

明 細 書

発明の名称：多結晶シリコンロッドの製造方法および反応炉

技術分野

[0001] 本発明は、多結晶シリコンロッドの製造方法、詳しくは、反応炉内に設けられたシリコン芯材上に化学気相析出法によって多結晶シリコンを析出させる多結晶シリコンロッドの製造方法、及びこれを実施するための反応炉に関する。

背景技術

[0002] 従来から、半導体あるいは太陽光発電用ウェハーの原料として使用されるシリコンを製造する方法は種々知られており、そのうちのいくつかは既に工業的に実施されている。例えばその一つはシーメンス法と呼ばれる方法であり、反応炉の内部に、シリコン芯線を設け、通電によってシリコン芯線をシリコンの析出温度に加熱し、この状態で反応室内にトリクロロシラン（ SiHCl_3 ）やモノシラン（ SiH_4 ）等のシラン化合物と還元ガスとからなるシリコン析出用原料ガスを供給し、化学気相析出法によりシリコン芯線上にシリコンを析出させるというものである。この方法は高純度な多結晶シリコンがロッドの形態で得られることが特徴であり、最も一般的な方法として実施されている。

[0003] このシーメンス法を、工業的に実施するためには、上記反応炉は一般的に、図6に示す構造をしている。即ち、反応炉1は、ベルジャ2と底板3とにより内部が密閉されてなり、前記底板3には、複数のシリコン芯線4が保持されるとともに、該シリコン芯線4に通電するための電極対5が設けられた構造のものが使用される。さらに、前記底板3には、ベルジャ2の内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するために、複数のガス供給ノズル6が夫々に先端噴射口を上向きに設けられた構造をしている（特許文献1，2参照）。なお、図6ではガス供給ノズル6を一つだけ示したが、実機では底板3の上面にほぼ均等な間隔で複数のガス供給ノズル6が設けられている。

[0004] ここで、前記ガス供給ノズル6の形態としては、内部のガス流通路が供給口から前記先端噴出口までの間、同一口径である直胴管型のものや、原料ガスの噴出圧を増加させるため、上記噴出口付近の先端部において、その口径を若干絞ったものなどが汎用されている（特許文献1、図4等参照）。

[0005] また、製造する多結晶シリコンロッドの下端近傍に、ロッドを搬送するために利用する、吊具の引っ掛け凹部を形成する目的で、前記直胴管型ノズルにおいて、原料ガスの噴射口を、先端噴射口だけでなく、そのノズルの周壁面にも設けたもの（側壁噴射口を形成したノズル）も知られている。即ち、係る側壁噴射口を形成することにより、底板の上面と平行な横方向にもガスを吐出させて、前記多結晶シリコンロッドにおいて、その下端近傍に、前記吊具の引っ掛け用凹部を形成させる技術が公知である（特許文献2、図6参照）。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2013-63884号公報

特許文献2：再表2010/098319号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 前記従来の反応炉では、ガス供給ノズルの先端噴射口からシリコン析出用原料ガスが、ある程度の噴射圧で上方空間に排出されるものの、ベルジャ上壁までは一定の距離があるため、そこに到達するまで間にその流速はかなりに低下することが避けられない。その結果、原料ガス流が上壁面に達した後、これが反転しても勢いのある下降流には至らず、ベルジャ内の上部と下部において原料ガス濃度が不均一になり易い。このため原料ガスの利用効率が劣るものになり、製造に伴う電力原単位や原料シラン化合物の原単位を悪化させていた。また、得られる多結晶シリコンロッドにおいも、表面に凹凸（ポップコーン）が発生し、また、ロッドの太さが不均一になって形状不良が

生じていた。而して、このようにロッド表面に凹凸が発生すると、表面積が増し不純物による汚染の原因にもなる。

[0008] これらの不具合を抑制するためには、ガス供給ノズルの先端噴出口からのシリコン析出用原料ガスの噴出量をできるだけ増大させ、そのガス流速を高めて、ベルジャ内の上部と下部において、原料ガスの循環性を高めることが求められる。しかし、従来の直胴管型ガス供給ノズル等を用いたのでは、この改善には自ずと限界があり、満足いくだけの効果は得られていなかった。

[0009] また、これらの不具合は、ガス供給ノズルとして、前記先端噴射口に加えて、側壁噴射口を形成させたノズルを用いても、十分には解消できなかった。詳述すれば、こうした側壁噴射口は、原料ガスを横方向に噴射させるため、ベルジャ内下部では雰囲気攪拌効果がある程度には高まるが、側壁噴射口から原料ガスが噴出する分、ノズル先端の噴射口からの噴出量は少なくなり、その勢いは弱まり、ベルジャ内の上部と下部での雰囲気循環性は低下するからである。

[0010] これらから、シーメンス法による多結晶シリコンロッドの製造において、ガス供給ノズルからのシリコン析出用原料ガスの噴出量をより大きく改善し、それによりガス流の勢いを強めて、ベルジャ内の上部と下部における原料ガスの循環性に優れた状態で、前記製造を実施する方法を開発することが、大きな課題であった。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者等は、上記課題に鑑み鋭意研究を続けてきた。その結果、使用するガス供給ノズルとして、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが流量増加して吹き出す作用を備えた流量増幅ノズルを用いることにより、前記の課題が解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0012] 即ち、本発明は、ベルジャと底板とにより内部が密閉されてなり、前記底板には、複数のシリコン芯線を保持するとともに該シリコン芯線に通電するための電極対が設けられてなり、さらに前記ベルジャの内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するための、複数のガス供給ノズルが夫々に先端噴射

口を上向きに設けられた構造の反応炉を用い、

前記シリコン芯線に通電しながら、前記ガス供給ノズルからシリコン析出用原料ガスを噴出させることにより、前記シリコン芯線に多結晶シリコンを析出させる多結晶シリコンロッドの製造方法において、

前記ガス供給ノズルの少なくとも1つとして、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用を有する流量増幅ノズルを用いることを特徴とする多結晶シリコンロッドの製造方法である。

[0013] また、本発明は、上記製造方法を実施するために使用する反応炉として、ベルジャと底板とにより内部が密閉されてなり、前記底板には、複数のシリコン芯線を保持するとともに該シリコン芯線に通電するための電極対が設けられてなり、さらに前記ベルジャの内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するための、複数のガス供給ノズルが夫々に先端噴射口を上向きに設けられた構造の多結晶シリコンの製造用反応炉であって、

前記ガス供給ノズルの少なくとも1つが、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用を有する流量増幅ノズルであることを特徴とする多結晶シリコンロッド製造用反応炉も提供する。

発明の効果

[0014] 本発明の多結晶シリコンロッドの製造方法によれば、ガス供給ノズルからのシリコン析出用原料ガスの噴出量がより大きく改善でき、これにより吹き出したガス流の勢いが増す。従って、ベルジャ内の上部と下部における原料ガスの循環性に優れ、原料ガスの利用効率を高めた状態で、多結晶シリコンロッドを製造できる。従って、多結晶シリコンロッドの製造に伴う電力原単位や原料シラン化合物の原単位を大きく改善できる。

[0015] また、得られる多結晶シリコンロッドにおいても、表面への凹凸が発生し難く、ロッドの太さの安定性も向上させることができる。このためロッド表面の平滑性に優れ、表面積の増大による不純物汚染等も有意に低減させるこ

とが可能になる。

図面の簡単な説明

- [0016] [図1]図1は、本発明で使用される流量増幅ノズルの代表的態様の断面図（a）および一部切欠き斜視断面図（b）である。
- [図2]図2は、本発明で使用される流量増幅ノズルの別の態様の断面図（a）および一部切欠き斜視断面図（b）である。
- [図3]図3は、本発明で使用される流量増幅ノズルの、さらに別の態様の断面図（a）および一部切欠き斜視断面図（b）である。
- [図4]図4は、本発明で使用される流量増幅ノズルの、さらに別の態様の断面図（a）および一部切欠き斜視断面図（b）である。
- [図5]図5は、本発明で使用される流量増幅ノズルの、さらに別の態様の断面図（a）および一部切欠き斜視断面図（b）である。
- [図6]図6は、本発明で適用する代表的態様にある、多結晶シリコンロッド製造用反応炉の構造を示す概略図である。

発明を実施するための形態

- [0017] 本発明の一実施形態について以下に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。本発明は、以下に説明する各構成に限定されるものではなく、種々の変更が可能である。即ち、異なる実施形態にそれぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせ得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。また、本明細書中に記載された特許文献の全てが、本明細書中において参考文献として援用される。また、本明細書において特記しない限り、数値範囲を表す「A～B」は、「A以上（Aを含みかつAより大きい）B以下（Bを含みかつBより小さい）」を意味する。
- [0018] 本発明において、多結晶シリコンロッドの製造は、通電によってシリコンの析出温度に加熱したシリコン芯線に、トリクロロシラン（ SiHCl_3 ）やモノシラン（ SiH_4 ）等のシラン化合物と還元ガスとからなるシリコン析出用原料ガスを接触させて、化学気相析出法によりシリコン芯線上にシリコンを析出させる、所謂、シーメンス法に従って実施する。反応炉は、前記図6

示したような、ベルジャ2と底板3とにより内部が密閉されてなり、前記底板3には、複数のシリコン芯線4を保持するとともに該シリコン芯線4に通電するための電極対5が設けられてなり、さらに前記ベルジャ2の内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するための、複数のガス供給ノズル6が夫々に先端噴射口を上向きに設けられた構造のものをを用いる。斯様な構造の反応炉1に対し、シリコン芯線4に通電しながら、前記ガス供給ノズル6からシリコン析出用原料ガスを噴出させることにより、前記シリコン芯線4に多結晶シリコン7を析出させて多結晶シリコンロッドを製造する。

[0019] 本発明の最大の特徴は、上記反応炉1に設ける、ガス供給ノズル6の少なくとも1つとして、下記詳述する流量増幅ノズルを用いた点にある。ここで、流量増幅ノズルは、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用を有するノズルとして定義される。従って、斯様な流量増幅ノズルを用いれば、多結晶シリコンロッドの製造において、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスを、ノズル内でベルジャ内雰囲気と混合させて増量して勢いを強めて、先端噴出口から噴出させることができる。この結果、噴出された原料ガスは、ベルジャ内上部に至るまで、速いガス流速が保たれ、上壁面に達した後も強い下降流に転じることができ、ベルジャ内の上部と下部において原料ガスの循環性を大きく高めることができる。

[0020] 流量増幅ノズルは、前記原料ガスの増幅作用を有するものであれば、如何なる構造のものも適用可能であるが、一般には、ノズル周壁に開口部が設けられてなり、ノズル内のシリコン析出用原料ガス流通路を、該原料ガスが先端噴出口に向かって流れた際に、該周壁開口部からノズル周囲の雰囲気を該シリコン析出用原料ガス流通路に吸い込む作用を有する構造のものが用いられる。

[0021] ここで、周壁開口部が、前記ノズル周囲の雰囲気の吸引口として作用するか、それともこれに反して、前記特許文献2に示されるような、シリコン析出用原料ガス流通路を流れる原料ガスの噴出口として作用するかは、前記周

壁開口部の内壁面側開口部の圧力と外壁面側開口部の圧力のどちらが大きいことによって決まる。即ち、前記特許文献2では周壁開口部の内壁側開口面下端位における、シリコン析出用原料ガス流通路の内空断面積よりもガス供給ノズルの先端噴出口の断面積が小さい為、ノズル周囲の雰囲気よりもノズル内の圧力の方が大きくなり、前記周壁開口部は原料ガスの噴出口として作用する。一方で、流量増幅ノズルでは前記周壁開口部の内壁側開口面上端位における、シリコン析出用原料ガス流通路の内空断面積が、該周壁開口部の内壁側開口面下端位近傍における同内空断面積よりも大きい構造である為、シリコン析出用原料ガス流通路を流れる原料ガスが急拡大されて、ノズル周囲の雰囲気よりもノズル内の圧力の方が小さくなり、前記周壁開口部は雰囲気ガスの吸引口として作用する。すなわち、流量増幅ノズルはベンチュリ効果およびベルヌーイの原理により、流量を増大する。

[0022] さらに、周壁開口部において、ノズル周壁の内壁面と外壁面とを貫通する、開口方向も重要で、内壁面側開口から外壁面側開口に向かって下向きの開口として設ける。即ち、この開口方向が内壁面側開口から外壁面側開口に向かって水平や、上向きの開口の場合、シリコン析出用原料ガス流通路を上向きに流れる原料ガスと該開口から流入するガスが衝突して圧力損失が大きくなり、その影響で吸引作用が減少する。

[0023] これら周壁開口部の形成条件を調整することにより、これを吸引口として作用するものとして設ける。図1は、本発明において好適に使用される流量増幅ノズルの断面図であり、ノズル本体11の内部空間は、シリコン析出用原料ガス流通路12として機能し、その流路を連続的または段階的に窄める縮径部17を設けている。なお、ノズル本体11は、一般には円管であるが、角管等であっても良い。シリコン析出用原料ガスは、ノズル下端的原料ガス供給口13から流入し、先端噴出口14から噴射される。

[0024] 図1の流量増幅ノズルにおいて、周壁開口部15はノズル周壁16に対し、内壁面側開口から外壁面側開口に向かって下方向に傾斜する態様で設けられている。前記シリコン析出用原料ガス流通路12内を流れるシリコン析出

用原料ガス流が一定の速い速度にあり、周壁開口部 15 の開口径が、前記吸引作用を損なわれるほどに過度に大きくなければ、ここからノズル周辺のベルジャ雰囲気シリコン析出用原料ガス流通路 12 に吸い込まれる。この結果、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスは、前記ノズル内に吸引されたベルジャ内雰囲気と混合されて増量し噴出することになる。

[0025] ここで、周壁開口部 15 が十分な吸引作用を呈するものであるためには、シリコン析出用原料ガス流通路 12 を流れる、シリコン析出用原料ガスの圧力が、少なくとも周壁開口部 15 の位置において雰囲気ガスの圧力よりも $0.001 \sim 10000 \text{ Pa}$ 低いのが好ましく、 $100 \sim 2000 \text{ Pa}$ 低いのが特に好ましい。

[0026] シリコン析出用原料ガス流通路 12 の流路を、前記原料ガスの供給ラインの口径と同じ直径の直胴型として、上記供給速度と同じ速度を維持して流れる態様にしたのは、該原料ガスの圧力は、前記周壁開口部 15 の内壁側開口付近における好適な圧力差に達しないこともあり得る。従って、シリコン析出用原料ガス流通路 12 は、原料ガス供給口 13 から周壁開口部 15 までの全域または所定域に、その流路を連続的または段階的に窄める縮径部 17 を設けるのが好適な態様である。この場合、該周壁開口部 15 の内壁側開口面下端位 (A2) 近傍の流路を小さくできるため、ここを流れるシリコン析出用原料ガスの流速が速くなり、該内壁側開口付近での圧力差を前記好適範囲内に調整し易い。係る縮径部 17 は、原料ガス供給口 13 の口径の 80% 以下、より好適には 5 ~ 60% に流路が小さく窄められるように設けるのが好ましい。

[0027] また、シリコン析出用原料ガス流通路 12 は、周壁開口部 15 の内壁側開口面上端位 (A1) において、周壁開口部 15 の内壁側開口面下端位 (A2) よりも拡径している態様であるのが好ましい。換言すれば、流量増幅ノズルの前記周壁開口部 15 の内壁側開口面上端位 (A1) における、シリコン析出用原料ガス流通路 12 の内空断面積が、該周壁開口部の内壁側開口面下端位 (A2) における同内空断面積よりも大きい構造であるのが好ましい。

[0028] このような構造であると、シリコン析出用原料ガス流通路12を流れる原料ガスは、係る拡径により、内壁側開口面上端位(A1)付近で体積膨張して一時的にその圧力が低下する。この結果、周壁開口部15からの、ノズル周辺雰囲気ガスの吸引作用がより高まるため好ましい。ただし、内壁側開口面上端位(A1)で余り過度に大きく拡径させると、この上げられた流路が、先端噴射口14まで実質維持された場合には、ノズルから噴射される原料ガスの流速低下を引き起こす。こうした観点から、前記内壁側開口面上端位(A1)の内空断面積は、前記周壁開口部15の内壁側開口面下端位(A2)における内空断面積よりも1.1~4.0倍に大きくなる割合、さらには1.1~3.0倍に大きくなる割合、特には1.2~3.0倍に大きくなる割合であるのが好ましい。

[0029] なお、図1の態様では、流量増幅ノズルの前記周壁開口部15の内壁側開口面上端位(A1)における、シリコン析出用原料ガス流通路12の内空断面積は、該周壁開口部15の内壁側開口面下端位(A2)における内空断面積よりも大きい構造となっており、原料ガス流通路12の拡径は、前記周壁開口部の前記下端位(A2)から上端位(A1)にかけて設けてある。ただし、前記原料ガスの体積膨張による圧力低下の効果が、周壁開口部15付近に及び、該周壁開口部15から雰囲気ガスの吸引が生じるのであれば、原料ガス流通路12の拡径は、上記周壁開口部15の内壁側開口面下端位(A2)よりも若干流路の上流側(周壁開口部の内壁側開口面下端位方向)に設けられていてもよい。具体的には、図2に示すように、シリコン析出用原料ガス流通路12において、拡径による流路の増加分を「h」、拡径開始箇所(A3)から周壁開口部の内壁側開口面下端位(A2)までの流路の長さを「L」とした場合に、 $L \leq 15h$ 、より好適には $L \leq 10h$ の関係であれば、前記周壁開口部の内壁側開口面下端位近傍で拡径された構造であってもよい。

[0030] また、流量増幅ノズルにおいて、該周壁開口部15の開口方向は、水平面Hに対して、前記内壁面側開口から外壁面側開口に向かい $5 \sim 90^\circ$ の角度

(図1で“ α ”で示す)で下方向に傾斜しているのが好ましく、 $10 \sim 60^\circ$ の角度で下方向に傾斜しているのが特に好ましい。

[0031] 図3～5として、本発明で用いる流量増幅ノズルの、さらに別の好適態様を示す。図3は、図1の流量増幅ノズルにおいて、シリコン析出用原料ガス流通路12が、原料ガス供給口13から周壁開口部15までの間に縮径部17を設けることなく、この間の全域を直胴型としたものの断面図である。

[0032] また、前記図1の流量増幅ノズルでは、周壁開口部15が、ノズル周壁16に対し、内壁面側開口から外壁面側開口に向かって下方向に傾斜した態様で設けられている。これに変えて、図4の流量増幅ノズルでは、該周壁開口部15が、ノズル周壁16に対し、真下に向けて形成させてある点で異なる態様である。すなわち、角度 α が 90° の場合を示す。ノズル本体11の周壁16は、下端から上端までの途中に水平方向に拡径した張出部18が設けてあり、ここに周壁開口部15が前記開口方向を真下にして形成されている。この場合、周壁開口部15の内壁側開口面は水平になる。

[0033] なお、図5は、本発明で用いる流量増幅ノズルの、さらに別の態様を示す。図5の態様は、図1の流量増幅ノズルにおいて、原料ガス供給口13から周壁開口部15までの、シリコン析出用原料ガス流通路12の縮径を、その流路を窄めることで行うのではなく、周壁開口部15の下端から、流路の上流側に、前記原料ガス流通路を部分的に塞ぐ狭窄部19を設けた態様である。この狭窄部19は、その上下面を連通させる小開口20を複数設けられてなり、小開口部以外は閉塞されている。前記複数の小開口20の内空断面積の合計は、前記原料ガス供給口13の内空断面積よりも小さくなっており、上記図1の態様のように、シリコン析出用原料ガス流通路12の縮径を、その流路を窄めることで行うのと同様な状態を得ている。

[0034] 以上説明した流量増幅ノズルは、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されて増量される。図面に示した流量増幅ノズルは、ノズル周壁16に開口部15を設け、ノズル内のシリコン析出用原料ガス流通路を、該原料ガスが先端噴出口に向かっ

て流れた際に、該周壁開口部 15 に、ノズル周囲の雰囲気気吸い込まれて発現するタイプのものである。しかし、流量増幅ノズルの構造は、この構造に限定されない。例えば、ベルジャ内の排気口からベルジャ雰囲気気の一部を取り出し、これを加圧して、ガス供給ノズルのシリコン析出用原料ガス流通路内に挿入された細管を通じて供給し、原料ガスと混合するような態様であっても良い。

[0035] これら流量増幅ノズルの材質は、供給される原料反応ガスを汚染させない材質であれば特に制限はなく、例えばシリコン製、炭化ケイ素製、石英製、グラファイト製或いはグラファイトの表面をシリコンで被覆したもの等を挙げることができる。

[0036] こうした流量増幅ノズルは、多結晶シリコンロッドを製造するための反応炉において、複数のガス供給ノズルの少なくとも1つとして設けることができる。即ち、反応炉において、ガス供給ノズルは、各シリコン芯線に対して均一に原料ガスを供給することができるように、底板の上面のほぼ全域に分散して適宜の間隔をあけながら複数設置されるが、その少なくとも1つとして設けられれば良い。流量増幅による効果を最大限に発揮させる観点から、その全てに適用するのが特に好ましい。

[0037] 前記流量増幅ノズルを用いた反応炉による多結晶シリコンロッドの製造は、シリコン芯線に通電することにより、これを多結晶シリコンの析出温度である約600℃以上に加熱して実施する。多結晶シリコンを迅速に析出させるため、一般的には、900～1200℃程度の温度に加熱するのが好ましい。

[0038] シリコン析出用原料ガスにおいて、シラン化合物は、モノシラン、トリクロロシラン、四塩化ケイ素、モノクロロシラン、ジクロロシランなどが使用され、一般的には、トリクロロシランが好適に使用される。また、還元ガスとしては、通常、水素ガスが使用される。例えば、シラン化合物としてトリクロロシランを使用し、シリコンの析出を1000℃で行う場合、シリコン表面積当たりのクロロシランガス供給量として、0.02～0.07 mol

／ $\text{cm}^2 \cdot \text{h}$ の範囲で供給することが好適である。

- [0039] 流量増幅ノズルを用いることで、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ベルジャ内雰囲気と混合されて増量される。ベルジャ内雰囲気には未反応の原料ガスが含まれるため、ノズルから噴出されるガス中の原料ガスは増量される。この結果、原料ガスの有効利用が可能になり、原料原単位が向上する。また、ノズルに供給されるシリコン析出用原料ガスの温度は、通常は室温程度である。このため、先端噴出口近傍のシリコンロッドの表面温度を低下させ、シリコンの析出が不十分になり、ロッド径が不均一になったり、ポップコーンが生成することがある。しかし、流量増幅ノズルを用いることで、ノズルに供給された原料ガスが、ベルジャ内雰囲気ガスを吸引する。ベルジャ内雰囲気ガスは既に十分に高温である。この結果、ベルジャ内雰囲気ガスと混合された原料ガスの温度も上昇し、シリコンロッド表面温度の過度の低下が抑制され、また電力原単位も向上する。

実施例

- [0040] 以下、本発明を具体的に説明するために、実施例、比較例を挙げて説明するが、本発明はこれらにより何等制限されるものではない。

- [0041] 実施例 1，比較例 1

図 6 に示す構造を有しており、且つ下記仕様の反応炉を用意した。

- [0042] ベルジャの容積： 3 m^3

底板に設けられたシリコン芯線：10 本（逆 U 字型 5 対）

底板に設けられたガス供給ノズル：6 個（底板の上面のほぼ全域に均等な間隔で分散配置）

ここで、上記ガス供給ノズルは全て、周壁開口部 15 上端での内空断面積が、周壁開口部の下端における同内空断面積の 1.3 倍である図 1 に示した構造とした。その際のシリコン析出用原料ガス流通路 12 を流れる、シリコン析出用原料ガスと雰囲気ガスとの圧力差は 600 Pa であった。

- [0043] 多結晶シリコンの製造は、シリコン芯線に通電することによりこれを 1000℃に加熱し、シリコン析出用原料ガスとしてはトリクロロシランと水素

の混合ガスを用い、これを最大時に $700 \text{ Nm}^3/\text{h}$ で供給して、シーメンス法によりシリコン析出反応を 100 時間実施した。その結果、太さが 120 mm の多結晶シリコンロッド 10 本を得た。

[0044] 比較例として、上記多結晶シリコンの製造に変えて、使用するガス供給ノズルの全てを流量増幅ノズルではなく、周壁に周壁開口部 15 を設けていない、通常の直胴型ノズルを用い、ベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用がない理由からシリコン析出用原料ガスの最大時の供給量を $800 \text{ Nm}^3/\text{h}$ に変更した以外はこれと同様に実施して、多結晶シリコンロッド 10 本を得た。なお、この製造では、シリコンの析出時間が 100 時間経過した時点では、形成された各多結晶シリコンロッドは太さが、前記製造のように 120 mm までは成長していなかったが、そこで製造を終えた。

[0045] その結果、前記ガス供給ノズルとして流量増幅ノズルを用いた製造では、通常の直胴型ノズルを用いた比較製造に対比して、多結晶シリコン 1 kg あたりの使用した電力量は 98% に低下し、多結晶シリコン 1 kg あたりの使用したトリクロロシラン量も 97% に低下した。また、得られた各多結晶シリコンロッドの表面を観察した結果、前記ガス供給ノズルとして流量増幅ノズルを用いて製造したロッドは、その全表面において、ポップコーン状の凹凸が発生した面積が、通常の直胴型ノズルを用いて製造したロッドで発生した同面積よりも 73% に低下していた。

符号の説明

- [0046] 1 ; 反応炉
2 ; ベルジャ
3 ; 底板
4 ; シリコン芯線
5 ; 電極対
6 ; ガス供給ノズル
11 ; ノズル本体

- 1 2 ; シリコン析出用原料ガス流通路
- 1 3 ; 原料ガス供給口
- 1 4 ; 先端噴出口
- 1 5 ; 周壁開口部
- 1 6 ; ノズル周壁
- 1 7 ; 縮径部
- 1 8 ; 張出部
- 1 9 ; 狭窄部
- 2 0 ; 小開口

請求の範囲

- [請求項1] ベルジャと底板とにより内部が密閉されてなり、前記底板には、複数のシリコン芯線を保持するとともに該シリコン芯線に通電するための電極対が設けられてなり、さらに前記ベルジャの内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するための、複数のガス供給ノズルが夫々に先端噴射口を上向きに設けられた構造の反応炉を用い、
- 前記シリコン芯線に通電しながら、前記ガス供給ノズルからシリコン析出用原料ガスを噴出させることにより、前記シリコン芯線に多結晶シリコンを析出させる多結晶シリコンロッドの製造方法において、
- 前記ガス供給ノズルの少なくとも1つとして、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用を有する流量増幅ノズルを用いることを特徴とする多結晶シリコンロッドの製造方法。
- [請求項2] 前記流量増幅ノズルが、ノズル周壁に開口部が設けられてなり、ノズル内のシリコン析出用原料ガス流通路を、該原料ガスが先端噴出口に向かって流れた際に、該周壁開口部からノズル周囲の雰囲気を該シリコン析出用原料ガス流通路に吸い込む作用を有するものである、請求項1記載の多結晶シリコンロッドの製造方法。
- [請求項3] 前記流量増幅ノズルは、前記周壁開口部の内壁側開口面上端位における、シリコン析出用原料ガス流通路の内空断面積が、該周壁開口部の内壁側開口面下端位近傍における同内空断面積よりも大きい構造である請求項2記載の多結晶シリコンロッドの製造方法。
- [請求項4] ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されて、その容量が1.1～3.0倍に増量されるものである、請求項1～3のいずれか一項に記載の多結晶シリコンロッドの製造方法。
- [請求項5] ベルジャと底板とにより内部が密閉されてなり、前記底板には、複数のシリコン芯線を保持するとともに該シリコン芯線に通電するため

の電極対が設けられてなり、さらに前記ベルジャの内部空間にシリコン析出用原料ガスを供給するための、複数のガス供給ノズルが夫々に先端噴射口を上向きに設けられた構造の多結晶シリコンの製造用反応炉であって、

前記ガス供給ノズルの少なくとも1つが、ノズルに供給されたシリコン析出用原料ガスが、ノズル内に導入されたベルジャ内雰囲気と混合されることにより増量されて吹き出す作用を有する流量増幅ノズルであることを特徴とする多結晶シリコンロッド製造用反応炉。