

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 194**

51 Int. Cl.:

C01B 33/035 (2006.01)

C23C 16/24 (2006.01)

C23C 16/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2011 E 11152861 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2012 EP 2368846**

54 Título: **Procedimiento para la producción de barras de silicio policristalinas exentas de fisuras**

30 Prioridad:

19.03.2010 DE 102010003068

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.03.2013

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE**

72 Inventor/es:

KRAUS, HEINZ

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 399 194 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de barras de silicio policristalinas exentas de fisuras.

5 El invento se refiere a un procedimiento para la producción de barras de silicio policristalinas con un gran diámetro, en cuyo caso para la evitación de la formación de fisuras y desconchaduras en la barra de silicio, se introducen unos discos a base de un material con una resistencia eléctrica específica más baja que la del silicio policristalino.

En el caso de la deposición de un polisilicio según el proceso de Siemens se deposita silicio elemental muy puro desde la fase gaseosa junto a la superficie de la barra de silicio. En este caso, en un reactor de deposición, junto a la superficie de una barra delgada de silicio calentada a 900 hasta 1.200 °C, a partir de una mezcla de hidrógeno y halógenosilanos o de un compuesto hidrogenado de silicio se deposita silicio elemental desde la fase gaseosa.

10 En este caso, las barras de silicio son sostenidas en el reactor por unos electrodos especiales, que se componen por regla general de un grafito eléctrico muy puro. En cada caso dos barras delgadas con una diversa polarización de la tensión en los soportes de electrodos están unidas en el otro extremo de las barras delgadas con un puente para formar un circuito cerrado de corriente eléctrica. A través de los electrodos y de los soportes de electrodos se aporta energía eléctrica para el calentamiento de las barras delgadas. A través de unas boquillas de entrada situadas junto a la placa de fondo del reactor de deposición se aporta una mezcla de hidrógeno y halógenosilanos. En este caso, los halógenosilanos se descomponen junto a la superficie de las barras delgadas. De este modo crece el diámetro de las barras delgadas. Simultáneamente, el electrodo crece, comenzando por su punta, dentro del pie de una barra de silicio. Después de haber alcanzado un diámetro nominal deseado de las barras de silicio se termina el proceso de deposición, se enfrían las barras incandescentes de silicio y se desmontan.

20 En este contexto les corresponde una importancia especial el material y a la forma de los electrodos. Ellos sirven, por una parte, para el sostenimiento de las barras delgadas, para la transmisión del flujo de corriente eléctrica en la barra de silicio, pero también para la transmisión del calor y también como un soporte seguro de las barras que está creciendo en el reactor. Puesto que la tendencia va en dirección hacia unas barras cada vez más largas y más pesadas, y que los pares de barras, que entretanto pueden llegar a pesar varios cientos de kilogramos, sólo están anclados en el reactor por medio de los electrodos, precisamente la elección de la forma y la constitución del material son muy importantes.

30 Los electrodos de acuerdo con el estado de la técnica se componen en la parte inferior de un cuerpo de base cilíndrico y en la parte superior de una punta de cono. Junto a la punta del cono está situada una perforación para el alojamiento de la barra delgada. El extremo inferior del electrodo se coloca en este caso en un soporte metálico de electrodo, a través del cual se aporta la corriente eléctrica. Tales electrodos son conocidos en general y se utilizan para la deposición de silicio, por ejemplo, en el documento de patente de los EE.UU. US-5.284.640.

Como material para los electrodos se utiliza predominantemente un grafito, puesto que el grafito está a disposición en una pureza muy alta y es químicamente inerte en las condiciones de deposición. Además, el grafito tiene una resistencia eléctrica específica muy pequeña.

35 Después del proceso de deposición, los pares de barras en forma de U a base de un polisilicio, que se han obtenido, se tronzan por los lados de los electrodos y de los puentes. Las barras obtenidas deben de estar exentas de fisuras y desprendimientos junto a ambos extremos de una barra y a lo largo de toda la longitud de la barra. A continuación, las barras así obtenidas son tronzadas para formar unos trozos de barras, teniéndose que cumplir ciertos requisitos de los clientes tales como la longitud de las barras y el peso de las barras. También estas barras deben de estar exentas de fisuras y desconchaduras por ambos lados y a lo largo de la longitud total de las barras.

40 En todos los electrodos conocidos a partir del estado de la técnica es desventajoso el hecho de que éstos en la transición desde un electrodo a una barra de silicio, o en una barra de silicio en la proximidad de un electrodo, ellos tienden en mayor o menor grado a la formación de fisuras o a la desconchadura del material y por consiguiente hacen inestable a la barra de silicio.

45 Para que se obtenga un alto rendimiento en la longitud exenta de fisuras de las barras, los extremos de las barras situados por los lados de los electrodos y de los puentes de los pares de barras en forma de U a base de un polisilicio, que se han obtenido, deben de tener la menor cantidad que sea posible de fisuras y desconchaduras, y en el caso ideal no deben de tener en absoluto ninguna fisura ni ninguna desconchadura. Las zonas de las barras con fisuras significan un alto esfuerzo al tronzar las barras, puesto que los extremos de las barras son tronzados disco por disco hasta conseguir la ausencia de fisuras.

50 La longitud, el diámetro y el peso de las barras elaboradas de polisilicio son una parte componente de la especificación de los clientes. Los requisitos de los clientes se desplazan cada vez más hacia unas barras largas y gruesas. Por otra parte, las fisuras y los desprendimientos aumentan con un diámetro creciente de deposición durante la producción. Un método para la evitación de fisuras conlleva por consiguiente un alto potencial económico.

55 Para la evitación de fisuras y desconchaduras en unas barras a base de un silicio policristalino hay ya diversas publicaciones.

- El documento US-6.676.916 describe, por ejemplo, un procedimiento en el que en las barras delgadas, por debajo del puente, se disponen unos pequeños sitios defectuosos, tales como unas perforaciones o muescas. Como otras posibilidades se mencionan unos engrosamientos de la barra delgada mediante recalado o unos estrechamientos de la sección transversal de la conducción. En estos sitios perturbados, al realizar la deposición, se debe de formar un plano de hendimiento mediante un crecimiento cristalino perturbado. En el caso de tensiones térmicas, estos planos deben de actuar entonces como unos sitios de rotura preferida.
- Unas barras de polisilicio gruesas y exentas de fisuras se emplean en ciertos procesos de producción, tales como, por ejemplo, el estiramiento por zonas, la carga posterior de procesos de Czochralski o el corte de nuevas barras delgadas. Estos procesos presuponen una superficie lisa de las barras y una compacta sección transversal de las barras sin sitios defectuosos y sin zonas con una diferente estructura cristalina en una barra. Por lo tanto, es necesaria una constitución uniforme de los cristales de las barras de polisilicio durante el proceso de deposición. Unos pequeños sitios defectuosos en la barra delgada, tal como se proponen en el documento US-6.676.916, se cierran totalmente en tales procesos de deposición ya en el caso de un delgado diámetro de las barras. De esta manera, en el caso de las barras gruesas la zona ya no actúa como un sitio de rotura preferida.
- A partir del documento de patente japonesa JP-63074909 se conoce un procedimiento para la evitación de fisuras y desconchaduras, en el que las barras de silicio son calentadas con una corriente eléctrica alterna de alta frecuencia. Con una corriente eléctrica alterna de alta frecuencia, la densidad de corriente eléctrica es desplazada hacia el borde de las barras de acuerdo con el denominado efecto de piel (en inglés Skin). La diferencia de temperaturas entre el centro de la barra y la superficie de la barra se puede mantener pequeña de esta manera. Cuanto más alta sea la frecuencia, tanto más grande será el desplazamiento de la densidad de corriente eléctrica hacia el borde de la barra. Para la consecución de un efecto digno de mención se requieren unas frecuencias > 100 kHz. En el caso de este procedimiento es desventajoso el hecho de que en vinculación con las altas intensidades de corriente y tensiones eléctricas, que son necesarias para el calentamiento de las barras, se hace necesario un apantallamiento muy costoso del abastecimiento de corriente eléctrica y de la instalación de deposición. En condiciones prácticas y económicas este procedimiento, por lo tanto, se puede realizar solamente con dificultades.
- En el caso de los grandes diámetros de las barras, que son usuales hoy en día, con ningún procedimiento conocido a partir del estado de la técnica se pudieron poner a disposición unos procedimientos rentables y sencillos, que evitasen una formación de fisuras y la aparición de desconchaduras en la zona de la transición hacia el pie de la barra y hacia el puente de las barras.
- Por consiguiente, subsistía la misión de poner a disposición un procedimiento sencillo para la producción de barras de silicio con un gran diámetro, que dé lugar a una reducción de las fisuras y de los desprendimientos tanto en los extremos de las barras situados por el lado de los puentes así como también en los extremos de las barras situados por el lado de los electrodos, y por consiguiente se aumente la longitud exenta de fisuras de las barras después del tronzado de los extremos de las barras.
- Sorprendentemente, se encontró por fin que mediante la incorporación de unos discos por encima de los electrodos utilizados y por debajo del puente situado entre las dos barras de un par de barras, que se componen de un material, que en las condiciones de deposición posee una resistencia eléctrica específica más baja que la del silicio policristalino, se puede aumentar significativamente la longitud exenta de fisuras y desconchaduras de las barras.
- Es objeto del invento un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 y unas barras de silicio policristalinas de acuerdo con la reivindicación 14.
- Mediante el empleo conforme al invento de los discos se pudo conseguir una uniformización de la densidad de corriente eléctrica en las barras. Para esto, unos discos a base de un material con una resistencia eléctrica manifiestamente más baja que la del silicio por encima de los electrodos y por debajo de los puentes de las barras. También es posible introducir los discos sólo por el lado de los electrodos o sólo por el lado de los puentes. En este caso el efecto positivo de los discos en lo que respecta a la evitación de fisuras y desprendimientos se reduce sólo en el extremo de una barra, junto al que se había introducido el disco.
- Los discos se pueden introducir en un ángulo de 45 hasta 90° con respecto al eje de la barra, de manera preferida de 60 a 90° y de manera especialmente preferida de 90° con respecto al eje de la barra.
- Los discos tienen, según sea el diámetro deseado de las barras, un diámetro comprendido entre 30 y 250 mm, de manera preferida de 50 a 220 mm y de manera especialmente preferida de 90 a 200 mm. Idealmente, el diámetro de los discos para los discos situados por el lado de los puentes corresponde al diámetro deseado de las barras. El diámetro de los discos situados por el lado de los electrodos puede ser un poco más pequeño, siempre y cuando que el disco se apoye sobre la punta de un electrodo. En este caso, el diámetro ideal de los discos se sitúa en aproximadamente un 80 % del diámetro medio de las barras.
- El espesor de los discos se sitúa entre 0,5 y 100 mm, de manera preferida entre 1 y 20 mm, de manera especialmente preferida entre 2 y 10 mm.

- 5 Como material para los discos se adecuan todos los materiales que funden a altas temperaturas y que son estables frente al silicio caliente en la región de temperaturas de hasta 1.300°C, que en las condiciones de deposición tienen una resistencia eléctrica específica más baja que la del silicio policristalino, es decir que la resistencia eléctrica específica del material de los discos, en el intervalo de temperaturas comprendido entre 900 y 1.200°C, es más baja que 100 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$. Esto corresponde, en el caso del grafito como el material de los discos, a 20 °C, a una resistencia eléctrica específica más baja que 130 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$. Unos materiales adecuados son unos metales que funden a altas temperaturas tales como wolframio y tántalo o grafito.
- 10 Otros materiales adecuados son un silicio policristalino o silicio monocristalino dopado, carburo de silicio o unos materiales compuestos de CFC (acrónimo de "Carbon Fiber reinforced Carbon" = carbono reforzado con fibras de carbono), de manera preferida un silicio monocristalino. Por motivos de pureza se prefiere especialmente un grafito eléctrico muy puro. Asimismo es posible un revestimiento de las piezas de grafito con silicio, carburo de silicio, pirocarbono, nitruro de silicio, carbono vítreo o un siliceno, es decir nano silicio. En este caso se prefiere un espesor de capa más bajo que 100 μm .
- 15 El valor medio aritmético de la aspereza superficial Ra del disco utilizado, medido según la norma DIN EN ISO 4287, se sitúa entre 1 y 20 μm , de manera preferida entre 1 y 15 μm , de manera especialmente preferida entre 1 y 10 μm en el caso de una altura total del perfil de la aspereza Rt comprendida entre 10 y 200 μm , de manera preferida entre 10 y 150 μm , de manera especialmente preferida entre 10 y 100 μm , y una profundidad promediada de la aspereza Rz comprendida entre 8 y 160 μm , de manera preferida entre 8 y 120 μm , de manera especialmente preferida entre 8 y 80 μm .
- 20 Para una evitación óptima de las tensiones térmicas, la resistencia eléctrica específica de los discos a la temperatura de deposición - en el caso de unos materiales que son isótropos en particular en el plano de los discos - tiene que ser manifiestamente más pequeña que la de un silicio muy puro. La resistencia específica de los discos a 20 °C debería ser, medida según la norma DIN 51911, más baja que 130 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$, de manera preferida más baja que 75 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$ y de manera especialmente preferida más baja que 30 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$.
- 25 Los discos se pueden utilizar en vinculación con todos los electrodos conocidos a partir del estado de la técnica. Estos electrodos están constituidos de manera preferida a base de un grafito eléctrico, con una resistencia eléctrica específica más baja que la de un silicio muy puro. La forma de estos electrodos es cónica con una punta central orientada hacia la barra de silicio, que soporta a la barra delgada.
- 30 La posición óptima del disco situado por el lado de los electrodos se encuentra junto al pie de la barra directamente por encima del electrodo. De manera preferida, el disco se introduce a una distancia de 0 a 1.000 mm, medida desde la punta del electrodo. Se prefiere especialmente la colocación del disco sobre la punta del electrodo. Para esto, en el centro del disco se puede introducir sencillamente una perforación de forma cónica, con la que el disco se puede encajar de una manera ajustada sobre la punta del electrodo, y por medio de la cual la barra de soporte (la barra delgada) es encajada en el electrodo. El disco puede también ser colocado hasta una zona de 20 mm por debajo de la punta de electrodo, disminuyendo el efecto positivo de los discos con una distancia creciente por debajo de la punta de electrodo.
- 35 Debido a la más baja resistencia eléctrica específica del disco, la aportación de corriente eléctrica en el pie de la barra ya no se efectúa de un modo centrado, a través de la punta del electrodo en el pie de la barra, sino de manera uniformizada a través de la sección transversal del disco. El gradiente de temperaturas desde el centro de la barra hasta la superficie de la barra en el pie de la barra es de esta manera manifiestamente más bajo.
- 40 Además, los discos actúan como un sitio de rotura preestablecida, que disminuye las tensiones residuales remanentes mediante formación de unas fisuras cónicas junto a las barras en la zona de los discos. En la zona de hasta 100 mm por encima y por debajo de los discos, al enfriar aparecen todavía unas fisuras de forma cónica, de tal manera que los extremos de las barras que permanecen tienen una forma ligeramente afilada.
- 45 Las barras ya están exentas de fisuras y desprendimientos junto al extremo de las fisuras de forma cónica, aproximadamente a 100 mm por encima de los discos situados por el lado de los electrodos y a 100 mm por debajo de los discos situados por el lado de los puentes.
- 50 Un electrodo de acuerdo con el estado de la técnica, complementado con la forma de un disco, en común de una sola pieza, es asimismo posible, y tiene el mismo efecto. La producción en una sola pieza, sin embargo, a causa del diámetro del disco, que es grande en comparación con el diámetro del electrodo, es más desventajosa que la producción por separado de un electrodo y de un disco a base de piezas individuales.
- 55 Junto a los discos situados junto al pie de una barra, opcionalmente también un disco se puede introducir junto al extremo superior de las barras, en la transición hacia el puente de un par de barras. De manera preferida, el disco se introduce en 200 hasta 1.000 mm por debajo del puente, de manera preferida en 200 hasta 800 mm, y de manera especialmente preferida en 300 hasta 600 mm, en cada caso referido al puente de las barras delgadas.
- De manera preferida, este disco se introduce en ángulo recto con respecto al eje de la barra. Un ángulo que se desvía de 90° respecto al eje de la barra es posible, pero reduce el efecto del disco.

El disco se puede introducir directamente en la barra delgada o se puede fijar también mediante un adaptador. Para esto, los discos tienen en su centro de manera preferida una perforación cilíndrica. La posición vertical de los discos es dependiente del diámetro final de las barras. Ella se debe escoger de tal manera que el disco, después de la consecución del diámetro deseado de las barras, esté situado todavía por debajo del arco del puente. La posición más alta, en la que el disco situado por el lado del puente está situado todavía en la parte recta de las alas de las barras, se encuentra en el caso de unas barras más delgadas más cerca del puente que en el caso de unas barras más gruesas. Unas posiciones más bajas y por consiguiente más alejadas del puente son posibles, pero en este caso disminuye la longitud exenta de fisuras de las barras, que se consigue posteriormente.

Por debajo del disco, en la proximidad del puente, la densidad de corriente eléctrica está uniformizada y aumenta sólo en pequeña medida debido a la conductividad térmica específica y a la dependencia con respecto de la temperatura de la resistencia eléctrica específica del silicio desde la superficie de la barra hasta el centro de la barra, en forma de círculos concéntricos. Las barras se pueden tronzar de un modo exento de fisuras y desprendimientos aproximadamente a 100 mm por debajo de los discos situados por el lado de los puentes.

Puesto que las delgadas barras de soporte pueden oscilar debido a la corriente gaseosa en el reactor, es conveniente fijar a los discos situados por el lado del puente de unas barras de soporte contiguas en unas alturas ligeramente diferentes. En el ensayo se han acreditado en este caso unas diferencias de altura comprendidas entre 20 y 50 mm. Son posibles unas mayores diferencias de altura, pero éstas acortan no obstante la longitud utilizable de las barras con la posición más baja de los discos. En este caso, los discos de unas barras de soporte contiguas están situados a diferentes alturas. De esta manera se evitan unos breves contactos de los discos de barras contiguas por barras de soporte oscilantes. Una colisión de discos contiguos puede dar lugar a la rotura de los discos y de las barras de soporte con la consecuencia de una parada de la instalación de deposición.

La fijación de los discos se efectúa o bien mediante un sencillo apoyo sobre los electrodos o mediante unos adaptadores o unas envolturas adecuados/as. Unos adaptadores sencillos pueden ser por ejemplo unos cuerpos de unión oblongos en cada caso con una cavidad, p.ej. una perforación, junto a los extremos. Con el adaptador se pueden unir dos delgadas barras de soporte para dar una barra de soporte más larga mediante un sencillo encaje. El adaptador lleva adicionalmente un dispositivo para el alojamiento del disco. Este puede ser por ejemplo un borde o un collarín, sobre el que se apoya el disco.

Como material para el adaptador se adecuan todos los materiales que funden a altas temperaturas, que son estables frente a un silicio caliente en la región de temperaturas de hasta 1.300 °C y que son eléctricamente conductores en la región de temperaturas mayores que 900 °C. Unos materiales adecuados son unos metales que funden a altas temperaturas, tales como wolframio y tántalo o grafito. Otros materiales adecuados son un silicio policristalino o monocristalino dopado, carburo de silicio o unos materiales compuestos de CFC (carbono reforzado con fibras de carbono), de manera preferida un silicio monocristalino. Por motivos de pureza se prefiere especialmente un grafito eléctrico muy puro. Un revestimiento de las piezas de grafito con silicio, carburo de silicio, pirocarbón, nitruro de silicio, carbono vítreo o un siliceno, es decir, nano silicio, es asimismo posible. En este caso se prefiere un espesor de capa más pequeño que 100 µm.

El adaptador y el disco pueden ser producidos a partir de materiales diferentes o a partir del mismo material. Para ambas piezas se utiliza de manera preferida un grafito eléctrico muy puro. El adaptador y el disco se pueden componer de 2 piezas separadas o de una sola pieza. La función no es perjudicada en el caso de ambas formas de realización. A causa del gran diámetro del disco en comparación con el diámetro del adaptador y del pequeño espesor del disco con respecto a la longitud del adaptador, por motivos económicos se prefieren dos piezas separadas.

La resistencia eléctrica específica del adaptador puede ser también mayor que la del silicio, en cualquier caso el adaptador debe de ser eléctricamente conductor. En un caso ideal, el adaptador tiene una resistencia eléctrica específica más pequeña que, o igual a, la de un silicio policristalino no dopado.

Son asimismo posibles otros discos adicionales colocados en unas posiciones entre un disco situado por el lado de los electrodos y un disco situado por el lado del puente. De manera preferida, éstos se colocan en las posiciones de corte planeadas para el tronzado de las barras a la longitud exigida posteriormente. Sin embargo, los discos adicionales no son obligatoriamente necesarios, puesto que las barras colocadas junto al disco situado por el lado del puente y junto al disco situado por el lado de los electrodos tienen escasas tensiones térmicas. No obstante, ellas facilitan el tronzado posterior.

Los discos deben de tener a la temperatura de deposición una resistencia eléctrica específica, que sea manifiestamente más pequeña que la del silicio. A causa de la resistencia eléctrica específica de los discos, que es baja en comparación con la del silicio, entre el disco situado por el lado del puente y el disco situado por el lado de los electrodos se ajusta en las barras de silicio una densidad de corriente eléctrica uniformizada a lo largo de la sección transversal de una barra, que es independiente de la posición vertical (por el lado de los electrodos, en el centro de la barra, y por el lado del puente) en la barra.

En el caso de otra forma de realización del invento, se pueden incorporar unos discos adicionales como posteriores sitios de rotura preestablecida en lugares arbitrarios del par de barras en forma de U, de manera preferida en el puente. El efecto de estos discos en lo que respecta a la evitación de fisuras y de tensiones térmicas no se basa en una uniformización de la densidad de corriente eléctrica, sino solamente como un sitio de rotura preestablecida. Al enfriar las barras, en la zona de los discos se descomponen las tensiones térmicas mediante formación de fisuras en la proximidad inmediata de los discos, de tal manera que la barra remanente es menos dañada. El posicionamiento de los discos se efectúa asimismo con unos adaptadores situados por debajo del puente o en el puente.

El disco situado por el lado del puente, con una única función como un disco de rotura preestablecida, se puede componer de un material con una conductividad eléctrica más pequeña que la del silicio. La resistencia eléctrica específica debe de tener en este caso por lo menos una magnitud tal que sea posible un flujo de corriente eléctrica a través de los discos.

Unos materiales adecuados son unos metales que funden a altas temperaturas tales como wolframio y tántalo, un silicio policristalino o monocristalino dopado o no dopado, grafito, carburo de silicio, nitruro de silicio, materiales compuestos de CFC, de manera preferida un silicio policristalino o monocristalino no dopado. Un revestimiento de las piezas de grafito con silicio, carburo de silicio, pirocarbono, nitruro de silicio, carbono vítreo o un siliceno, es decir nano silicio, es asimismo posible. En este caso se prefiere un espesor de capa más pequeño que 100 μm .

En una forma de realización del invento, se introduce por lo menos un disco en el puente. Esto se puede realizar por medio de los adaptadores ya descritos, o también sencillamente mediante el cuelgue en una ranura transversalmente con respecto al puente, con el fin de impedir el resbalamiento lateral del disco sobre el puente. El disco se puede introducir, referido a su centro, de manera tanto céntrica como también excéntrica, en el puente. La perforación del disco debería estar situada en esta forma de realización en la zona situada entre el centro del disco y 0,8x el radio del disco, de manera preferida en la zona situada entre 0,2x el radio del disco y 0,6x el radio del disco, de manera especialmente preferida entre 0,2x el radio del disco y 0,4x el radio del disco.

La perforación es precisamente tan grande que el puente puede ser encajado a través del disco. En el caso más sencillo, la perforación es de forma circular o se presenta en forma de una elipse, idealmente ella corresponde en su tamaño y forma a la sección transversal del puente. Los discos tienen, según sea el diámetro deseado de las barras, un diámetro comprendido entre 30 y 250 mm, de manera preferida de 50 a 220 mm, de manera especialmente preferida de 90 a 200 mm. Idealmente, el diámetro de los discos para los discos situados por el lado de los puentes corresponde al diámetro deseado de las barras.

Puesto que los discos situados en el puente no tienen ninguna función eléctrica especial, estos discos pueden poseer un espesor muy pequeño. Éste se sitúa en el intervalo de 0,5 a 10 mm, de manera preferida de 1 a 5 mm y de manera especialmente preferida de 1 a 3 mm.

En el caso de la utilización de unos discos situados por el lado de los electrodos y por el lado de los puentes, en el caso de una longitud de las barras de soporte de 3.000 mm, después de haber tronzado, se pueden obtener unas barras de silicio policristalinas con una longitud exenta de fisuras y desprendimientos mayor que 1.400 mm, de manera preferida mayor que 1.850 mm y de manera especialmente preferida mayor que 2.000 mm. Con el procedimiento conforme al invento se pueden producir unas barras de silicio policristalinas exentas de fisuras y desprendimientos con un diámetro comprendido entre 130 y 250 mm, de manera preferida entre 160 y 220 mm, de manera especialmente preferida entre 180 y 220 mm.

Las barras de silicio policristalinas, producidas conforme al invento, se pueden utilizar para la producción de un silicio monocristalino mediante el procedimiento de zona flotante (FZ, acrónimo del inglés "Floating zone"). Ellas tienen en este caso la propiedad de que durante el proceso de estiramiento no aparecen desconchaduras adicionales, que conducirían inevitablemente a la finalización del proceso de estiramiento, y de esta manera reducirían drásticamente el rendimiento de la FZ. Además, la utilización de las barras producidas conforme al invento reduce la probabilidad de que se produzcan desplazamientos en el procedimiento de FZ. Las barras se pueden estirar sin desplazamientos en una pasada de estiramiento. Además, las barras de polisilicio se pueden fundir sin desprendimientos en el crisol para el proceso de estiramiento de CZ, para el aumento del grado de llenado del crisol. Otro caso adicional de uso son unas cortas barras de silicio policristalinas exentas de fisuras y desprendimientos para un llenado denso del crisol en el caso del proceso de estiramiento de CZ en vinculación con unos fragmentos de polisilicio (Poly Chips) de diversos tamaños de fractura para los intersticios de los trozos de barras.

El invento se debe de ilustrar más detalladamente con ayuda de los siguientes Ejemplos.

En un reactor de deposición unas barras de silicio policristalinas se depositaron según el procedimiento de Siemens a partir de la fase gaseosa. Se montaron unos electrodos de grafito de acuerdo con el estado de la técnica (acerca de la forma véase el documento de patente US-5.593.465), es decir con una forma oblonga, en el extremo superior con una punta en forma de cono. El electrodo de grafito tiene junto a la punta en dirección longitudinal una perforación, en la que se había encajado una delgada barra de soporte. En cada caso 2 barras de soporte contiguas se unen junto al extremo superior con una delgada barra de soporte en forma de U para formar un puente. Los dos

extremos del soporte de electrodo, situados fuera del reactor de deposición, se conectaron con una fuente de tensión eléctrica para formar un circuito cerrado de corriente eléctrica. Mediante un flujo directo de corriente eléctrica a su través, las barras de soporte fueron calentadas eléctricamente a 900 hasta 1.200 °C. Durante el proceso de deposición se añadió una carga de alimentación (en inglés Feed), que se componía de uno o varios compuestos de silanos clorados de la fórmula $\text{SiH}_n\text{Cl}_{4-n}$ (con $n = 0 \dots 4$) e hidrógeno como gas de vehículo. Junto a la superficie de las barras delgadas se descompone el compuesto de silano halogenado, creciendo un silicio policristalino sobre éstas. Después de la consecución del diámetro deseado comprendido entre 130 y 220 mm, se finalizó la reacción, las barras se enfriaron y se desmontaron fuera del reactor de deposición.

Ejemplo 1:

10 Sobre la punta de los electrodos de grafito se encajó en cada caso un disco a base de un grafito eléctrico muy puro con una perforación central ajustada. La punta del electrodo de grafito se ha rematado de una manera enrasada con la superficie del disco. El disco tenía un diámetro de 130 mm y un espesor de 4 mm. En los electrodos de grafito se encajaron unas barras de soporte con unas longitudes de 2.500 mm y 2.550 mm de tal manera que siempre un par de barras contuviese una barra de soporte más larga y otra más corta, y que las barras contiguas tuviesen diferentes longitudes. Sobre los extremos de las barras de soporte se encajaron unos adaptadores y manguitos para la unión de dos barras de soporte para formar una barra de soporte más larga. Los adaptadores se componían de un grafito eléctrico muy puro. En el otro extremo de los adaptadores se encajaron unas barras de soporte más cortas con unas longitudes de 500 mm y 450 mm de tal manera que todas las barras de soporte tuviesen una longitud total de 3.000 mm. Los adaptadores sirvieron simultáneamente para la fijación de en cada caso un disco de grafito muy puro por debajo del puente. Los discos fueron encajados y colocados sobre los adaptadores mediante una perforación central. Los discos situados sobre los adaptadores tenían un diámetro de 180 mm y un espesor de 4 mm. Los discos situados por el lado de los electrodos y por el lado del puente formaron con la barra delgada un ángulo de en cada caso 90°. Los discos tenían una resistencia eléctrica específica, medida a la temperatura ambiente según la norma DIN 51911, más pequeña que $30 \mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$. Sobre las barras de soporte incorporadas de esta manera se depositó un silicio policristalino hasta la consecución de un diámetro de 180 mm. Las barras de silicio policristalinas acabadas se podían tronzar entre el disco situado por el lado de los electrodos y el disco situado por el lado del puente, con unas pérdidas por corte sólo pequeñas, por ambos extremos de un modo exento de fisuras y desprendimientos, de tal manera que las barras acabadas de elaborar estaban exentas de fisuras y desprendimientos por toda su longitud.

30 El 90 % de las barras de silicio policristalinas producidas de esta manera, tenían una longitud mayor que 2.100 mm, las longitudes de las barras restantes estaban situadas entre 1.900 mm y 2.100 mm. Las barras se podían estirar posteriormente de una sola vez con el procedimiento de estiramiento por zonas sin desplazamientos, para dar monocristales. A causa del alto peso de las barras policristalinas exentas de fisuras, éstas se adecuaban especialmente para el empleo para el estiramiento de monocristales con un diámetro grande, en el presente caso de 8 pulgadas.

Ejemplo comparativo 1:

Se procedió de una manera análoga a la del Ejemplo 1. Un conjunto comparativo de barras se depositó, sin embargo, con unas barras delgadas con una longitud de 3.000 mm a partir de un trozo, es decir sin discos superiores y sin adaptadores, por lo demás con los mismos parámetros. Sólo se utilizó el disco situado sobre los electrodos.

40 A causa de una formación aumentada de fisuras junto a los extremos de las barras situadas por el lado de los puentes, las barras tuvieron que ser acortadas más grandemente por el lado de los puentes hasta la consecución de unas barras exentas de fisuras y desprendimientos, de tal manera que sólo el 20 % de las barras elaboradas fuesen más largas que 2.100 mm, mientras que el 70 % de las barras tenían una longitud comprendida entre 1.800 mm y 2.100 mm. Las barras restantes tenían solamente una longitud más pequeña que 1.800 mm. Las barras exentas de fisuras se podían estirar hasta 8 pulgadas asimismo de un modo exento de desplazamientos con el procedimiento de estiramiento por zonas, pero, debido a las más pequeñas longitudes de las barras, con un más bajo rendimiento de estiramiento y con un rendimiento más bajo de producción de la instalación.

Ejemplo comparativo 2:

50 Se procedió de una manera análoga a la del Ejemplo comparativo 1 y adicionalmente se suprimieron también los discos situados por el lado de los electrodos. Los pares de barras no tenían por consiguiente ningún disco y se realizó la deposición de una manera análoga a la del estado de la técnica. Adicionalmente a las fisuras situadas por el lado del puente, los extremos de las barras situadas por el lado de los electrodos estaban ahora también fisurados de un modo aumentado. A las pérdidas por corte por el lado del puente se les añadieron ahora también de manera aumentada unas pérdidas por corte junto al extremo de las barras situadas por el lado de los electrodos al tronzar las barras hasta la consecución de unas barras exentas de fisuras. No había ninguna barra exenta de fisuras con una longitud mayor que 1.800 mm. El 15 % de las barras obtenidas tenían una longitud comprendida entre 1.500 mm y 1.800 mm. El 55 % de las barras estaban situadas en el intervalo de 1.200 mm a 1.500 mm y el 14 % de ellas estaban situadas en el intervalo entre 1.000 mm y 1.200 mm. Las barras restantes no eran utilizables a causa de una longitud exenta de fisuras demasiado pequeña de las barras para el procedimiento de estiramiento por zonas.

Las barras de silicio policristalinas se podían estirar aquí también de un modo exento de desplazamientos con el proceso de estiramiento por zonas. A causa de su pequeño peso, ellas no eran adecuadas, sin embargo, como barras preliminares para el estiramiento de monocristales de 8 pulgadas, sino solamente para monocristales con unos diámetros de 6 pulgadas y más pequeños.

5 **Ejemplo 2:**

Sobre la punta de los electrodos de grafito se encajó en cada caso un disco a base de un grafito eléctrico muy puro con una perforación central ajustada. La punta del electrodo de grafito se ha rematado de una manera enrasada con la superficie del disco. Los discos tenían en cada caso un diámetro de 120 mm y un espesor de 4 mm. Los electrodos de grafito fueron equipados con unas barras de soporte con una longitud de 2.400 mm. En el puente de los pares de barras se colgó en cada caso un disco a base de un silicio policristalino. El diámetro del disco en el puente era de 150 mm con un espesor del disco de 2 mm. La perforación para el cuelgue del disco en el puente estaba situada de manera excéntrica a una distancia desde el centro de 0,3x el radio del disco. El disco se había asegurado contra el resbalamiento mediante una muesca existente en el puente. Sobre las barras de soporte incorporadas de esta manera se depositó un silicio policristalino a partir de la fase gaseosa hasta la consecución de un diámetro de 160 mm.

Después del desmontaje de los pares de barras fuera de la instalación de deposición, el 80 % de los pares de barras se habían roto junto al disco en el puente. Los extremos de barras situados por el lado de los puentes tenían sólo pocas fisuras, de tal manera que después del tronzado de las piezas de puente sólo había resultado poca cantidad de material de desecho adicional junto a los extremos de las barras situadas por el lado de los puentes hasta la consecución de unos extremos de barras exentos de fisuras y desprendimientos. Los extremos de barras situados por el lado de los puentes tuvieron que ser acortados, inclusive los puentes, en cada caso en 300 hasta 500 mm. Los extremos de las barras situados por el lado de los electrodos estaban exentos de fisuras y desprendimientos a partir de una longitud de 100 mm hasta 200 mm por encima de los discos situados por el lado de los electrodos. Las longitudes exentas de fisuras y desprendimientos de las barras estaban situadas por consiguiente entre 1.700 mm y 2.100 mm. A partir de las barras exentas de fisuras, por cada barra se pudieron tronzar de 8 a 10 cortos trozos de barras con una longitud de 200 mm para el llenado del crisol de cuarzo para el proceso de estiramiento de Czochraski.

Ejemplo comparativo 3:

Se procedió de una manera análoga a la del Ejemplo comparativo 2. Sin embargo, como conjunto comparativo se realizó la deposición sin ningún disco en el puente. Al final del proceso de deposición, los pares de barras tuvieron que ser separados junto al puente antes de su retirada desde el reactor. En este caso, se liberaron y se generaron tensiones durante el tronzado. Las pérdidas por corte por el lado de los puentes hasta la consecución de un extremo de barra exento de fisuras por el lado de los puentes fueron de 400 a 700 mm. Inclusive 100 hasta 200 mm del material de desecho resultante por el lado de los electrodos, la longitud exenta de fisuras de las barras era entonces de 1.500 a 1.800 mm por cada barra de silicio. A partir de esto se pudieron tronzar de 7 a 9 cortos trozos de barras para el llenado del crisol de cuarzo para el proceso de estiramiento de Czochraski.

Ejemplo comparativo 4:

Se procedió de una manera análoga a la del Ejemplo comparativo 3. Adicionalmente se prescindió también del disco de grafito situado por el lado de los electrodos y por consiguiente se trabajó según el estado de la técnica. Los parámetros restantes del proceso permanecieron iguales. Adicionalmente a la cantidad aumentada de material de desecho resultante por el lado del puente, provocado por el tronzado del puente y del extremo de barra fisurado situado por el lado del puente, junto a los extremos de barras situados por el lado de los electrodos hubo una cantidad aumentada de material de desecho resultante a causa de fisuras y desconchaduras. Después del tronzado hasta la consecución de unas barras exentas de fisuras y desprendimientos, las barras tenían solamente una longitud de 1.100 mm hasta 1.500 mm. A partir de ellas sólo se pudieron tronzar de 5 a 7 trozos cortos de barras para el llenado del crisol de cuarzo para el proceso de estiramiento de Czochraski.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de barras de silicio policristalinas mediante deposición desde la fase gaseosa junto a una barra delgada, caracterizado porque en una zona situada a lo sumo a 20 mm por debajo de una punta de electrodo hasta por debajo del puente de un par de barras se introducen uno o varios discos, que se componen de un material, que en las condiciones de deposición posee una resistencia eléctrica específica más baja que la del silicio policristalino.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque los discos utilizados poseen un diámetro de 30 a 200 mm.
- 10 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 2, caracterizado porque el diámetro de los discos utilizados corresponde al diámetro de la barra depositada.
4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque el diámetro de disco de un disco introducido por el lado de los electrodos es más baja que el diámetro de un disco situado por el lado del puente.
- 15 5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque el espesor de los discos está comprendido entre 0,5 y 100 mm.
6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque los discos se introducen en un ángulo de 45 a 90 grados referido al eje de una barra.
- 20 7. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque los discos se componen de wolframio, tántalo, grafito, silicio, carburo de silicio, nitruro de silicio o materiales compuestos de carbono reforzado con fibras de carbono.
8. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque la resistencia eléctrica específica de los discos a 20 °C es más pequeña que 130 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$.
- 25 9. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizado porque el valor medio aritmético de la aspereza superficial R_a de los discos utilizados se sitúa entre 1 y 20 μm , en el caso de una altura total del perfil de la aspereza R_t comprendida entre 10 y 200 μm y de una profundidad promediada de la aspereza R_z comprendida entre 8 y 160 μm .
10. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 9, caracterizado porque un disco situado por el lado de los electrodos se introduce a una distancia situada entre 0 y 1.000 mm por encima de la punta de un electrodo y un disco situado por el lado del puente a una distancia de 200 mm a 1.000 mm por debajo del puente.
- 30 11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado porque el disco situado por el lado de los electrodos se apoya directamente sobre la punta de un electrodo.
12. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 11, caracterizado porque los discos se fijan a las barras delgadas mediante unos adaptadores.
- 35 13. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado porque adicionalmente se introducen uno o varios discos en el puente de los pares de barras.
14. Barra de silicio policristalina con un diámetro mayor que, o igual a, 130 mm y una longitud mayor que, o igual a, 1.900 mm, caracterizada porque ella está exenta de fisuras y desconchaduras por toda su longitud.
15. Barra de silicio policristalina de acuerdo con la reivindicación 14, con una longitud mayor que 2.100 m, que está exenta de fisuras y desconchaduras por toda su longitud.
- 40 16. Utilización de una barra policristalina de acuerdo con la reivindicación 14 o de acuerdo con la reivindicación 15 para el estiramiento por zonas (procedimiento de zona flotante).