晶シリコンを量産するにおいて、流動層に晒されてシリコン粒子と接する反応ガス供給手段の反応ガス出口側の表面にシリコンが析出して堆積されるのを有効に防ぐ方法と装置を提供することによって、流動層反応器を連続的に稼働させる経済的な効果が得られる。

20

## 【図面の簡単な説明】

【図1】多結晶シリコンの製造に使用する、本発明による流動層反応器の概略的な断面図。

【図2】図2 a乃至図2 dは、反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐために、本発明によるエッチングガスを流動層反応器内に供給する方法を示すエッチングガスノズルの出口部の断面図。

【図3】図3 aと図3 bは、本発明によるエッチングガスノズルを装着した反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積されるのを防ぐ状態を示すエッチングガスノズル出口部の断面図。

【図4】図4 aは従来の反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積される状態を示すノズル先端部の断面図であり、図4 bは反応器に塩化ガスを含む不活性ガスだけを噴入した場合に本発明によるエッチングガスノズルを装着した反応ガス供給手段の出口側の表面にシリコン析出物が堆積される状態を示すノズル先端部の断面図。

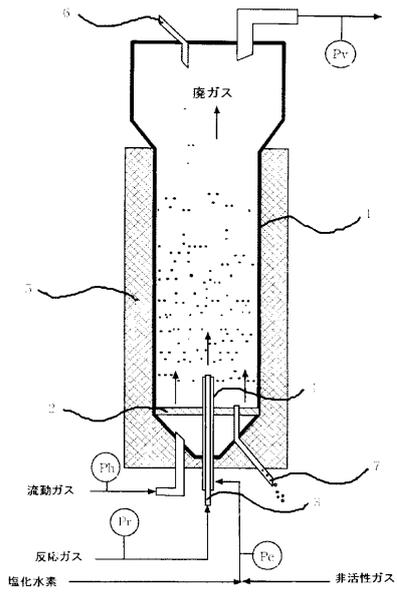
30

## 【符号の説明】

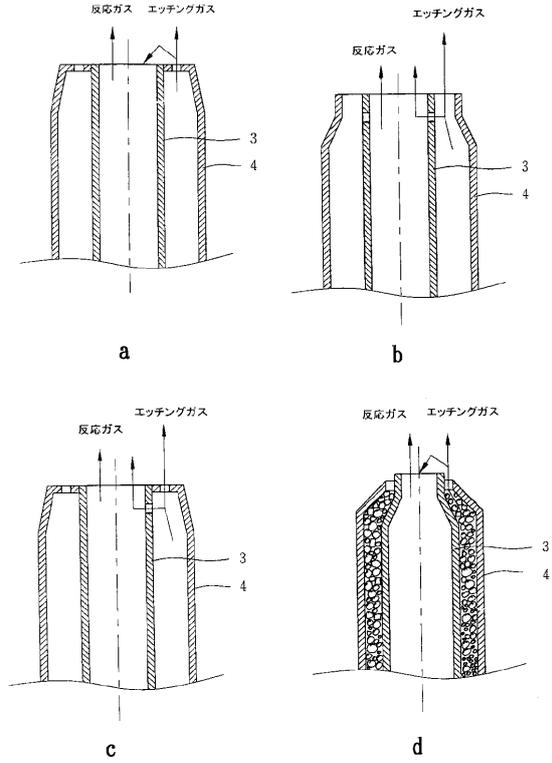
- 1：流動層反応器
- 2：ガス分散器
- 3：反応ガスノズル
- 4：エッチングガスノズル
- 5：流動層反応器加熱手段
- 6：種粒子供給手段
- 7：製品搬出手段

40

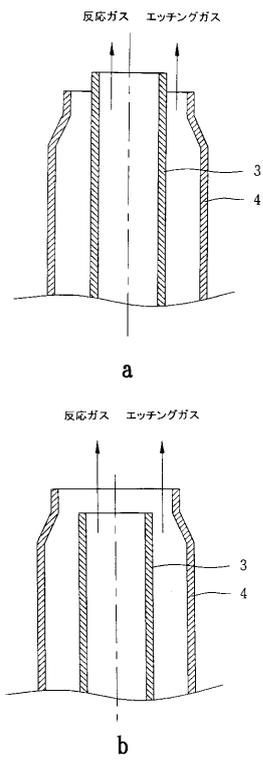
【 図 1 】



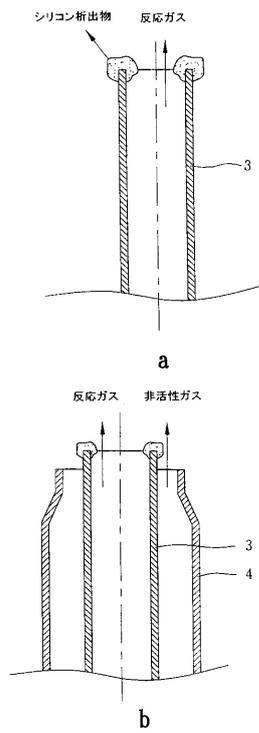
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 パク ヨンキ  
大韓民国 テジョン ユソン - ク ウフン - ドン ハンビット アpartment 119 - 302

審査官 大工原 大二

(56)参考文献 特開平10 - 158006 (JP, A)  
特開平02 - 279513 (JP, A)  
特開昭57 - 135708 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)  
C01B 33/02