

回収シリコン粉末原料の再結晶化に及ぼす酸素の影響

Influence of Oxygen on Recrystallization of Recycled Silicon Powder from Waste Sludge

明治大¹, 神奈川県産業技術センター², 野村マイクロ・サイエンス(株)³○佐藤 邦孝^{1,2}, 良知 健², 藤井 寿², 本泉 佑², 高木 眞一², 米原 崇広³, 柳 基典³,
楠木 宏毅^{1,2}, 小椋 厚志¹, 小野 春彦^{1,2}Meiji Univ.¹, Kanagawa Ind. Tech. Center², Nomura Micro Science Co., Ltd.³°K.Sato^{1,2}, T.Rachi², H.Fujii², Y.Motoizumi², S.Takagi², T.Yonehara³, M.Yanagi³, H.Kusunoki^{1,2},
A.Ogura¹, H.Ono^{1,2}

E-mail: h_ono@kanagawa-iri.go.jp

【序論】シリコンインゴットからウェハを製造する際のダイシングや研磨工程で発生するシリコンスラッジを、多結晶 Si 太陽電池用原料として再利用する方法が検討されている。スラッジから回収した粉末シリコンの粒径は小さく、総表面積が大きいので、シリコン表面の自然酸化膜により結晶化が阻害されることが課題である。本研究では、原料の表面酸化膜が結晶化に及ぼす影響、並びに結晶化後に混入する酸素量を調べるため、回収原料からナゲットを作製し、酸素に着目して定量的な評価を行った。

【実験方法】CZ-Si ウェハ製造工程で生じたシリコンスラッジから粒径 1~100 μm のパウダー原料を回収し、これをフッ酸処理することにより、表面酸素量の異なるパウダー原料(A~D)を作製した。また、比較として CZ-Si ウェハの端材を数ミリ程度に砕いた回収グレインと、粒径 10mm 程度の高純度 Poly-Si 原料を用意した。これらの表面酸素量を EDX で評価後、離型剤を塗布したシリカ坩堝内で融解、結晶化させて約 20mm φ のナゲットを作製した。ナゲット中の格子間酸素を FTIR で、また、残留欠陥や析出物を EBSD と EPMA で、それぞれ評価した。

【結果と考察】 Fig. に各原料の表面酸素量と、ナゲット中の格子間酸素濃度を示す。表面酸素

量が一定量より多いと回収原料が結晶化しなかった(C, D)。また、フッ酸処理による酸化膜除去が不十分な原料(B)では、結晶化しても析出や部分的な溶解残りが生じた。すなわち、粉末原料の表面を覆っている多量の酸化膜は結晶化を阻害することがわかる。一方、Fig. に示すように回収グレイン原料では高純度 Poly-Si 原料よりもナゲット中の格子間酸素濃度が高いが、これは CZ-Si 由来の回収原料中の酸素が再結晶化後も残留するからである。また、同じ CZ-Si 由来の回収原料間で比較すると、結晶化後の格子間酸素濃度は原料の表面酸素量に依存することがわかった。

【結論】一定量の酸化膜を除去することにより回収粉末原料が結晶化できることが確認できた。また、再結晶化後の酸素混入は、坩堝からの汚染の他、原料内の酸素と、酸化膜からの酸素の両方が起因することがわかった。

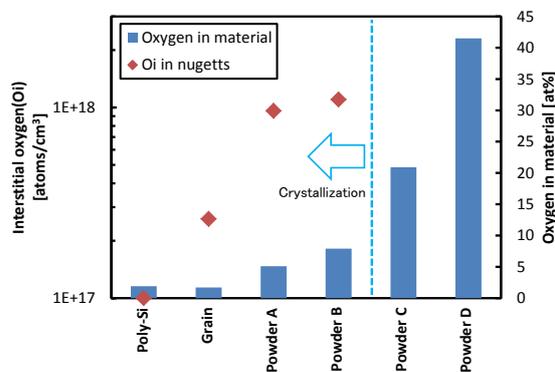


Fig. Oxygen contents in material and nuggets