

明 細 書

発明の名称：

多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置、及び該装置を用いた多結晶シリコン破碎混合物からのチャンク状物、チップ状物、又は粉状物の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置に関する。さらに、本発明は、該風力選別装置を用いた多結晶シリコン破碎混合物からのチャンク状物、チップ状物、又は粉状物の製造方法に関する。

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すること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、上記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砕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や前記ハンマーなどにより所望の粒子サイズに破碎し、次いで得られた多結晶シリコン破碎混合物を必要に応じ、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。

[0004] ここで、多結晶シリコン破碎物は、通常、そのサイズに応じ、ダスト、粉状物、チップ状物、チャンク状物などと呼ばれている。本明細書では、粒子

サイズが $500\mu\text{m}$ 未満のものを「ダスト」と呼び、粒子サイズが $500\mu\text{m}$ 以上及び $1000\mu\text{m}$ 未満のものを「粉状物」と呼び、粒子サイズが $1000\mu\text{m}$ 以上～ $1500\mu\text{m}$ 未満のものをチップ状物と呼び、さらに、粒子サイズが $1500\mu\text{m}$ 以上のものをチャンク状物と呼ぶ。これらは半導体ウェハーや太陽光発電用ウェハーの原料である単結晶シリコンの製造原料として、それぞれの粒子サイズに応じた坩堝への充填性や溶解性に応じて良好に使い分けられる。

[0005] これら粒子サイズを違えた、各多結晶シリコン破砕物が含有される多結晶シリコン破砕混合物の分級は、機械的な篩別機を用いて実施するのが普通であり、例えば、振動により篩分けする振動篩別機や回転シリンダーの回転により篩分けする篩別機等が知られている。しかしながら、係る機械的な篩別機の場合、多結晶シリコン破砕物は篩別部の金属材質との接触が過多になるため、どうしても表面金属汚染が激しくなることが避けられない。これは上記篩別部の金属材質との接触箇所を樹脂ライニング等することによりある程度には緩和できるが、それでも上記多結晶シリコン破砕物の破砕面には鋭角的な角部や突出部が存在するため、該破砕物を長時間や激しく振動させると、上記樹脂ライニングが削れてしまう等して、やはり許容できない金属汚染が生じていた。また、削れた樹脂片により、多結晶シリコン破砕物は炭素汚染の懸念もあった。

[0006] 翻って、多結晶シリコン破砕物は、半導体あるいは太陽光発電用ウェハーの原料が主用途であり、この場合、金属不純物の低減は最も強い品質要求の範疇になる。このため、多結晶シリコン破砕物と金属材質との接触を極力に避けるため、上記分級を風力分級で行うことが提案されている（例えば、特許文献1〔図1〕、及び特許文献2〔0064〕参照）。即ち、特許文献1には、多結晶シリコン等の半導体破片について、これを下方に重力落下させ、その途中で、噴射口を水平方向に向けたノズルより空気流を吹き付け、該半導体破片に含まれる粒子サイズの小さなものを水平方向に吹き飛ばし、その移動距離によって前記半導体破片を粒子サイズに応じて分級することが開

示されている。また、特許文献2では、多結晶シリコン破碎物を同様に重力落下させる途中で、前記特許文献1とは異なり、水平方向に吸引し、これにより粒子径の小さいダストを吸い出し除去することが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：日本国特開2000-070859号公報

特許文献2：日本国特開2016-079053号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、こうした従来の風力分級による方法では、その選別作用が十分でなく、このため特に、前記多結晶シリコン破碎混合物の中でも、粒子サイズが大きく高重量の、チャンク状物やチップ状物では、高精度で分級が行えない問題があった。例えば、多結晶シリコン破碎混合物の重力落下の途中で、水平方向に吸引する前記特許文献2では、除去できるのはダストや粉状物までで、チップ状物やチャンク状物の分別は、次工程で篩別機や分級ローラーを用いて行くとされている。

[0009] こうした背景から本発明は、前記得られる多結晶シリコン破碎物の表面金属汚染の抑制に優れる風力分級装置（風力選別装置）において、その選別作用をより高め、上記高重量のチャンク状物やチップ状物に対してまで、高度に分級可能なものを開発することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 前記課題に鑑み、本発明者らは鋭意検討を続けてきた。その結果、重力落下する多結晶シリコン破碎混合物に対して、上方から吸引力を負荷させる特定構造の装置とすることで、前記課題が解決されることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0011] 即ち、本発明は、垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域には、チャンク状物、及び該チャンク状物よりも小粒径である小粒径物を含

む多結晶シリコン破碎混合物の投入口が形成され、チャンク状物と小粒径物とを風力選別するための第1風力選別管部を備えてなり、

該管体内に投入された多結晶シリコン破碎混合物中のチャンク状物は下方に落下し、前記第1風力選別管部の上端には、小粒径物を上方に吸上する吸引力を負荷させる吸引手段が上流に設けられた、該小粒径物の流通管路が接続されてなる、

ことを特徴とする多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置である。

[0012] また、本発明は、前記多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置における、前記流通管路の途中において垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域には、前記流通管路からの小粒径物の流入口が形成されてなり、

その管体口径が、該管体内に流入した前記小粒径物中のチップ状物は下方に落下し、他方で、該チップ状物よりも小粒径である粉状物を上方に吸上する吸引力が負荷される大きさに調整されてなる、チップ状物と粉状物とを風力選別するための第2風力選別管部が介設されてなる、多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置も提供する。

[0013] また、本発明は、多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置を用い、前記第1風力選別管部の管体内に多結晶シリコン破碎混合物を投入して、該多結晶シリコン破碎混合物を風力選別し、その管体の下端からチャンク状物を捕集してなる、多結晶シリコン破碎混合物からのチャンク状物の製造方法も提供する。

[0014] さらに、本発明は、上記多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置を用い、前記第2風力選別管部の管体内に流入した前記小粒径物を風力選別し、その管体の下端からチップ状物を捕集してなる、多結晶シリコン破碎混合物からのチップ状物の製造方法か、同様に、

多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置を用い、前記第2風力選別管部の管体内に流入した前記小粒径物を風力選別し、その管体の上端から前記流通管路に排出される粉状物を捕集してなる、多結晶シリコン破碎混合物からの粉状物の製造方法も、それぞれ提供する。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、得られる多結晶シリコン破砕物の表面金属汚染の抑制に優れる風力選別装置において、その分別作用をより高めることができ、高重量である、チャンク状物やチップ状物においても、これを高度に選別することが可能になる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]図1は、本発明の一実施形態に係る、多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置の概略断面図である。

発明を実施するための形態

[0017] 本発明の装置により分級される多結晶シリコン破砕混合物は、チャンク状物、及び該チャンク状物よりも小粒径である小粒径物、即ち、粉状物、チップ状物等から選ばれる少なくとも一種を含んでなる。こうした多結晶シリコン破砕混合物は、如何なる由来のものであっても制限されるものではないが、通常は、原料多結晶シリコン塊を破砕して得られる。原料多結晶シリコン塊は、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砕いて得られる。

[0018] こうした多結晶シリコン破砕混合物において、前記粒子サイズ1500 μ m以上であるチャンク状物の含有量が、80質量%~98.5質量%、特に、85質量%~98質量%のものが好ましい。

[0019] 他方、多結晶シリコン破砕混合物においてチャンク状物よりも小粒径である小粒径物は、前記チャンク状物の好ましい含有量の残余の1.5質量%~20質量%であるのが好適になる。このうち粒子サイズ1000 μ m以上~1500 μ m未満であるチップ状物の含有量は、多結晶シリコン破砕混合物基準で0.5質量%~10質量%、特に、1質量%~9質量%であるのが好ましい。また、粒子サイズ500 μ m以上及び1000 μ m未満である粉状物の含有量は、多結晶シリコン破砕混合物基準で0.5質量%~10質量%、特に、1質量%~9質量%であるのが好ましい。

[0020] なお、多結晶シリコン破碎混合物中には、前記したように、チャンク状物、チップ状物、及び粉状物の他に、該粉状物よりさらに粒子サイズの小さい（ $500\mu\text{m}$ 未満）ダストも含まれている（通常には、多結晶シリコン破碎混合物基準で、1質量%以下）。而して、斯様に微少粒子からなるダストは、他の粒子サイズが大きい形態のものよりも表面金属汚染がより顕著になる傾向があり、その利用価値は一般的には乏しい。そして、これらダストは、その軽さから、多結晶シリコン破碎混合物中において除去は比較的容易であり、前記特許文献2にもあるように破碎後に破碎装置内を重力落下させる途中で水平方向に適度な吸引力を負荷しても良好に除去できる。さらには前記破碎後において、コンベアでの搬送中においても、載置された多結晶シリコン破碎混合物の上方から適度な吸引力を負荷してもダストを良好に除去できる。従って、多結晶シリコン破碎混合物においてダストは、本発明の風力選別装置に供するよりも前に、これら手段で粗方を除去しておくのも好適な態様である。

[0021] これら多結晶シリコン破碎混合物は、表面金属濃度が $0.3\text{ppbw} \sim 10\text{ppbw}$ 、特に、 $0.4\text{ppbw} \sim 9\text{ppbw}$ であるのが好ましい。なお、本発明において、多結晶シリコン破碎物の表面金属濃度は、以下の方法により測定した値を言う。即ち、測定対象の多結晶シリコン破碎物に対して、その表面を分解除去し、得られたサンプル液中の各金属元素を誘導結合プラズマ質量分析（ICP-MS）にて分析定量する方法である。具体的には、多結晶シリコン破碎物の約 400g を 500ml の清浄なポリテトラフルオロエチレン製ビーカーに移し、溶解液 100ml （50質量%—HF： 10ml 、70質量%—硝酸： 90ml ）を加えて 25°C で15分間の抽出を行った。ポリテトラフルオロエチレン製ビーカー中の液分及び多結晶シリコン破碎物の表面を、超純水 100ml を用いて洗った洗浄液を、清浄なポリテトラフルオロエチレン製ビーカーに移し多結晶シリコン破碎物の表面抽出液とした。係る多結晶シリコン破碎物の表面抽出液を蒸発乾固させ、3.5質量%—硝酸水溶液を加え 20.0ml 定容化しICP-MS測定を行い、Na

、Mg、Al、K、Ca、Cr、Fe、Ni、Co、Cu、Zn、W、Ti、Moの各金属濃度を求め、多結晶シリコン破碎混合物の全質量当りの濃度の値として算出した値である。

[0022] 本発明に係る風力選別装置は、上記説明した多結晶シリコン破碎混合物に対し、粒子サイズの大きいチャンク状物、とそれよりも小粒径である小粒径物とを精度よく分級させる装置である。その特徴は、垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域には、前記多結晶シリコン破碎混合物の投入口が形成されてなる、チャンク状物と小粒径物とを風力選別するための第1風力選別管部を備えてなり、

該管体内に投入された多結晶シリコン破碎混合物中のチャンク状物は下方に落下し、該第1風力選別管部の上端には、小粒径物を上方に吸上する吸引力を負荷させる吸引手段が上流に設けられた、該小粒径物の流通管路が接続されてなる、構造した点にある。

[0023] その詳細を、代表的態様の概略断面図である図1により説明する。図1において、風力選別装置1には、垂直に立設された管体からなる、チャンク状物と小粒径物とを選別するための、第1風力選別管部2が設けられている。この第1風力選別管部2は、通常は同一口径の直管状のものが使用されるが、部分的に口径を違えた部分が設けられたものや、上方向や下方向に口径が絞られたテーパ状のものを使用しても良い。その管体口径は、投入する多結晶シリコン破碎混合物の粒度分布や投入量にも影響され一概には決定されないが、管体の開口面積（管体の軸方向に垂直な平面で管体を切断した場合における管体の開口部の面積）が $25\text{ cm}^2 \sim 2500\text{ cm}^2$ となるような大きさであることが好ましい。より好ましくは、該管体口径は、管体の開口面積が $100\text{ cm}^2 \sim 1600\text{ cm}^2$ となるような大きさである。また、その軸方向長さは $50\text{ cm} \sim 200\text{ cm}$ であるのが好ましく、 $70\text{ cm} \sim 180\text{ cm}$ であるのがより好ましい。

[0024] 上記第1風力選別管部2には、軸方向中間領域に、多結晶シリコン破碎混合物の投入口3が形成されている。ここで、第1風力選別管部2における、

軸方向中間領域とは、その下端から上方向に、前記風力選別管部の軸方向全長の $1/4 \sim 3/4$ 、好ましくは $1/3 \sim 2/3$ の領域として定義される。換言すると、第1風力選別管部2における、軸方向中間領域とは、第1風力選別管部2における垂直方向に沿った長さに対して、第1風力選別管部2の下端から $1/4$ 以上 $3/4$ 以下、好ましくは $1/3$ 以上 $2/3$ 以下の領域として定義される。

[0025] ここで、前記第1風力選別管部2の多結晶シリコン破碎混合物の投入口3には、原料多結晶シリコン塊破碎装置やハンマーなどにより破碎産出された多結晶シリコン破碎混合物4が、フィーダー5により搬送され、ここより第1風力選別管部2内に投入される。その投入量は、特に制限されるものではないが、 $10\text{ kg/分} \sim 150\text{ kg/分}$ が好ましく、 $15\text{ kg/分} \sim 100\text{ kg/分}$ がより好ましい。また、フィーダー5による、多結晶シリコン破碎混合物4の搬送速度は、第1風力選別管部2内への投入直前において、 $5\text{ m/分} \sim 20\text{ m/分}$ が好ましく、 $7\text{ m/分} \sim 18\text{ m/分}$ がより好ましい。フィーダー5上において、多結晶シリコン破碎混合物4は、各破碎物が均質に分散し、これらはできるだけ重ならない状態で投入されるのが好ましい。

[0026] 斯様にして第1風力選別管部2内に投入された多結晶シリコン破碎混合物4において、これを構成する各破碎物には、管体内を下方に落下させる重力が働く。本発明において、該第1風力選別管部2の管体内には、係る重力により、粒子径の大きいチャンク状物はそのまま下方に落下させるものの、その一方で、小粒径物に対しては、該重力に抗して、管体内を上方に吸上される強さの吸引力が、上方より負荷されている。従って、前記管体内に投入された多結晶シリコン破碎混合物4では、チャンク状物6と小粒径物7とが選別され、チャンク状物6は下方に落下して、第1風力選別管部2の下端のチャンク状物の排出口8より取出されて捕集され、他方で、小粒径物7は上方に吸上され、同選別管部上端開口に接続される、小粒径物の流通管路9内に流入し上流に向かって流れる。

[0027] 上記小粒径物の流通管路9の上流には、第1風力選別管部2の管体内に、

前記チャンク状物 6 と小粒径物 7 とを選別するのに適度な強さの吸引力を負荷するための吸引手段が接続されている。この吸引手段は集塵機や吸引ポンプ等が制限なく使用できるが、その吸引口までの小粒径物の流通管路 9 の途中には該小粒径物の捕集手段が設けられているのが好ましい。詳しくは後述するが、係る小粒径物の流通管路 9 の途中には、ここを流れる小粒径物 7 を、チップ状物と粉状物とを風力選別するための、第 2 風力選別管部 11 が介設されているのが好ましく、その場合、前記吸引手段としては集塵機 10 を用いるのが好ましい。集塵機 10 は、モーターによりファンを回転させる等して吸引力を発生させ、吸い込んだ吸気に含まれる微細物はフィルター 19 により捕集することができる。よって、該第 2 風力選別管部 11 を経て、小粒径物の流通管路 9 の上流には粉状物がダストも同伴して流れるが、これらは該集塵機 10 に吸引された後、該フィルター 19 により捕集される。

[0028] 該集塵機 10 等の吸引手段により、第 1 風力選別管部 2 の管体内に負荷する吸引力は、選別する多結晶シリコン破碎混合物の粒度分布やその投入量にも影響され一概には決定されないが、前記チャンク状物 6 と小粒径物 7 とは、一般に、上方への風速が 7 m/s 以上 20 m/s 以下、より好適には 8 m/s 以上 17 m/s 以下である場合に良好に選別されるため、前記第 1 風力選別管部 2 の管体内に、係る風速の箇所が生じるように、その管体口径に応じて、該吸引力を設定すれば良い。ここで、風速は、

$$\text{風速 } V = \text{風量 } Q \div \text{通過する面積 } S \text{ (管体の断面積)}$$

として求められる。なお、面積 S は管体の開口面積を示す。

[0029] チャンク状物 6 と小粒径物 7 との選別をより精度よく実施するためには、該第 1 風力選別管部 2 の管体内において、多結晶シリコン破碎混合物の投入口 3 の開口下端から下方向に 10 cm 、より好適には 15 cm 乃至該投入口の開口上端から上方向に 10 cm 、より好適には 15 cm の範囲は、上記風力になるように吸引力を設定するのが特に好ましい。

[0030] 次に、図 1 の風力選別装置 1 では、第 1 風力選別管部 2 の上端に接続される、小粒径物の流通管路 9 の、前記吸引手段が設けられた上流箇所に至る途

中には、前記第1風力選別管部2により選別されて、ここを流れる小粒径物7を、チップ状物と粉状物とに選別するための、第2風力選別管部11が介設されている。この第2風力選別管部11も、前記第1風力選別管部2と同様に、垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域に、上記小粒径物の流通管路9からの小粒径物の流入口12が形成されている。この軸方向中間領域の定義は、前記第1風力選別管部の場合における規定と同様である。第2風力選別管部11の管体は、流通管路9の途中において垂直に立設されている。

[0031] 係る第2風力選別管部11は、前記小粒径物の流通管路9の途中に位置し、その上流には集塵機10等の吸引手段が設けられているため、その管体内には、上方より吸引力が負荷されることになる。而して、本発明において重要な点は、係る吸引力が、該管体内に流入した前記小粒径物7において、チップ状物は下方に落下し、他方で、該チップ状物よりも小粒径である粉状物を上方に吸上する強さになるように、管体口径が調整されていることにある。従って、前記管体内に流入した前記小粒径物7では、チップ状物13と粉状物14とが選別され、チップ状物13（さらに、前記第1風力選別管部2で選別できずに、小粒径物の流通管路9内に帯同した、残余のチャンク状物があった場合には、このものも）は下方に落下して、第2風力選別管部11の下端のチップ状物の排出口15より取出され、捕集される。その一方で、粉状物14（さらに、ダストも）は上方に吸上され、同選別管部上端開口より前記小粒径物の流通管路9に再び流入し、さらに上流に向かって流れる。

[0032] この第2風力選別管部11の管体口径の調整は、選別する小粒径物7の粒度分布やその流入量、さらに小粒径物の流通管路9の管路の長さ等にも影響され一概には決定されない。しかしながら、前記チップ状物13と粉状物14とは、一般に、上方への風速が 2 m/s 以上 7 m/s 未満、より好ましくは 3 m/s 以上 6 m/s 以下である場合に良好に選別されるため、前記第1風力選別管部2の管体内に、係る風速の箇所が生じるように、その管体口径を設定すれば良い。チップ状物13と粉状物14との選別をより精度よく実

施するためには、該第2風力選別管部11の管体内において、小粒径物の流入口12の開口下端から下方向に10cm、より好適には15cm乃至該投入口の開口上端から上方向に10cm、より好適には15cmの範囲は、上記風力になるように吸引力を設定するのが特に好ましい。

[0033] よって、この吸引条件になるように、第2風力選別管部11の管体口径を調整すれば良く、そのためには該第2風力選別管部11の管体口径は、第1風力選別管部2の管体口径よりも大きくする必要がある。具体的には、第2風力選別管部11の管体口径について、第2風力選別管部11の管体の開口面積が第1風力選別管部2の管体の開口面積の3倍～7倍、特には3.5倍～6.5倍程度となるような範囲から前記条件を満足する大きさを採択するのが好ましい。第2風力選別管部11の管体口径は、第2風力選別管部11の管体の開口面積が $75\text{ cm}^2 \sim 17,500\text{ cm}^2$ となるような大きさであることが好ましく、第2風力選別管部11の管体の開口面積が $300\text{ cm}^2 \sim 11,200\text{ cm}^2$ となるような大きさであることがより好ましい。

[0034] なお、この第2風力選別管部11も、通常は同一口径の直管状のものが使用されるが、部分的に口径を離れた部分が設けられたものや、上方向や下方向に口径が絞られたテーパ状のものを使用しても良い。その軸方向長さは50cm～250cmから選定されるのが好ましく、60cm～200cmから選定されるのがより好ましい。

[0035] この第2風力選別管部11と前記第1風力選別管部2とを繋ぐ、小粒径物の流通管路9の前半部分は、流れる小粒径物が途中で滞留することを防止するため、その風速は、前記第1風力選別管部2における、チャンク状物6と小粒径物7との選別部と同じく、 7 m/s 以上 20 m/s 以下、より好適には 8 m/s 以上 17 m/s 以下とするのが好ましい。即ち、この風速になるように、その管体口径を調整するのが良好である。

[0036] また、小粒径物の流通管路9において、上記第2風力選別管部11が介設されるよりも上流の後半部分には、前記した如くに集塵機10が設けられている。従って、前記第2風力選別管部11で選別されて、該管路に流入した

粉状物は、該集塵機 10 に捕捉され、その粉状物排出口 17 より取出される。集塵機 10 の上部には、排気口 18 が形成されており、フィルター 19 により粉状物から分離された空気が排気口 18 から排気される。

[0037] なお、多結晶シリコン塊破碎装置やハンマーなどにより破碎産出された多結晶シリコン破碎混合物 4 中には、前記したように通常、チャンク状物、チップ状物、及び粉状物の他に、ダストも若干量含まれている。こうしたダストは、予めこれを除去せずに風力選別装置 1 に供した場合にはその粒子サイズの小ささから、粉状物に帯同して選別され、粉状物排出口 17 より、粉状物に混ざって排出される。斯様にダストが含有される状態で得た粉状物は、そのまま半導体ウェハーや太陽光発電用ウェハーの原料に用いても良いが、さらに穏やかな吸引処理に供して、これら混入するダストは極力除去するのが好ましい。

[0038] 以上説明した風力選別装置において、装置材質は特に制限されるものではないが、具体的に示せば、構造強度が必要な部位には鉄、ニッケル等の金属；ステンレス鋼、Ni 基合金（ハステロイ、インコネル等）等の合金類が好ましい。多結晶シリコン破碎物の表面金属汚染を抑制するため、その内面を樹脂等によりライニングすることは好適な態様である。更に、好ましくは、構造強度が不要な部位ではポリ塩化ビニル、ポリビニリデンフルオライド、ポリプロピレン、ポリエーテルエーテルケトン等の樹脂製とすることがより好ましい。

[0039] こうした風力選別装置を用いた選別により、多結晶シリコン破碎混合物は、チャンク状物、チップ状物、及び粉状物に、高い精度で選別できる。そして、斯様に風力選別である故、金属材質との接触を少なく抑えることができ、これにより選別される各粒子サイズの破碎物について表面金属汚染を低く抑えて製造できる。よって、得られた各破碎物は、半導体ウェハーや太陽光発電用ウェハーの原料として良好に使用できる。

実施例

[0040] 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。各実施例及び比較例において、各物性の測定は、次の方法により測定した。

[0041] 〔多結晶シリコン破碎混合物に含有される、チャンク状物、チップ状物、粉状物、及びダストの各含有量〕

500 μ m、1,000 μ m、1,500 μ mの篩目を有する篩を各用いて、多結晶シリコン破碎混合物を、上記篩目の大きい篩から順に篩分けし、各篩上物と最終的な篩下物の各重量を電子天秤により重量測定し、それぞれの重量比率を算出した。1,500 μ mの篩目を有する篩の篩上物の重量比率をチャンク状物の含有量とし、1,000 μ mの篩目を有する篩の重量比率をチップ状物の含有量とし、500 μ mの篩目を有する篩の篩上物の重量比率を粉状物の含有量とし、さらに500 μ mの篩目を有する篩の篩下物の重量比率をダストの含有量として求めた。

[0042] 〔多結晶シリコン破碎混合物の表面金属濃度〕

多結晶シリコン破碎物の約400gを500mlの清浄なポリテトラフルオロエチレン製ビーカーに移し、溶解液100ml（50質量％－HF：10ml、70質量％－硝酸：90ml）を加えて25℃で15分間の抽出を行った。ポリテトラフルオロエチレン製ビーカー中の液分及び多結晶シリコン破碎物の表面を、超純水100mlを用いて洗った洗浄液を、清浄なポリテトラフルオロエチレン製ビーカーに移し多結晶シリコン破碎物の表面抽出液とした。係る多結晶シリコン破碎物の表面抽出液を蒸発乾固させ、3.5質量％－硝酸水溶液を加え20.0ml定容化しICP－MS測定を行い、Na、Mg、Al、K、Ca、Cr、Fe、Ni、Co、Cu、Zn、W、Ti、Moの各金属濃度を求め、多結晶シリコン破碎混合物の全質量当りの濃度の値として算出した。

[0043] 実施例1

図1に示した風力選別装置1を用いて、多結晶シリコン破碎混合物4の粒子サイズごとの選別を実施した。風力選別装置1において、これを構成する主要部材は、構造強度が必要なことから樹脂ライニングされたステンレス鋼

製を使用し、構造強度が不要な一部部位については、ポリプロピレン製、若しくはポリ塩化ビニル製を使用した。

- [0044] そして、第1風力選別管部2の口径は、第1風力選別管部2の管体の開口面積が 450 cm^2 となるような大きさであり、第1風力選別管部2の軸方向長さは 100 cm である。第2風力選別管部11の口径は、第2風力選別管部11の管体の開口面積が 1500 cm^2 となるような大きさであり、第2風力選別管部11の軸方向長さは 100 cm である。該第2風力選別管部11の管体口径は、第2風力選別管部11の管体の開口面積が第1風力選別管部2の管体の開口面積の3.3倍となるような大きさであった。
- [0045] シーメンス法により得られる多結晶シリコンロッドを、原料多結晶シリコン塊破碎装置及び炭化タングステン製ハンマーにより粉碎し、多結晶シリコン破碎混合物4を得て、これをフィーダー5により、第1風力選別管部2の中間高さ位置に設けられた多結晶シリコン破碎混合物の投入口3に搬送し、ここに投入した。多結晶シリコン破碎混合物の投入口3への搬送速度は 10 m/分 であった。
- [0046] ここで、上記多結晶シリコン破碎混合物4は、チャンク状物の含有量が92質量%、チップ状物の含有量が3質量%、粉状物の含有量が5質量%、及びダストを若干量含有するものであり、これら破碎混合物における表面金属濃度は 4 ppbw であった。
- [0047] 風力選別装置1では、集塵機10の作動により、第1風力選別管部2の管体内には吸引力が負荷される。その吸引力は、多結晶シリコン破碎混合物の投入口3の開口下端から下方向に 15 cm 乃至該投入口の開口上端から上方向に 15 cm の範囲において、その風力が 13 m/s の強さになる負荷であった。このため該第1風力選別管部2内に投入された前記多結晶シリコン破碎混合物4ではチャンク状物6と小粒径物7とが選別され、チャンク状物6は下方に落下して、第1風力選別管部2の下端のチャンク状物の排出口8より取出された。その取出量は、前記選別に供した多結晶シリコン破碎混合物4に含有されるチャンク状物6の98質量%に当たる多さであり、良好な回

収結果であった。また、該取出されたチャンク状物 6 の表面金属濃度を測定したところ 2.5 ppbw の高清浄な結果であった。

[0048] 他方で、多結晶シリコン破砕混合物 4 に含まれる小粒径物 7 は第 1 風力選別管部 2 内を上方に吸上され、小粒径物の流通管路 9 内を流れて、小粒径物の流入口 12 から第 2 風力選別管部 11 内に流入した。この第 2 風力選別管部 11 の管体内は、前記集塵機 10 からの吸引により、小粒径物の流入口 12 の開口下端から下方向に 15 cm 乃至該投入口の開口上端から上方向に 15 cm の範囲において、その風力が 5 m/s になる負荷であった。

[0049] このため該第 2 風力選別管部 11 内に投入された前記多結晶シリコン破砕混合物 4 ではチップ状物 13 と粉状物 14 とが選別され、チップ状物 13 は下方に落下して、第 2 風力選別管部 11 の下端のチップ状物の排出口 15 より取出された。その取出量は、前記選別に供した多結晶シリコン破砕混合物に含有されるチップ状物 13 の 83 質量%に当たる多さであり、良好な回収結果であった。

[0050] なお、この第 2 風力選別管部 11 では、前記第 1 風力選別管部 2 で十分に選別できずに、小粒径物の流通管路 9 内に帯同した残余のチャンク状物 6 もその実質全量が下方に落下し、チップ状物の排出口 15 より上記チップ状物 13 と共に取出された。

[0051] さらに、小粒径物 7 に含まれる粉状物 14 は、ダストと共に第 2 風力選別管部 11 内を上方に吸上され、再び、小粒径物の流通管路 9 内を流れて、集塵機 10 のフィルター 19 に捕集される。このフィルター 19 に捕集された粉状物（ダストも含む）を、フィルター 19 から払い落として集塵機 10 の粉状物排出口 17 より取出し、下方に設置したバケットに回収した。その粉状物（ダストも含む）14 の取出量は、前記選別に供した多結晶シリコン破砕混合物に含有される粉状物 14 の 99 質量%に当たる多さであり、良好な回収結果であった。

[0052] 比較例 1

円形振動篩装置を用いて、多結晶シリコン破砕混合物 4 の粒子サイズごと

の選別を実施した。上記円形振動篩装置において、これを構成する各部材は、樹脂ライニングされたステンレス製であった。篩分けは、 $500\mu\text{m}$ 、 $1,000\mu\text{m}$ 、 $1,500\mu\text{m}$ の篩目を有する篩を各用いて、その篩目の大きい篩から処理した。

[0053] 上記篩分け後、 $1,500\mu\text{m}$ の篩目を有する篩の篩上物として得られたチャンク状物の表面金属濃度を測定したところ 12.3ppbw であり、前記実施例1での結果に比して高い値であった。

[0054] 比較例2

特許文献2の実施例1で使用される多結晶シリコン塊破碎装置と同じ装置を用い、その落下移動部内にその上面開口部から、前記実施例1で、第1風力選別管部2の多結晶シリコン破碎混合物の投入口3に投入したのと同じ多結晶シリコン破碎混合物を落下させた。その際、該落下移動部では、吸引除去部40から、前記実施例1での第1風力選別管部2における、多結晶シリコン破碎混合物の投入口3が形成された高さ付近での上方への吸引力と同じ 10m/s の吸引量で、水平方向に吸気した。

[0055] しかしながら、吸引除去部に吸引されるのは粉状物がほとんどであり、チップ状物は、上記多結晶シリコン破碎混合物に含有されるチップ状物13の15質量%に当たる量しか選別されておらず、大部分は下方の受け部に、チャンク状物とともに落下する結果であった。

[0056] 本発明は上述した実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、実施形態にそれぞれ開示された複数の技術的手段を適宜組み合わせ得られる構成についても本発明の技術的範囲に含まれる。

符号の説明

- [0057] 1 ; 風力選別装置
2 ; 第1風力選別管部
3 ; 多結晶シリコン破碎混合物の投入口
4 ; 多結晶シリコン破碎混合物

- 5 ; フィーダー
- 6 ; チャンク状物
- 7 ; 小粒径物
- 8 ; チャンク状物の排出口
- 9 ; 小粒径物の流通管路
- 10 ; 集塵機
- 11 ; 第2風力選別管部
- 12 ; 小粒径物の流入口
- 13 ; チップ状物
- 14 ; 粉状物
- 15 ; チップ状物の排出口
- 17 ; 粉状物排出口
- 18 ; 排気口
- 19 ; フィルター

請求の範囲

- [請求項1] 垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域には、チャンク状物、及び該チャンク状物よりも小粒径である小粒径物を含む多結晶シリコン破砕混合物の投入口が形成され、チャンク状物と小粒径物とを風力選別するための第1風力選別管部を備えてなり、
- 該管体内に投入された多結晶シリコン破砕混合物中のチャンク状物は下方に落下し、
- 前記第1風力選別管部の上端には、小粒径物を上方に吸上する吸引力を負荷させる吸引手段が上流に設けられた、該小粒径物の流通管路が接続されてなる、
- ことを特徴とする多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置。
- [請求項2] 請求項1記載の多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置における、前記流通管路の途中において垂直に立設された管体を有し、該管体の軸方向中間領域には、前記流通管路からの小粒径物の流入口が形成されてなり、
- その管体口径が、該管体内に流入した前記小粒径物中のチップ状物は下方に落下し、他方で、該チップ状物よりも小粒径である粉状物を上方に吸上する吸引力が負荷される大きさに調整されてなる、チップ状物と粉状物とを風力選別するための第2風力選別管部が介設されてなる、多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置。
- [請求項3] 請求項1記載の多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置を用い、前記第1風力選別管部の管体内に多結晶シリコン破砕混合物を投入して、該多結晶シリコン破砕混合物を風力選別し、その管体の下端からチャンク状物を捕集してなる、多結晶シリコン破砕混合物からのチャンク状物の製造方法。
- [請求項4] 請求項2記載の多結晶シリコン破砕混合物の風力選別装置を用い、前記第2風力選別管部の管体内に流入した前記小粒径物を風力選別し、その管体の下端からチップ状物を捕集してなる、多結晶シリコン破

碎混合物からのチップ状物の製造方法。

[請求項5] 請求項2記載の多結晶シリコン破碎混合物の風力選別装置を用い、
前記第2風力選別管部の管体内に流入した前記小粒径物を風力選別し、
その管体の上端から前記流通管路に排出される粉状物を捕集してなる、
多結晶シリコン破碎混合物からの粉状物の製造方法。