

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 682**

51 Int. Cl.:

C01B 33/027 (2006.01)

C01B 33/029 (2006.01)

C01B 33/03 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.09.2006** **E 06793162 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2013** **EP 1922289**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados en un reactor de capa turbulenta**

30 Prioridad:

08.09.2005 DE 102005042753

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

21.06.2013

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
HANNSEIDEL-PLATZ 4
81737 MÜNCHEN, DE**

72 Inventor/es:

**HERTLEIN, HARALD y
HAUSWIRTH, RAINER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 408 682 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 y dispositivo para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados en un reactor de capa turbulenta

5 El invento se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados en un reactor de capa turbulenta (= fluidizada).

10 Un silicio policristalino muy puro sirve, entre otras cosas, para la producción de piezas componentes electrónicas y celdas solares. Éste se obtiene mediante descomposición térmica de un gas que contiene silicio o de una mezcla gaseosa que contiene silicio. Este proceso se designa como deposición química desde la fase de vapor (CVD, acrónimo del inglés chemical vapor deposition). Este proceso se realiza a gran escala en unos denominados reactores de Siemens.

15 En la época más reciente se están haciendo numerosos esfuerzos de usar un procedimiento continuo en capa turbulenta como alternativa al procedimiento discontinuo de Siemens. En este caso, se hace funcionar una capa turbulenta a base de partículas de silicio, por regla general de unas partículas con forma aproximadamente esférica que tienen un diámetro de 200 a 3.000 μm . Las partículas son calentadas a una temperatura de deposición de preferiblemente 600 - 1.100°C y se conduce un gas o respectivamente una mezcla gaseosa, que contiene silicio, por ejemplo triclorosilano o una mezcla de triclorosilano e hidrógeno, a través de la capa turbulenta. En este caso se deposita silicio elemental sobre todas las superficies calientes y las partículas de silicio aumentan en su tamaño. Un tal procedimiento o respectivamente un reactor adecuado se describen, por ejemplo, en el documento de solicitud de patente alemana DE 19948395 A1. Mediante la retirada regular de unas partículas que han crecido, y la adición de partículas más pequeñas como partículas de núcleo, el procedimiento se puede realizar en teoría de una manera continua, con todas las ventajas que están vinculadas con esto. No obstante, en la práctica, a causa de la deposición de silicio sobre las partes calientes del reactor, p.ej. la pared del reactor, las piezas montadas incorporadas y las toberas, se llega a una carga térmica - mecánica del reactor, y por consiguiente a paradas del reactor debidas a la acumulación de calor junto a las superficies del reactor. La minimización del problema de la deposición de silicio sobre las superficies calientes del reactor tiene una importancia decisiva para un modo de funcionamiento económicamente rentable del procedimiento en capa turbulenta.

35 En el documento de solicitud de patente de los EE.UU. US 2002/0102850 A1 (de Kim) se describen un procedimiento y un aparato para la evitación o eliminación de la deposición de silicio sobre las toberas para los eductos gaseosos mediante una introducción dosificada continua, discontinua o regulada de HCl + un gas inerte (H_2 , N_2 , He, Ar) o del gas inerte H_2 . Desventajosamente, en el caso de una tal realización del procedimiento, aumentan los costes de funcionamiento, puesto que el grado de conversión y por consiguiente el rendimiento de espacio-tiempo del reactor disminuyen en el caso de una adición dosificada de HCl. La utilización de un HCl de calidad electrónica requiere además unas adicionales etapas de proceso de purificación y limpieza, y está vinculada con un peligro elevado de contaminación y con unos costes más altos de materiales de partida.

40 El documento de patente alemana DE 4327308 C2 (que corresponde al documento de patente de los EE.UU. US 5.382.412) describe un reactor, en el que las zonas de calentamiento y de reacción están separadas, y la calentamiento del reactor se efectúa con un sistema de microondas. El calentamiento con microondas debe de evitar un sobrecalentamiento de las paredes y por consiguiente una deposición sobre estas paredes, puesto que una temperatura aumentada de las paredes tendría como consecuencia una deposición aumentada de Si sobre las paredes. Este documento de patente divulga además, que una deposición sobre las paredes se efectúa a unas temperaturas superiores a 400°C, y que una refrigeración de una pared es antieconómica a causa de la pérdida de energía.

50 El documento US 4.868.013 (de Allen) describe un procedimiento, en el que mediante inyección de un gas inerte frío (p.ej. H_2), se enfría la superficie del reactor y de esta manera se disminuye la deposición sobre las paredes.

55 En el documento de patente europea EP 0.832.312 B1 o respectivamente en el documento de patente de los EE.UU. US 2002/0081250 A1 se describe un procedimiento, en el que se efectúa un despeje por ataque químico o un ataque químico parcial del recubrimiento de la pared, a la temperatura de funcionamiento o cerca de la temperatura de funcionamiento del reactor de capa turbulenta, con un agente de ataque químico halogenado gaseoso, tal como cloruro de hidrógeno, cloro gaseoso o tetracloruro de silicio. Todos los mencionados agentes de ataque químico conducen a una inversión local de la reacción diana propiamente dicha, disminuyen de esta manera el rendimiento de espacio-tiempo del reactor y disminuyen por consiguiente la rentabilidad del procedimiento.

60 En el documento DE 3910343 A1 (de Union Carbide Corp) se describe un reactor que impide una deposición sobre la pared mediante una doble pared del reactor. En el anillo externo de la pared del reactor se inyecta solamente un gas de fluidización pero no un gas de reacción. Esta solicitud describe el problema de que la pared del reactor tiene una temperatura más alta que la capa turbulenta, y de que, por consiguiente, se llega a una deposición de silicio sobre esta pared y, resultando a partir de ello, a un peor transporte de calor en el reactor. Mediante la doble pared

65

se consigue una separación de las zonas de calentamiento y de reacción, permaneciendo bien conservado el transporte de calor en la zona de calentamiento.

5 El documento de solicitud de patente japonesa JP 6 127914 A divulga un procedimiento para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados en un reactor de capa turbulenta, impidiéndose la deposición de silicio sobre la superficie del reactor de capa turbulenta mediante el recurso de que se reducen la concentración de silanos junto a la superficie del reactor o la temperatura junto a las superficies del reactor.

10 La desventaja de todas las mencionadas soluciones para la disminución de la deposición de silicio sobre la superficie del reactor reside en los costes aumentados de funcionamiento. En el caso de una adición dosificada de una mezcla de HCl y un gas inerte disminuye el grado de conversión y, por consiguiente, el rendimiento de espacio-tiempo del reactor, puesto que la adición dosificada de una mezcla de HCl y un gas inerte se opone al objetivo propiamente dicho de la deposición de silicio. Además, por lo general, el cloruro de hidrógeno no está a disposición en la alta pureza, como la que tienen los demás eductos gaseosos (hidrógeno y los clorosilanos). Por lo tanto, para 15 el empleo de cloruro de hidrógeno sería necesaria por lo tanto una instalación adicional para el tratamiento con el fin de obtener una correspondiente calidad. En el caso de una refrigeración de la pared aumenta el consumo de energía del procedimiento de una manera tan importante que el procedimiento se vuelve antieconómico.

20 Por lo tanto, una misión del invento fue poner a disposición un procedimiento rentable para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados en un reactor de capa turbulenta con una superficie calentada, en cuyo caso se disminuya la deposición de silicio sobre la superficie del reactor de capa turbulenta.

25 El problema planteado por esta misión se resuelve mediante un procedimiento, en cuyo caso en un reactor con una superficie caliente un gas de reacción, que contiene un compuesto gaseoso de silicio, se deposita a una temperatura de reacción de 600 a 1.100°C en forma de silicio metálico sobre unas partículas de silicio, que han sido fluidizadas mediante un gas de fluidización en una capa turbulenta y han sido calentadas a la temperatura de reacción, y las partículas provistas del silicio depositado, así como el gas de reacción que no ha reaccionado y el gas de fluidización, se retiran del reactor, presentándose junto a la superficie del reactor una composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio, y 30 teniendo la superficie del reactor una temperatura de 700 a 1.400°C, y siendo esta temperatura más alta que la temperatura de las partículas de silicio.

35 Se puso de manifiesto de una manera totalmente sorprendente, que, mediante la combinación de una alta temperatura de la superficie del reactor con una composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio, se puede ajustar junto a la superficie del reactor un equilibrio de reacción, en cuyo caso prácticamente ya no tiene lugar ninguna deposición de silicio sobre la superficie del reactor, y por lo tanto una ejecución continua del procedimiento es posible de realizar y también es preferida.

40 El procedimiento conforme al invento tiene un consumo más bajo de energía que los procedimientos descritos en el estado de la técnica con una refrigeración de la pared del reactor o de la tobera del gas de reacción. Éste posee además un aumentado rendimiento de espacio-tiempo en comparación con los procedimientos del estado de la técnica con una adición dosificada de hidrocarburos halogenados. Por lo tanto, éste también es interesante desde un punto de vista económico.

45 De manera preferida, junto a la superficie del reactor se presenta una composición gaseosa que contiene de 97 a 99 % en moles de hidrógeno y de 1 a 3 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

50 La composición gaseosa junto a la superficie del reactor puede abarcar también otros compuestos, tales como p.ej. unas sustancias constitutivas procedentes del gas de salida del reactor, p.ej. del gas en circuito. El gas en circuito es el gas de salida del reactor, en el que todos los componentes, que tienen un punto de ebullición más alto que -60°C, habían sido eliminados de manera preferida mediante una condensación.

55 De manera preferida, la temperatura junto a la superficie del reactor es de 800 a 1.100°C. En el caso del gas de fluidización se trata preferiblemente de hidrógeno gaseoso, del gas en circuito o de una mezcla de estos gases.

60 En el caso del gas de reacción, que contiene un compuesto gaseoso de silicio, se trata de manera preferida de un monosilano o de un compuesto de clorosilano o respectivamente de una mezcla de un monosilano e hidrógeno, o de una mezcla de un clorosilano e hidrógeno. De manera especialmente preferida, se trata de triclorosilano o de una mezcla de triclorosilano e hidrógeno.

65 El ajuste de las relaciones locales de concentraciones junto a la superficie del reactor se efectúa mediante una correspondiente adición dosificada de las relaciones cuantitativas del gas de fluidización y del gas de reacción. Mediante una inyección de mezclas gaseosas con diferentes composiciones, constituidas a base de un gas de fluidización y de un gas de reacción se puede ajustar en cada caso de manera diversa la composición gaseosa local

en diferentes lugares en el reactor. Conforme al invento, la composición gaseosa en el reactor se regula en este caso mediante un sistema de regulación de las cantidades de gases de una manera tal que junto a la superficie del reactor se presente una composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio. En el recinto de reacción restante se presenta una mezcla gaseosa con una alta proporción de un compuesto gaseoso de silicio, de manera preferida de 20 a 80 % en moles, de manera especialmente preferida de 30 a 50 % en moles en hidrógeno.

En la suma de todas las cantidades de gases, la composición gaseosa en la sección transversal del reactor contiene de manera preferida de 15 a 60 % en moles de un compuesto gaseoso de silicio y de 40 a 85 % en moles de hidrógeno, de manera preferida de 20 a 50 % en moles de un compuesto gaseoso de silicio y de 50 a 80 % en moles de hidrógeno.

El procedimiento conforme al invento se realiza de manera preferida en el intervalo de 1 a 20 bares absolutos, de manera especialmente preferida en el intervalo de 1 a 6 bares absolutos.

El invento se refiere también a un dispositivo para la realización del procedimiento conforme al invento.

Este dispositivo es un reactor de lecho fluidizado (1), que tiene:

- a) una envoltura (2), que soporta la presión,
- b) un tubo interno (3) de reactor a base de un material, que tiene una alta transmisión para la radiación térmica
- c) una entrada (4) para las partículas de silicio (5),
- d) un dispositivo de entrada (6) para la aportación de un gas de reacción (7), que contiene un compuesto de silicio en forma gaseosa o de vapor,
- e) una disposición (8) de distribución de gases para la aportación de un gas de fluidización (9),
- f) una salida (10) para un gas de reacción que no ha reaccionado, el gas de fluidización así como los productos de la reacción en forma gaseosa o de vapor (11), los cuales se reúnen por encima de la superficie del lecho turbulento (19),
- g) una salida (12) para el producto (13),
- h) un dispositivo de calentamiento (14),
- i) un sistema de abastecimiento de energía (15) para el dispositivo de calentamiento (14),

caracterizado porque en la zona de las superficies del reactor que deben de ser protegidas, están presentes unas toberas (18) adicionales, a través de las cuales se introduce en el reactor una composición gaseosa (17) que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

De manera preferida, para la reducción de las pérdidas de energía se dispone un aislamiento (16) en torno al tubo interno (3) del reactor.

De manera preferida, el dispositivo de calentamiento (14) es una fuente de radiación para la radiación térmica, que está dispuesta en forma de un anillo por fuera del tubo interno (3) del reactor y sin ningún contacto directo con éste.

Por el concepto de "una alta transmisión para la radiación térmica" se ha de entender, de manera preferida, que el tubo del reactor tiene una transmisión preferiblemente mayor que 80 % para la radiación térmica emitida por el dispositivo de calentamiento.

En una forma de realización del invento, el dispositivo de entrada (6) está estructurado en forma de un tubo, y el lecho fluidizado se subdivide en una zona de calentamiento y una zona de reacción situada por encima de ésta. En esta forma de realización, el dispositivo de calentamiento (14) está estructurado preferiblemente de tal modo que él caliente mediante una radiación térmica a las partículas de silicio en la zona de calentamiento a una temperatura tal que en la zona de reacción se ajuste la temperatura de reacción.

Por los conceptos de "superficie de reactor" y "superficie del reactor", dentro del sentido del presente invento se entienden de manera preferida la superficie, orientada hacia el recinto de reacción, de la pared del reactor (la superficie, orientada hacia el recinto de reacción, del tubo interno (3) del reactor en el reactor de capa fluidizada (1)), la superficie, orientada hacia el recinto de reacción, del dispositivo de entrada y, siempre y cuando que ella esté presente, la superficie, orientada hacia el recinto de reacción, de las piezas montadas incorporadas en el reactor. En el caso de las piezas montadas incorporadas se trata de unas piezas montadas incorporadas que son usuales en el caso de los reactores de capa turbulenta, tales como unos elementos rompedores de la circulación o unas piezas montadas incorporadas destructoras de las burbujas de gas, tales como, por ejemplo, unos fondos perforados o unos cuerpos en zigzag.

De manera preferida, la superficie del reactor es calentada de una manera adicional al calentamiento usual de la capa turbulenta. Esto se puede efectuar p.ej. mediante unos serpentines eléctricos de calentamiento en la superficie del dispositivo de entrada o mediante un reforzado calentamiento por radiación de la pared del reactor.

El ajuste local de las concentraciones de la composición gaseosa en el reactor se puede facilitar mediante otras toberas, lanzas o piezas montadas incorporadas, tales como las que se representan a modo de ejemplo en las Figuras.

5 La Fig. 1 muestra esquemáticamente en la sección longitudinal una forma de realización de un reactor conforme al invento, en el que la mezcla gaseosa con una alta proporción de un compuesto gaseoso de silicio en hidrógeno (7) se introduce en el reactor mediante un dispositivo de entrada central (6) en forma de una tobera, y a través de unas toberas (18) situadas a su alrededor se introduce en el reactor (1) una mezcla gaseosa con una proporción de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio (17).

10 Las Figs. 2a y 2b muestran esquemáticamente en las secciones longitudinal y transversal una forma de realización de un reactor conforme al invento, que contiene un dispositivo de entrada central en forma de varias toberas centrales (6) para la aportación del gas de reacción, que contiene un compuesto de silicio en forma gaseosa o de vapor en hidrógeno, y que posee una rendija anular (20), a través de la cual se introduce en el tubo interno (3) del reactor la composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

15 Las Figs. 3a y 3b muestran esquemáticamente en las secciones longitudinal y transversal una forma de realización de un reactor conforme al invento, que como dispositivo de entrada central contiene varias toberas centrales (6) para la aportación del gas de reacción, que contiene un compuesto de silicio en forma gaseosa o de vapor en hidrógeno, y que posee varias toberas (21) cortas o largas situadas en el fondo, a través de las cuales se introduce en el tubo interno (3) del reactor la composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

20 Las Figs. 4a y 4b muestran esquemáticamente en las secciones longitudinal y transversal una forma de realización de un reactor conforme al invento, en cuyo caso para la protección contra una deposición de silicio junto a piezas montadas incorporadas (22) y a la tobera central (6), a través de la cual la mezcla gaseosa con una alta proporción de un compuesto gaseoso de silicio, se introduce en el tubo interno (3) del reactor, están presentes unas toberas (18) adicionales en la proximidad de las piezas montadas incorporadas (22) y de la tobera (6) central, a través de las cuales se introduce en el tubo interno (3) del reactor la composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

25 Las Figs. 5a y 5b muestran esquemáticamente en las secciones longitudinal y transversal una forma de realización de un reactor conforme al invento, en cuyo caso están presentes una tobera de rendija anular (23) para la protección de la superficie de la tobera central (6) y unas toberas (24) de cabeza del reactor para la protección de la superficie del tubo interno (3) del reactor, realizándose que, a través de la tobera de rendija anular (23) y de las toberas (24) de cabeza del reactor, se introduce en el tubo interno (3) del reactor la composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.

30 La Fig. 6 muestra esquemáticamente la medición de la disminución de la concentración del gas de reacción en un reactor conforme al invento. Un tubo (27) de retirada por aspiración de las muestras, con un diámetro de 6 mm, que por fuera del reactor estaba provisto de una escala (28), fue encajado para ello radialmente a través del tubo interno (3) del reactor en una profundidad diversa en el reactor. De esta manera, es posible realizar la medición de la evolución radial de la concentración en una determinada altura del reactor. Con el fin de obtener unas informaciones acerca de la evolución axial de la concentración en el reactor, se dispusieron varios taladros para la introducción del tubo de retirada por aspiración de la muestra en diferentes alturas del reactor, y se llevaron a cabo las mismas mediciones (de manera no representada). La realización analítica de la medición de la concentración de gas se efectúa en un cromatógrafo de gases (29) con una columna capilar (columna OV1). La separación de los componentes gaseosos individuales se efectúa en este caso mediante una distribución multiplicadora entre una fase "móvil" gaseosa y una fase "estacionaria" líquida. La detección de los componentes separados en el material eluido se efectúa con un detector de la conductividad térmica. La disminución de la concentración del gas de reacción a 20 hasta 80 % en moles se efectúa en la proximidad inmediata de todas las superficies internas del tubo de reactor y de todas las piezas montadas incorporadas, tales como unas toberas etc., dentro del reactor. La disminución de la concentración se efectúa en una evolución en forma de s dentro de las seis primeras capas de partículas, es decir en el caso de un diámetro medio de partículas de 0,75 mm en una capa límite de 4,5 mm. La concentración medida como valor límite es de 0,5 a 5 %, a una distancia desde la pared de 0 mm (25). Se efectúan otras mediciones a unas distancias de 1, 2, 3, 4 y 5 mm, etc.. En el caso de unas mediciones a una distancia mayor que o igual a 5 mm (25), uno se encuentra en el recinto de reacción (26) con una concentración del gas de reacción de 20 a 80 % en moles.

35 La Fig. 7 muestra la evolución en forma de s de la disminución de la concentración dentro de las seis primeras capas de partículas tal como se ha descrito en la Fig. 6.

40 Los siguientes Ejemplos sirven para la descripción adicional del invento:

45

Ejemplo 1:

En un recipiente de acero resistente a la presión con un diámetro interno de 770 mm, se encuentra el tubo interno del reactor, a saber un tubo de cuarzo con un diámetro interno de 600 mm y una longitud de 2.200 mm. Junto al extremo inferior del tubo de cuarzo, una plancha de cuarzo provista de unas aberturas forma el distribuidor de gas para el gas de fluidización. Otros 4 tubos de cuarzo con un diámetro interno de 20 mm y una longitud de 250 mm, dispuestos en un círculo de centros con un diámetro de 250 mm, sobresalen desde la placa distribuidora de gas dentro del tubo interno del reactor, como dispositivo de entrada para la aportación del gas, o respectivamente de la mezcla gaseosa, que contiene silicio. Por lo demás, la placa de cuarzo está provista de dos aberturas para la retirada de un producto.

Para la introducción de energía en el reactor mediante radiación térmica está presente un calentador por radiación. En este caso se trataba de unas placas de grafito unidas unas con otras en forma anular, que rodean al tubo interno del reactor, sin tocar a éste. El calentador por radiación fue abastecido con potencia eléctrica a través de una fuente regulable de tensión. Su potencia máxima fue de 200 kW.

La carga de relleno inicial del reactor fue de 225 kg de un granulado de silicio con un diámetro medio de granos de 600 µm.

En el reactor se ajustaron las siguientes condiciones:

Gas de fluidización (hidrógeno):	290 m ³ /h (en condiciones normales)
Temperatura preliminar del gas de fluidización	400°C
Gas de reacción triclorosilano	270 kg/h
Temperatura de funcionamiento:	900°C
Presión en el reactor:	200 kPa (absoluta)
Temperatura de la pared del reactor	910°C
Temperatura de la pared de las toberas	910°C
Potencia de calentamiento:	190 kW

Junto al lado interno del tubo del reactor y junto al lado externo de las toberas para el gas de reacción, con ayuda de una medición con un cromatógrafo de gases, en el caso del mencionado ajuste de los parámetros, se midió una concentración del gas de reacción de 0,1 % en moles de triclorosilano en hidrógeno. El lecho fluidizado se hizo funcionar a una velocidad de descohesionamiento u_{mf} aproximadamente 1,5 veces mayor durante 700 horas. El análisis de los tamaños de granos de las partículas retiradas después de esto proporcionó un diámetro medio de granos de 665 µm. El lado interno del tubo de reactor y el lado externo de las toberas para el gas de reacción estaban provistos después de 700 horas de deposiciones locales de silicio. El espesor más grande de la deposición sobre la pared fue de 0,8 mm. El espesor más grande de la deposición sobre las toberas fue de 0,9 mm.

Ejemplos 2 hasta 9:

Análogamente al Ejemplo 1, en el caso de unas condiciones por lo demás idénticas, se hicieron variar los parámetros de: temperatura de funcionamiento, temperatura de la pared de las toberas, temperatura de la pared del reactor y las concentraciones del gas de reacción junto a la pared o respectivamente junto a la tobera, y se determinó la deposición máxima por hora sobre la pared o respectivamente sobre el dispositivo de entrada. La Tabla 1 menciona las condiciones variadas así como la deposición máxima de silicio sobre la pared. La Tabla 2 menciona las condiciones variadas así como la deposición máxima de silicio sobre el dispositivo de entrada.

Tabla 1 Variación de los parámetros de funcionamiento y de la deposición de silicio sobre la pared del reactor en el caso de una presión absoluta del reactor de 2 bares

Ejemplo	Temperatura de funcionamiento (°C)	Temperatura de la pared del reactor (°C)	Concentración local del gas de reacción junto a la pared (% en moles)	Deposición sobre la pared (µm/h)
1 (V)	900	910	0,1	0,8
2	900	910	5	0,02
3 (V)	900	800	0,1	2,0
4 (V)	900	800	5	1,1
5 (V)	1.000	1.010	0,1	1,0
6	1.000	1.010	5	0,01
7 (V)	1.000	900	0,1	2,5
8 (V)	1.000	900	5	1,2
9	950	950	2	0,02

Tabla 2 Variación de los parámetros de funcionamiento y de la deposición de silicio sobre la tobera a una presión absoluta del reactor de 2 bares

Ejemplo	Temperatura de funcionamiento (°C)	Temperatura de la pared de la tobera (°C)	Concentración local del gas de reacción junto a la tobera (% en moles)	Deposición sobre la tobera (µm/h)
1 (V)	900	910	0,1	0,9
2	900	910	5	0,01
3 (V)	900	800	0,1	2,1
4 (V)	900	800	5	1,0
5 (V)	1.000	1.010	0,1	0,8
6	1.000	1.010	5	0,01
7 (V)	1.000	900	0	2,3
8 (V)	1.000	900	5	1,0
9	950	950	2	0,01

5 Los Ejemplos 3, 4, 7 y 8 no conformes al invento (Ejemplos de comparación) muestran que, en el caso de una temperatura de la pared del reactor, que es más baja que la temperatura de funcionamiento, aumenta la deposición local de silicio. Los Ejemplos 1, 3, 5 y 7 no conformes al invento muestran además que, sorprendentemente, en el caso de unas concentraciones del gas de reacción situadas por debajo de 0,5 %, aumenta la deposición sobre la pared. Lo mismo es válido para el recubrimiento de la pared de la tobera.

10

Ejemplos 10 hasta 16:

En el reactor de acuerdo con el Ejemplo 1 se incorporaron las siguientes piezas montadas incorporadas:

Ejemplos 10, 11 y 12:

15 Incorporación de unas toberas adicionales, tal como se representan en la Fig. 5 como (24). Mediante las toberas adicionales con un diámetro de la sección transversal de 3 mm, se consiguió un caudal de paso de 10 Nm³ de una composición gaseosa que contenía de 99,9 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,1 a 5 % en moles de triclorosilano por cada tobera.

20 **Ejemplos 13, 14 y 15:**

Incorporación de unas rendijas anulares atravesadas por un gas, tal como se representan en la Fig. 2 (20) y en la Fig. 5 (23). Mediante la rendija anular con un diámetro de la sección transversal de 2 mm, se ajustó una velocidad de circulación de 2 m/s de una composición gaseosa que contenía de 99,9 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,1 a 5 % en moles de triclorosilano.

25

Ejemplo 16:

30 Incorporación de unas rendijas anulares atravesadas por un gas, tal como se representan en la Fig. 2 (20) y en la Fig. 5 (23). Mediante la rendija anular con un diámetro de la sección transversal de 2 mm, se ajustó una velocidad de circulación de 2 m/s de una composición gaseosa que contenía 98 % en moles de hidrógeno y 2 % en moles de triclorosilano. La temperatura de funcionamiento de la capa turbulenta y la temperatura de las piezas montadas incorporadas se ajustó a 950°C.

35 Análogamente al Ejemplo 1, en unas condiciones por lo demás idénticas, se hicieron variar los parámetros de: temperatura de funcionamiento, temperatura de las piezas montadas incorporadas y las concentraciones del gas de reacción junto a las piezas montadas incorporadas. La Tabla 3 menciona las condiciones variadas así como la deposición máxima de silicio sobre las piezas montadas incorporadas. Los Ejemplos 12 y 13 no conformes al invento confirman que, sorprendentemente, en el caso de unas concentraciones del gas de reacción situadas por debajo de 0,5 %, aumenta la deposición sobre la pared.

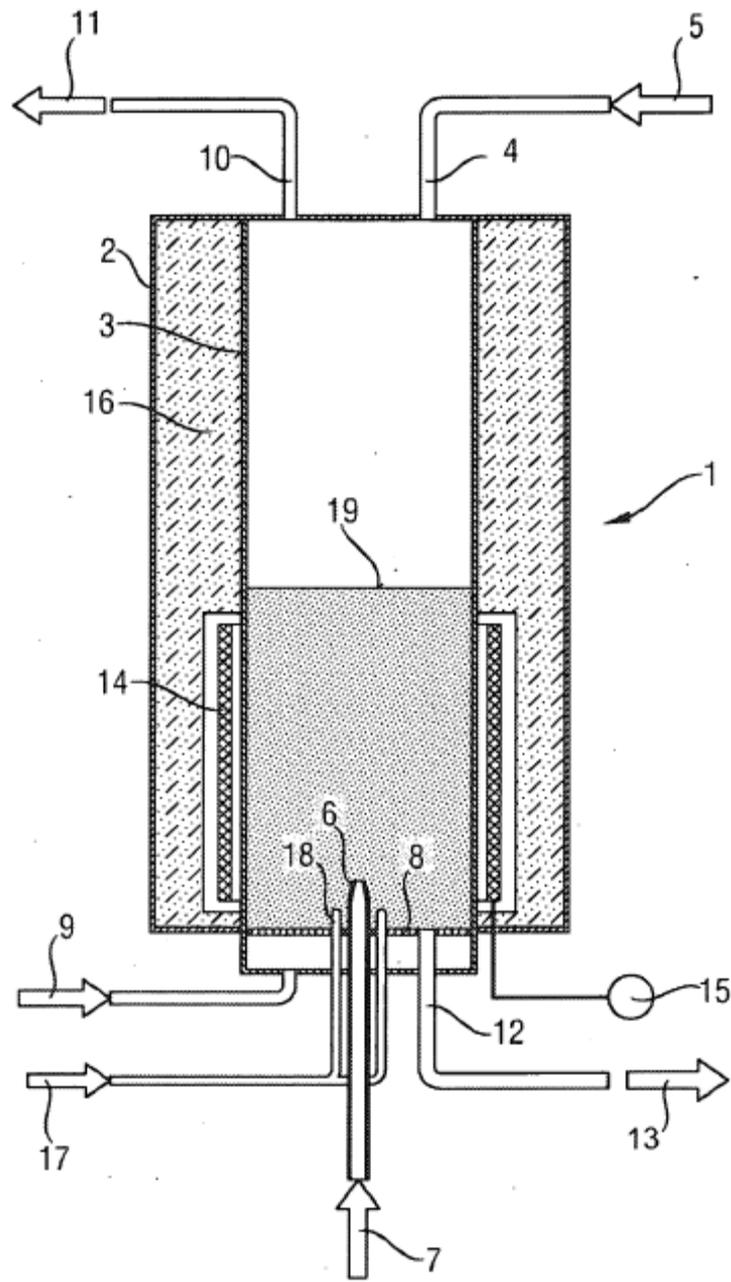
Tabla 3 Variación de los parámetros de funcionamiento y de la deposición de silicio sobre las piezas montadas incorporadas a una presión absoluta del reactor de 1 bar

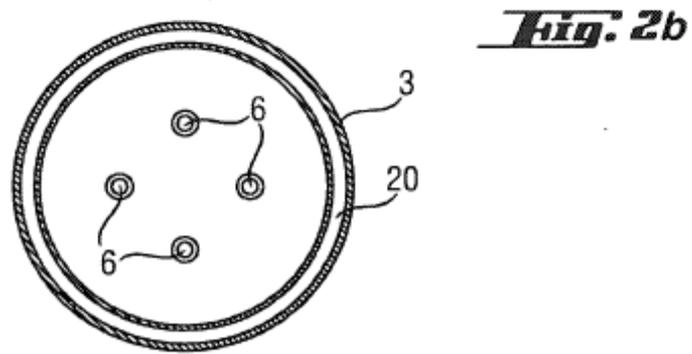
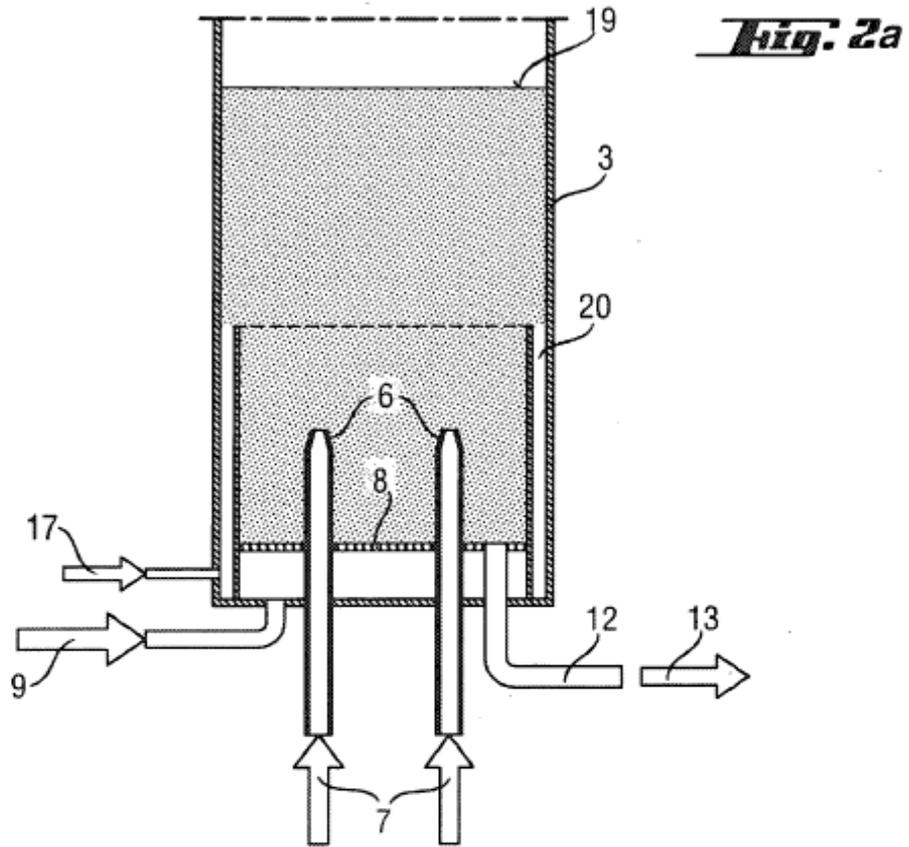
Ejemplo	Temperatura de funcionamiento (°C)	Temperatura de las piezas montadas incorporadas (°C)	Concentración local del gas de reacción junto a las piezas montadas incorporadas (% en moles)	Deposición sobre las piezas montadas incorporadas (µm/h)
10	700	700	5	0,05
11	700	700	2	0,02
12 (V)	700	700	0,1	0,8
13 (V)	1.200	1.200	0,1	1,0
14	1.200	1.200	2	0,01
15	1.200	1.200	5	0,04
16	950	950	2	0,01

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de un silicio policristalino en forma de granulados, en cuyo caso en un reactor de capa turbulenta con una superficie caliente, un gas de reacción, que contiene un compuesto gaseoso de silicio se deposita a una temperatura de reacción de 600 a 1.100°C, en forma de silicio metálico, sobre unas partículas de silicio, que han sido fluidizadas mediante un gas de fluidización para formar una capa turbulenta, y las partículas provistas del silicio depositado, así como el gas de reacción que no ha reaccionado y el gas de fluidización, se retiran desde el reactor, presentándose junto a la superficie del reactor una composición gaseosa que contiene de 99,5 a 95 % en moles de hidrógeno y de 0,5 a 5 % en moles del compuesto gaseoso de silicio, y teniendo la superficie del reactor una temperatura de 700 a 1.400°C, y siendo esta temperatura más alta que la temperatura de las partículas de silicio.
- 10
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo de un modo continuo.
- 15 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque junto a la superficie del reactor se presenta una composición gaseosa que contiene de 97 a 99 % en moles de hidrógeno y de 1 a 3 % en moles del compuesto gaseoso de silicio.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque la temperatura junto a la superficie del reactor es de 800 a 1.100°C.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque el gas de fluidización es hidrógeno.
- 25 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque el gas de reacción contiene un compuesto gaseoso de silicio, de manera preferida un monosilano o un compuesto de clorosilano, de manera especialmente preferida triclorosilano.

Fig. 1





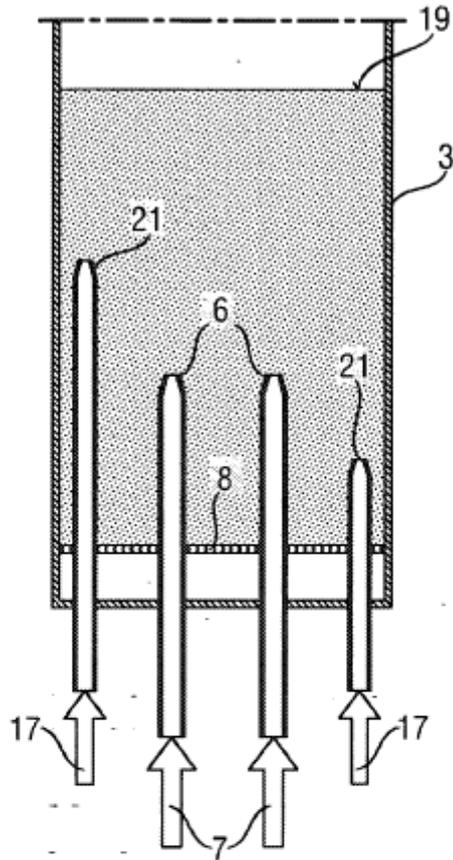


Fig. 3a

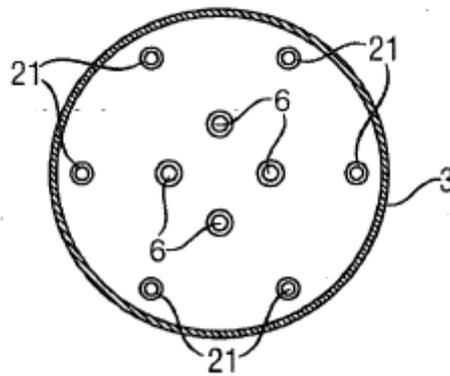


Fig. 3b

Fig. 4a

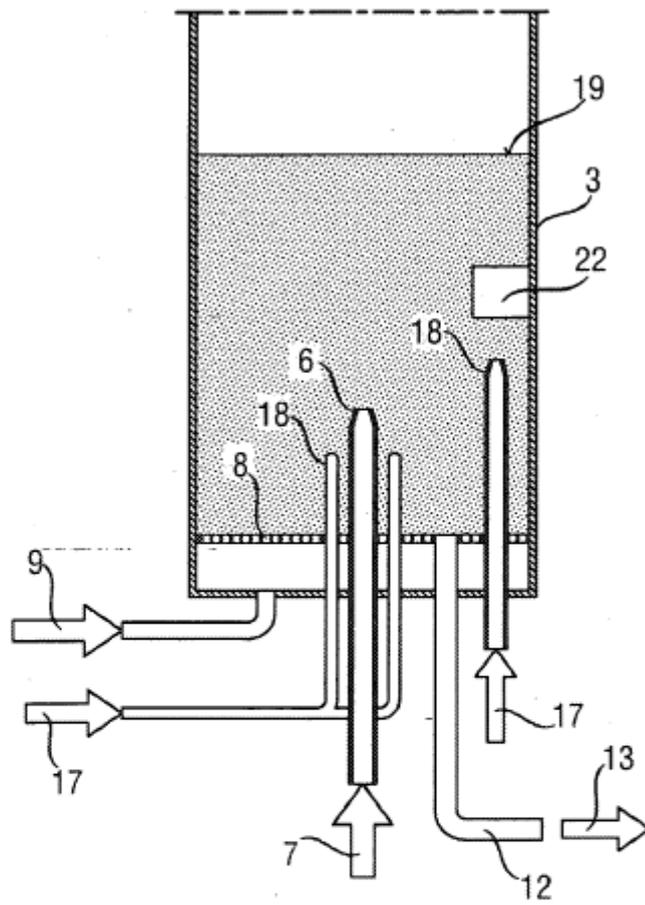
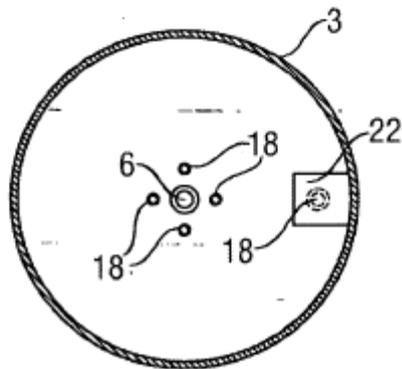


Fig. 4b



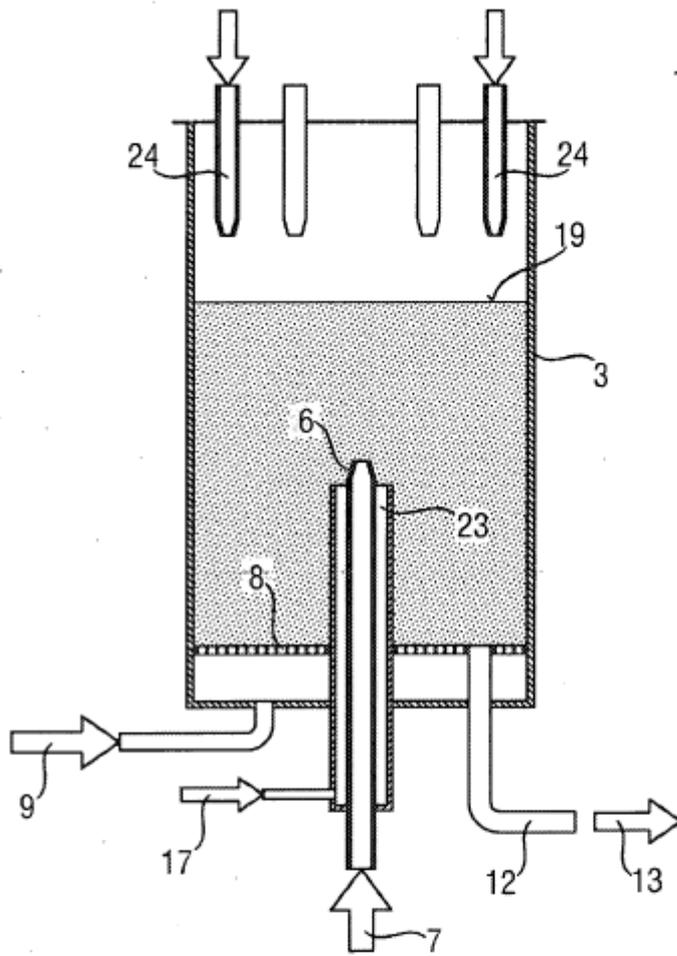


Fig. 5a

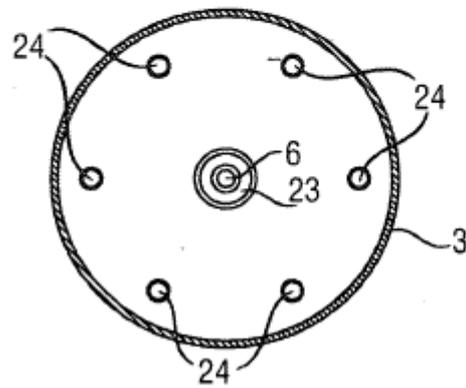


Fig. 5b

Fig. 6

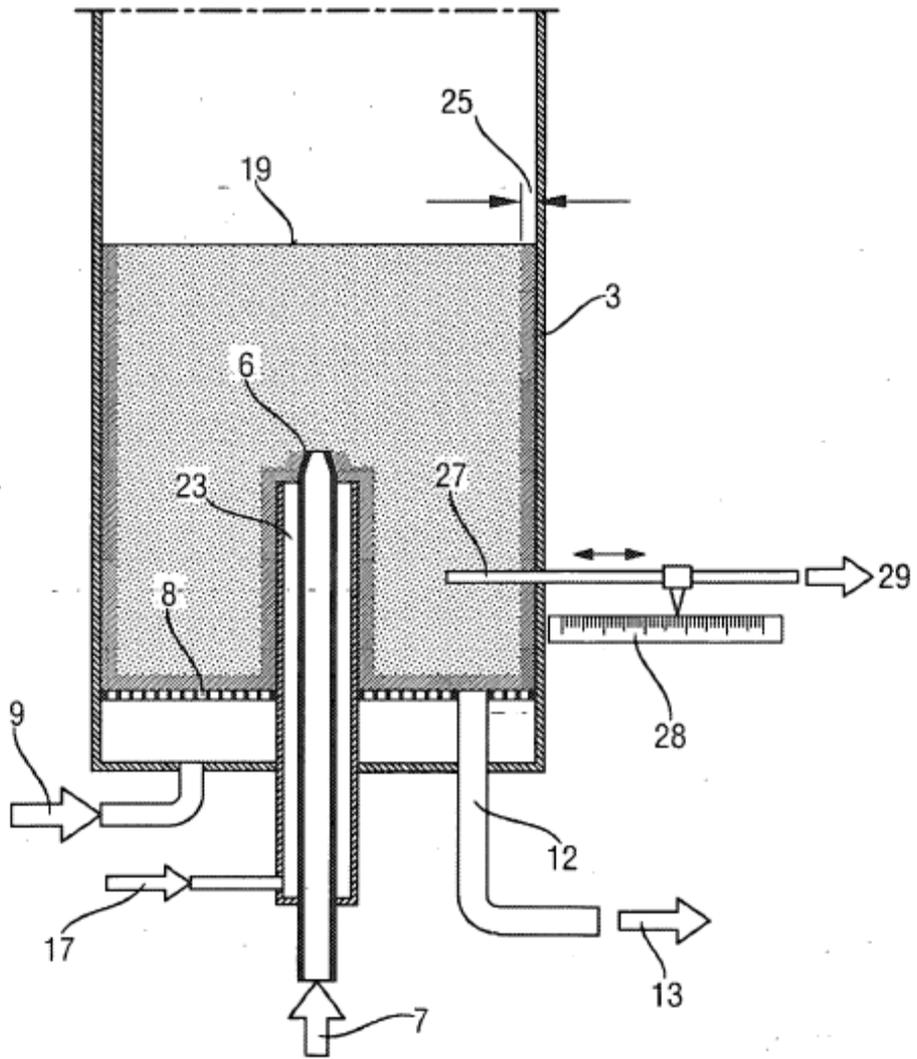


Fig. 1

