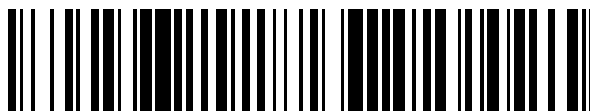


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 409 715**

51 Int. Cl.:

C01B 33/02 (2006.01)

C01B 33/035 (2006.01)

C30B 13/00 (2006.01)

C30B 15/00 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.08.2011** **E 11178308 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2013** **EP 2426084**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un silicio policristalino**

30 Prioridad:

01.09.2010 DE 102010040093

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

27.06.2013

73 Titular/es:

WACKER CHEMIE AG (100.0%)

Hanns-Seidel-Platz 4

81737 München, DE

72 Inventor/es:

SCHÄFER, DR. MARCUS y

KRÄTZSCHMAR, DR. OLIVER

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 409 715 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 un silicio policristalino

Es objeto del invento un procedimiento para la producción de un silicio policristalino

- 5 Un silicio policristalino (denominado abreviadamente: polisilicio) sirve como material de partida en la producción de un silicio monocristalino mediante estiramiento en crisoles (procedimiento de Czochralski o CZ) o mediante fusión por zonas (procedimiento de zona de flotación o FZ). Este silicio monocristalino es cortado a la forma de discos (oblas) y, después de un gran número de tratamientos mecánicos, químicos y químico-mecánicos, es utilizado en la industria de los semiconductores para la producción de elementos componentes electrónicos (conocidos como chips).
- 10 En particular, sin embargo, un silicio policristalino se necesita en medida reforzada para la producción de un silicio mono- o multicristalino mediante procedimientos de estiramiento o de moldeo por colada, sirviendo este silicio mono- o multicristalino para la producción de celdas solares para la industria fotovoltaica.
- 15 El silicio policristalino se produce usualmente mediante el proceso de Siemens. En este caso, en un reactor en forma de campana ("reactor de Siemens") se calientan unas delgadas barras filamentosas ("barras delgadas") a base de silicio por paso directo a su través de la corriente eléctrica, y se introduce un gas de reacción que contiene un componente con un contenido de silicio, e hidrógeno.
- 20 El componente con un contenido de silicio del gas de reacción es por regla general un monosilano o un halógenosilano que tiene la composición general $\text{SiH}_n\text{X}_{4-n}$ ($n = 0, 1, 2, 3$; $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$). De manera preferida, se trata de un clorosilano o de una mezcla de clorosilanos, de manera especialmente preferida del triclorosilano. Predominantemente, se emplea SiH_4 o SiHCl_3 (triclorosilano, TCS) en mezcla con hidrógeno.
- En el documento de solicitud de patente europea EP 2 077 252 A2 se describe la estructura típica de un tipo de reactor que pasa a emplearse en la producción de polisilicio.
- 25 El fondo del reactor está provisto de unos electrodos, que reciben y alojan a las barras delgadas, sobre los/las cuales se deposita silicio durante el proceso de crecimiento, las cuales por lo tanto crecen para dar las deseadas barras a base de un polisilicio. Usualmente, en cada caso dos barras delgadas se unen con un puente para dar un par de barras delgadas, que forman a través de los electrodos y a través de unos dispositivos externos un circuito de corriente eléctrica, que sirve para calentar a los pares de barras hasta una temperatura determinada.
- La medición de la temperatura de las barras se efectúa usualmente con unos pirómetros de radiación junto a las superficies de las barras verticales.
- 30 La temperatura de las barras se preestablece usualmente por regulación de la potencia eléctrica, o bien fijamente o también en dependencia del diámetro de las barras.
- Además, el fondo del reactor está provisto adicionalmente de unas toberas, que abastecen al reactor con un gas de nueva aportación (= fresco). El gas de salida es conducido a través de unos orificios, de nuevo fuera del recinto de reacción.
- 35 La cantidad aportada de gases de reacción se hace variar usualmente en dependencia del diámetro de las barras, es decir que por regla general se aumenta con un diámetro creciente de las barras.
- Junto a las barras calentadas y al puente se deposita un polisilicio altamente puro, con lo cual el diámetro de las barras crece en el transcurso del tiempo (por CVD = acrónimo de Chemical Vapour Deposition / deposición química desde la fase vapor / deposición en fase gaseosa).
- 40 Las barras de polisilicio obtenidas deben de ser elaboradas, después de la terminación del proceso de deposición, para formar trozos y chips, a menos que ellas estén previstas para la producción de monocristales de acuerdo con el procedimiento FZ.
- En el último de los casos, a partir de las barras de polisilicio, mediante una fusión por zonas, se producen unos lingotes de silicio monocristalinos, que posteriormente son transformados en obleas de silicio.
- 45 Con el fin de producir la fractura de silicio para el procedimiento CZ o el uso solar, las barras se desmenuzan mecánicamente con unas herramientas, tales como martillos, machacadoras o molinos, y a continuación se clasifican según los tamaños. El tamaño de los trozos de silicio se extiende en tal caso desde aproximadamente 1

mm hasta llegar a unos trozos de 150 mm y más. La forma de los trozos no debería desviarse usualmente demasiado grandemente desde la forma esférica.

5 Todos los procedimientos conocidos para la deposición de un polisilicio, que se basan en el proceso de Siemens, presentan desventajas en lo que se refiere a la calidad alcanzada de los productos y a la rentabilidad del proceso de producción.

Como desventajas en lo que se refiere a la calidad de los productos, han de mencionarse en particular una variación axial del diámetro de las barras, que se observa con frecuencia, así como una calidad superficial en parte mala de las barras.

Con frecuencia, en el caso de los procesos se necesita un consumo aumentado de energía.

10 Parcialmente, se llega a un vuelco de barras en el reactor.

Finalmente, en el caso de algunos procesos se forma un polvo fino de silicio.

En algunos procesos se llega a un sobrecalentamiento y, en el peor de los casos, incluso a una fusión del cuerpo de soporte de silicio (de las barras y del puente).

15 En el documento de solicitud de patente alemana DE 29 12 661 A1 se expone un procedimiento para la producción de un silicio policristalino, en el que mediante una tobera especial (tobera de dos chorros) se incorpora en la cámara del reactor un triclorosilano en parte líquido. Por consiguiente, la proporción de triclorosilano en el gas de reacción debe de aumentarse y a fin de cuentas se debe de conseguir un rendimiento más alto de producción. Aquí se ha mostrado, sin embargo, que el consumo específico de energía es manifiestamente demasiado alto.

20 En el documento EP 2 077 252 A2 se considera como ventajoso en cuanto a la técnica de los procesos conectar o respectivamente desconectar algunas toberas durante el proceso de deposición para el abastecimiento con el gas de reacción. Para esto, se regula la proporción de toberas cerradas en función del período de tiempo del proceso o del diámetro de las barras.

La meta de esta medida técnica es la de asegurar, en el caso de un diámetro creciente de las barras, un abastecimiento óptimo con gas de todas las barras - en particular en la zona superior -.

25 En el documento EP 2 067 744 A2 se divulga un procedimiento de producción para un silicio policristalino, en el que, después de una primera etapa de estabilización, la velocidad de entrada de la corriente del gas de reacción, mediante el cual se deposita silicio, se aumenta primero grandemente y luego de una manera más lenta, con el fin de mejorar el abastecimiento con gas de reacción de las barras delgadas, y a continuación se reduce en la etapa de crecimiento, con el fin de asegurar una deposición eficiente. Se hace resaltar que solamente se regula el abastecimiento con el gas de reacción y que, por consiguiente, no son necesarias modificaciones de ningún tipo en los reactores.

30 No obstante, los procedimientos descritos en los documentos EP 2 077 252 A2 y EP 2 067 744 A2 muestran un vuelco aumentado de algunas barras. Esto depende presumiblemente de las modificaciones abruptas de las velocidades de entrada de la corriente del gas de reacción.

35 La longitud de las barras delgadas utilizadas puede ser de varios metros (son usuales aproximadamente 2-3 m). Las barras, al volcarse, pueden tumbar también a otras barras contiguas.

Esto causa un considerable daño económico, en particular cuando en este caso se deben de limpiar de un modo costoso unas barras de silicio contaminadas, o incluso el reactor es deteriorado al volcarse las barras.

40 Cuando esto ocurre antes del final del proceso de deposición, el proceso de deposición se debe de interrumpir inmediatamente, con el fin de retirar a las barras volcadas. Esto tiene unas inmediatas repercusiones sobre la rentabilidad de la correspondiente instalación. El daño económico es tanto mayor cuantas más barras se encuentren dentro del reactor. Por otro lado, una alta rentabilidad en funcionamiento normal debe de estar acoplada directamente con un alto número de barras dentro del reactor.

45 Otra desventaja del procedimiento divulgado en el documento EP 2 067 744 A2 consiste en que manifiestamente es imposible conseguir una determinada geometría o respectivamente morfología a lo largo de toda la longitud de las barras y al mismo tiempo una velocidad de deposición suficientemente alta.

- 5 La geometría de una barra de silicio durante el proceso de deposición corresponde idealmente a un cilindro que va creciendo en el radio. Unas desviaciones desde esta forma de cilindro pueden causar perturbaciones del proceso. En el caso más desfavorable, algunas barras pueden crecer y fusionarse e interrumpir el proceso de deposición. Si en lo que se refiere a la mencionada desviación se establece una forma cónica que se va estrechando hacia abajo, a causa de la distribución más desfavorable de los pesos, aumenta de nuevo también el riesgo de un vuelco de las barras.
- 10 Los requisitos establecidos a unas barras de polisilicio, que posteriormente se deben de utilizar para el procedimiento de zona de flotación, son especialmente estrictos. Las barras, antes de la utilización, son amoladas en forma circular a un diámetro nominal. Cualquier sobrepasamiento del diámetro diana significa un desgaste aumentado al amolar en forma circular y por consiguiente una pérdida del costoso silicio. Cualquier caso en que se quede por debajo del diámetro diana, disminuye por otro lado la longitud del trozo de barra que se ha de utilizar y empeora por consiguiente la rentabilidad del producto pretendido.
- 15 Las barras a base de polisilicio se pueden describir, junto a por medio de la longitud y del diámetro, también mediante otros parámetros: La superficie de la barra puede estar repujada de una manera diversa. Un repujado puede ser establecido mediante una superficie similar a la de la coliflor. La barra, sin embargo puede tener también una superficie ampliamente lisa. Todas las propiedades de la superficie de la barra se deben de designar seguidamente con el concepto de "morfología".
- 20 Es conocido que, en primer término, una alta velocidad media de deposición es decisiva para una alta productividad y por consiguiente para la rentabilidad del proceso. Por lo tanto, se pretende llevar la velocidad de deposición en lo posible a un valor máximo. No obstante, una velocidad más alta de deposición exige en la mayor parte de los casos unas condiciones del proceso, que repercuten de una manera desventajosa sobre la morfología.
- 25 En el documento DE 102 007 047 210 A1 se divulga un procedimiento que conduce a unas barras de polisilicio con una ventajosa resistencia a la flexión. Además, el consumo específico de energía es especialmente bajo en el caso de este procedimiento. Según la técnica de procesos, un valor máximo del caudal cuantitativo de la mezcla de clorosilanos se alcanza en menos de 30 horas - de manera preferible en menos que 5 horas -, estando situada la temperatura entre 1.300 °C y 1.413 °C junto a la parte inferior del puente.
- 30 Sin embargo, es problemático el hecho de que la temperatura en el interior del puente puede ser más alta que la temperatura mantenida entre 1.300 °C y 1.413 °C junto a la superficie del puente según el documento DE 102 007 047 210 A1.
- 30 La temperatura es regulada mediante la corriente eléctrica en la barra y en el puente. Con el fin de poder mantener la temperatura en el caso de la refrigeración de la superficie del puente mediante el gas entrante, se debe de aumentar la corriente eléctrica.
- 35 Los materiales semiconductores, tales como el silicio, tienen, tal como es sabido, la propiedad de que su resistencia eléctrica disminuye con una temperatura creciente.
- 35 Puesto que la temperatura es más alta en el interior de una barra calentada que junto a su superficie, que es refrigerada por el gas de reacción, la resistencia eléctrica en el interior de la barra y del puente es más baja. Por consiguiente, el flujo de corriente eléctrica en el interior del puente es más alto.
- 40 En el caso límite de un alto flujo térmico como consecuencia de un fuerte enfriamiento de la superficie del puente mediante los gases de reacción, esto puede conducir a una temperatura en el interior del puente, que está situada por encima de la temperatura de fusión del silicio (1.413 °C). Entonces se llega a un denominado "desparrame del puente", lo cual indispensablemente conduce a una interrupción del proceso de deposición.
- 45 En el caso del proceso descrito en el documento DE 10 2007 047 210 A1 la probabilidad de que se produzca el desparrame del puente es aumentada manifiestamente.
- 45 Esto se podría impedir solamente por medio de una reducción de la temperatura del puente, lo cual sin embargo anularía de nuevo las ventajas de la velocidad de deposición comparativamente alta y de la eficiencia mejorada de la energía.
- 50 En el documento DE 10 2007 023 041 A1 se describe otro procedimiento para la producción de un polisilicio y ciertamente para un silicio del procedimiento FZ (acrónimo de Float Zone = zona de flotación). Éste prevé, hasta llegar a un diámetro de las barras de 30 mm, una temperatura de las barras de 950 hasta 1.090 °C y una determinada proporción de clorosilanos en el gas de reacción, y como muy tarde después de haberse alcanzado un diámetro de las barras de 120 mm, un cambio de la temperatura de las barras a 930 hasta 1.030 °C y una elevación de la proporción de clorosilanos en el gas de reacción. No se deben de llevar a cabo unas modificaciones abruptas de las condiciones de crecimiento durante todo el período de tiempo de deposición.

5 Unas barras a base de polisilicio, que se utilizan para la producción de un silicio del procedimiento FZ, se llevan, usualmente después de la deposición, al deseado diámetro mediante un tratamiento mecánico. Con el fin de mantener lo más pequeña que sea posible la pérdida de silicio, todas las barras producidas deberían tener el mismo diámetro a lo largo de toda la longitud. Además de ello, la sección transversal de las barras debería ser redonda (circular) a lo largo de toda la longitud.

10 No obstante, las barras a base de polisilicio, producidas según el documento DE 10 2007 023 041 A1 tienen una insuficiente constancia de la geometría en lo que se refiere al diámetro como función de la longitud de los cristales. El diámetro varía con la longitud del cristal, lo cual tiene como consecuencia que por uno de los lados se debe de quitar más material, con el fin de obtener y conservar el diámetro nominal después de un tratamiento mecánico. Esto reduce la rentabilidad del proceso.

Otro problema, que aparece con frecuencia en el estado de la técnica, es la deposición de polvo fino.

Se habla de una deposición de polvo fino cuando el gas que contiene silicio no se deposita junto a la superficie de las barras (deposición heterogénea), sino que reacciona en el volumen libre (deposición homogénea) para formar silicio.

15 El polvo fino así resultante se encuentra al final del proceso de deposición, por una parte, de nuevo junto al fondo del reactor y posteriormente debe ser evacuado.

Por otra parte, él es transportado con el gas de salida para el tratamiento de los gases de salida, donde puede causar perturbaciones.

20 Una fuerte deposición de polvo fino puede obligar a una interrupción del proceso de deposición. De esta manera, se disminuye la rentabilidad.

Además, ella causa considerables problemas en las instalaciones técnicas y un gasto suplementario que va unido con ellos.

Desgraciadamente, se muestra que, precisamente los procesos de deposición con una velocidad de deposición especialmente alta, tienen tendencia a una deposición parcialmente aumentada del polvo fino.

25 En total, resulta que en el estado de la técnica hasta ahora no se ha conseguido llevar a consonancia los diferentes aspectos que son importantes en el caso de la deposición de polisilicio.

A partir de esta problemática se estableció el planteamiento de la misión del presente invento.

30 El problema planteado por la misión del invento es resuelto mediante un procedimiento para la producción de un silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción, que contiene un componente con un contenido de silicio e hidrógeno, por medio de una o varias toberas en un reactor que contiene por lo menos una barra filamentosamente calentada, sobre la que se deposita silicio, que está caracterizado por que un número de Arquímedes Ar_n , que describe las condiciones de circulación en el reactor, en dependencia del grado de relleno GR, que indica la relación de un volumen de las barras a un volumen de los espacios vacíos del reactor en tanto por ciento, para un grado de relleno GR hasta de 5 % está situado dentro del intervalo limitado hacia abajo por la función $Ar = 2.000 \times GR^{-0.6}$ y hacia arriba por la función $Ar = 17.000 \times GR^{-0.9}$, y en el caso de un grado de relleno mayor que 5 % está situado en un intervalo de desde por lo menos 750 hasta a lo sumo 4.000.

Es esencial para el éxito del procedimiento realizar el proceso de tal manera que el número de Arquímedes, que describe las condiciones de circulación en el reactor como la relación de una convección libre a otra forzada, esté situado en un intervalo definido. Este intervalo está definido para toda la duración del proceso.

40 Para esto, el número de Arquímedes se indica en dependencia del grado de relleno del reactor.

El grado de relleno de un reactor indica la relación del volumen de las barras al volumen de los espacios vacíos del reactor en tanto por ciento. El volumen de los espacios vacíos del reactor es constante.

El grado de relleno aumenta, por lo tanto, con una duración creciente del proceso, puesto que se aumenta el volumen de las barras.

45 Es especialmente ventajoso el hecho de que el procedimiento y el intervalo conforme al invento para el número de Arquímedes sean independientes del tamaño del reactor. Por consiguiente, el procedimiento es apropiado tanto para unos tipos de reactores pequeños como también para unos tipos de reactores de mayor tamaño.

ES 2 409 715 T3

El procedimiento es asimismo independiente del número y también de la longitud de las barras filamentosas, que se encuentran dentro del reactor y junto a las cuales se deposita silicio.

5 La descripción general de las condiciones de circulación en un recipiente mediante el número de Arquímedes es conocida a partir de libros de texto para la termodinámica técnica, p.ej. la obra de Dittmann / Fischer / Huhn / Klinger, "Repetitorium der technischen Thermodynamik" [Repetitorio de la termodinámica técnica], editorial Teubner (1995).

El número de Arquímedes es conocido también bajo el nombre de número de Richardson.

Para unos reactores de Siemens destinados a la deposición de un silicio policristalino no se establecieron todavía consideraciones de ningún tipo en lo que se refiere al número de Arquímedes.

10 Un reactor de Siemens utilizado en el caso de la deposición de silicio puede ser considerado como un recipiente con cierto volumen (volumen de espacios vacíos), estando limitado el volumen por unas paredes que tienen una determinada temperatura T_{pared} . Además, este recinto contiene unas barras, que van creciendo con el tiempo por deposición de silicio, que tienen una determinada temperatura T_{barra} .

El gas es calentado junto a las barras calientes y sube hacia arriba. Junto a las paredes, el gas es enfriado de nuevo y se hunde hacia abajo. Se habla en este caso de una convección libre del gas.

15 Adicionalmente, en este recinto el gas de reacción (hidrógeno y gases que contienen silicio, tales como por ejemplo una mezcla de triclorosilano y diclorosilano) es introducido de una manera activa mediante unas toberas - usualmente colocadas junto al fondo - con una definida velocidad de entrada de la corriente. En este caso se provoca una convección forzada.

20 Al mismo tiempo, un gas de salida es sacado desde el recipiente, siendo usualmente mantenida constante la presión dentro del recipiente.

25 La convección libre conduce a una fuerza ascendente, y la convección forzada conduce a una fuerza de inercia. Se encontró que la cooperación de estas dos fuerzas de circulación domina evidentemente a las complejas condiciones de circulación y a sus repercusiones sobre la deposición dentro del reactor. Por consiguiente, el número de Arquímedes, que es definido como la relación de la fuerza ascendente a la fuerza de inercia, es apropiado para la caracterización de las condiciones de circulación.

Se prescinde en este lugar del texto de la deducción concreta del número de Arquímedes Ar para una barra en un reactor de Siemens.

Se establece la siguiente conexión:

$$Ar = \pi * g * L^3 * A_d * (T_{\text{barra}} - T_{\text{pared}}) / (2 * Q^2 * (T_{\text{barra}} + T_{\text{pared}}))$$

30 representando g la aceleración terrestre en m/s^2 , L la longitud de barra de las barras filamentosas en m, Q el caudal volumétrico del gas en m^3/s en las condiciones de funcionamiento (de p (presión) y T (temperatura)), A_d la suma de todas las áreas de sección transversal de las toberas en m^2 , T_{barra} la temperatura de las barras en $^{\circ}K$ y T_{pared} la temperatura de las paredes en K.

La longitud de las barras filamentosas permanece constante en lo esencial durante la deposición, p.ej. $L = 3$ m.

35 Si el reactor, para la incorporación de gases de reacción, comprende una o varias toberas con las mismas o diferentes secciones transversales, se toma en consideración la suma de todas las secciones transversales de las toberas A_d (en m^2).
La sección transversal de una o varias toberas puede ser también cronológicamente variable.

40 La suma de todas las secciones transversales A_d es de manera preferida por lo menos de desde $5 \times 10^{-5} m^2$ hasta aproximadamente $1 \times 10^{-2} m^2$.

La temperatura de las barras es de manera preferida de desde 1.150 K hasta 1.600 K.

La temperatura de las paredes es preferiblemente de desde 300 K hasta 700 K.

El caudal volumétrico es preferiblemente de desde $0,001 m^3/s$ hasta $0,5 m^3/s$ en las condiciones de funcionamiento.

En el caso de varias barras filamentosas en un reactor, el número de Arquímedes se determina como la suma a lo largo del número n de estas barras. Se establece un Ar_n .

La ecuación es entonces:

$$Ar_n = n * Ar$$

- 5 El procedimiento conforme al invento, sin embargo, - tal como ya se ha mencionado con anterioridad - es independiente del número de las barras dentro del reactor.

10 Los autores del invento han reconocido que una mera duplicación del caudal volumétrico de los gases de reacción en el caso de una duplicación del número de las barras en el reactor no conduce al éxito, puesto que un tal proceso muestra una evolución del número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno, que está situada por debajo del intervalo reivindicado. El proceso tiene además un aumentado consumo específico de energía y adicionalmente una proporción aumentada de barras volcadas. Por el contrario, si p.ej. se adapta también la configuración de las toberas, es posible alcanzar unas más bajas proporciones de barras volcadas y un más pequeño consumo específico de energía. Se ha mostrado que un proceso óptimo exige, para el caso de la duplicación del número de las barras, de nuevo unas condiciones de circulación, que corresponden a las reivindicadas en el procedimiento conforme al invento.

15 Se ha mostrado que para todos los procesos, cuyo número de Arquímedes, para un grado de relleno GR de hasta 5 %, está situado dentro del intervalo limitado hacia abajo por la función $Ar = 2.000 \times GR^{-0,6}$ y hacia arriba por la función $Ar = 17.000 \times GR^{-0,9}$, y en el caso de un grado de relleno mayor que 5 % está situado dentro de un intervalo de desde por lo menos 750 hasta a lo sumo 4.000, aparecen de manera simultánea y reproducible los siguientes ventajosos efectos técnicos:

20 Apenas se observa ninguna deposición de polvos finos en el caso de unas velocidades medias de deposición iguales o respectivamente más altas que en el estado de la técnica.

En el caso de la realización del procedimiento conforme al invento no aparece ningún desparrame de las barras y/o del puente.

25 La medición de la temperatura de las barras se efectúa en el marco del invento con unos pirómetros de radiación junto a las superficies de las barras verticales y ciertamente de manera preferida junto al lado de la barra que está más próximo a la pared externa del reactor, a la mitad de la altura de la barra. La temperatura de las superficies es regulada por lo tanto en el centro de la barra. Por lo tanto en unión con las condiciones óptimas de circulación en todo el reactor se evita un desparrame del puente.

30 Se ha mostrado que la proporción de barras volcadas en estos procesos es esencialmente más baja que en el caso de los procesos conocidos a partir del estado de la técnica.

Todas las barras policristalinas, que habían sido producidas con los procesos conformes al invento, tenían una variación del diámetro a lo largo de la longitud de las barras más pequeña en comparación con el estado de la técnica.

35 Además de esto, se ha mostrado que la morfología de las barras de silicio en el caso del procedimiento conforme al invento es, por una parte, independiente de la posición axial junto a la barra y, por otra parte, también independiente de la posición de la barra en la instalación de deposición, es decir que todas las barras, independientemente de la posición, tienen una tal morfología ventajosa.

En lo sucesivo se explica el invento con ayuda de una Figura.

40 La **Fig. 1** muestra el intervalo conforme al invento para el número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno y para tres procesos de Ejemplos, así como un Ejemplo comparativo.

En la **Fig.1** se muestra el intervalo conforme al invento para el número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno. Las curvas se representan en forma doble logarítmica.

45 El intervalo conforme al invento es limitado por las líneas **5** y **6**, que indican las evoluciones del número de Arquímedes que son permitidas como máximo y como mínimo. En este caso se trata hasta $GR = 5 \%$ de unas funciones exponenciales.

La pendiente de ambas curvas **5** y **6** hasta $GR = 5\%$ es diversa en una representación doble logarítmica. De manera correspondiente, las dos funciones exponenciales tienen diferentes exponentes.

Se pone de manifiesto que la curva para un proceso individual hasta $GR = 5\%$ debe de caer, con el fin de no abandonar para $GR > 5\%$ el intervalo permitido para el número de Arquímedes.

- 5 Todos los procesos investigados muestran por lo menos hasta $GR = 5\%$ una evolución decreciente, comportándose ellos de manera diversa en el caso de unos grados de relleno más altos.

Las curvas **1**, **2** y **3** muestran tres evoluciones típicas del número de Arquímedes. Las curvas **1**, **2** y **3** se describen posteriormente con mayor detalle con ayuda de los Ejemplos 1-3.

- 10 En el caso de las curvas **1** y **2**, se puede reconocer que el número de Arquímedes disminuye al principio de una manera continua. Esto es válido por lo menos hasta un grado de relleno de 5% como en el caso de la curva **2**, pero se puede prolongar también hasta un grado de relleno más alto, tal como p.ej. hasta un grado de relleno de aproximadamente 10% , como en la curva **1**.

En el caso de la curva **1** el número de Arquímedes discurre a continuación de una manera constante.

- 15 En el caso de la curva **2** se muestra una evolución totalmente distinta. El número de Arquímedes sube de nuevo a partir de $GR = 5\%$. Puesto que en la **Fig. 1** se ha escogido la representación doble logarítmica, en este caso se trata de nuevo de una función exponencial.

- 20 En el caso de la curva **3** el número de Arquímedes disminuye hasta llegar a un grado de relleno de aproximadamente 7% . Entre un grado de relleno de aproximadamente 4% y otro de aproximadamente 7% el número de Arquímedes disminuye más fuertemente que para un grado de relleno de menos que aproximadamente 4% . Por consiguiente, en el caso de la evolución del número de Arquímedes hasta un grado de relleno de aproximadamente 4% se trata de una función exponencial con un exponente x_1 y en el caso de la evolución del número de Arquímedes entre aproximadamente 4% y 7% se trata asimismo de una función exponencial con un exponente x_2 , siendo $x_2 < x_1$. A partir de un grado de relleno mayor que aproximadamente 7% el número de Arquímedes permanece entonces constante.

- 25 Se muestra, por lo tanto, que la evolución del número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno puede ser absolutamente diversa. El número de Arquímedes puede al principio descender y luego permanecer ampliamente constante o también subir de nuevo.

Es esencial para el invento el hecho de que los números de Arquímedes no abandonen el intervalo definido por las curvas **5** y **6** para ningún grado de relleno.

- 30 Los autores del invento han reconocido que todos los procesos, cuyo número de Arquímedes se encuentra fuera del intervalo descrito, van acompañados de unas considerables desventajas, ya conocidas en el estado de la técnica.

Ejemplo comparativo

La curva **4** muestra el número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno para el proceso conocido a partir del documento EP 2 067 744 A2.

- 35 En este caso, para todos los parámetros necesarios con el fin de determinar el número de Arquímedes y que no han sido divulgados en la solicitud se suponen o calculan unos valores usuales. El área de superficie de las toberas fue calculada a partir de los datos de velocidad y de la proporción de toberas cerradas.

Los resultados se representan en la **Tabla 1**

Los puntos **41**, **42**, **43**, **44**, **45** y **46** se representan en la **Fig. 1**

Tabla 1

Volumen del reactor [m ³]	Número de las barras	Longitud de las barras [m]	T _{pared} [K]	T _{barra} [K]
17	98	1,9	393	1.273
	GR [%]	Q [m ³ /s]	A _d [m ²]	Ar _n
	0,03	0,047	3,14E-03	7.740
Fig. 1 - 41	0,50	0,126	3,14E-03	1.088
Fig. 1 - 42	0,54	0,137	2,28E-03	667
Fig. 1 - 43	1,94	0,273	2,28E-03	167
Fig. 1 - 44	3,10	0,273	2,28E-03	167
Fig. 1 - 45	3,21	0,261	2,90E-03	233
Fig. 1 - 46	12,41	0,261	2,90E-03	233

5 La evolución del número de Arquímedes para el proceso del documento EP 2 067 744 A2 se encuentra manifiestamente por debajo del intervalo conforme al invento para el número de Arquímedes y muestra una línea característica totalmente distinta, lo cual debería ser atribuido a las modificaciones de las velocidades de entrada de la corriente del gas de reacción.

10 Aquí se muestra en particular una proporción aumentada de barras volcadas. También, la velocidad de deposición es suficientemente alta solamente cuando se acepta una morfología irregular. El hecho de que mediante un aumento del número de Arquímedes se podían eliminar estos problemas, es sorprendente.

También el proceso descrito en el documento DE 29 12 661 A1 muestra una evolución del número de Arquímedes en dependencia del grado de relleno, que está situada por debajo del intervalo conforme al invento (de modo similar al proceso del documento EP 2 067 744 A2, pero sin la evolución especial de éste). En este caso se pasa a emplear una tobera de dos chorros. En tal caso se utilizaron los parámetros divulgados.

15 **Tabla 2**

Volumen del reactor [m ³]	Número de las barras	Longitud de las barras [m]	T _{pared} [K]	T _{barra} [K]
3	8	2	393	1.373
	GR [%]	Q [m ³ /s]	A _d [m ²]	Ar _n
Fig. 1 - 7	6,89	0,0101	6,79E-05	364

El punto 7 está representado en la Fig. 1.

20 La ventaja descrita en el documento DE 29 12 661 A1 en lo que se refiere a la uniformidad de la geometría de las barras se puede observar ciertamente en el caso de un tal proceso, pero este proceso muestra otras desventajas considerables.

Así, el consumo específico de energía es manifiestamente más alto que en el caso de unos procesos, que están situados dentro del intervalo conforme al invento en lo que se refiere al número de Arquímedes.

25 Los procesos conformes al invento tienen, en comparación con esto, un consumo específico de energía más pequeño en un 10-20 %.

Además, el proceso muestra asimismo una proporción manifiestamente aumentada de barras volcadas.

30 La proporción de barras volcadas. es el caso de los procesos según el documento DE 29 12 661 A1 así como según el documento EP 2 067 744 A2, es más alto en aproximadamente un 50-100 % que en el caso de los procesos conformes al invento, que presentan una evolución del número de Arquímedes que está situada dentro del intervalo conforme al invento.

Ejemplos

Se representan tres diferentes procesos conformes al invento.

En este caso pasaron a emplearse diferentes reactores, que se diferencian en lo que se refiere al volumen del reactor y al número de las barras.

En el caso de uno de los procesos (Ejemplo 1) pasó a emplearse un reactor con 48 barras y un volumen del reactor de 12,7 m³. En el caso del otro proceso (Ejemplo 2) se depositó sobre 24 barras en un volumen del reactor de 10 m³.

- 5 En el caso del tercer proceso (Ejemplo 3) el volumen del reactor fue solamente de 5,9 m³, pero asimismo con 24 barras.

La longitud de las barras fue de 2,9 a 3,1 m en todos los procesos.

En la **Tabla 3** se exponen los parámetros de los tres puntos **11**, **12** y **13** de la curva **1** representada en la **Fig. 1**.

- 10 La temperatura de las paredes T_{pared} fue constante de 393 K. El área de superficie de la sección transversal de las toberas permaneció constante en $4,185 \times 10^{-3} \text{ m}^2$.

En la segunda columna se representa el grado de relleno del reactor.

La temperatura de las barras T_{barra} retrocedió desde 1.326 K en el caso de un grado de relleno de 0,16 % hasta 1.302 °K en el caso de un grado de relleno de 19 %.

- 15 **Q** designa el caudal volumétrico del gas de reacción (triclorosilano e hidrógeno) en condiciones de funcionamiento en m³/s. Éste aumenta al principio y luego permanece constante.

Ar_n designa el número de Arquímedes.

En este caso el número de Arquímedes permanece esencialmente constante entre un grado de relleno de 10,76 % y un grado de relleno de 19,06 %. Esto es válido también para el caudal volumétrico del gas de reacción, que permanece constante en 0,192 m³/s.

- 20 **Tabla 3**

Curva 1 Fig. 1	T_{pared} [°K]	GR [%]	T_{barra} [°K]	Q [m ³ /s]	A_d [m ²]	Ar_n
11	393	0,16	1.326	0,043	$4,185 \times 10^{-3}$	21.749
12	393	10,76	1.302	0,192	$4,185 \times 10^{-3}$	1.097
13	393	19,76	1.299	0,192	$4,185 \times 10^{-3}$	1.100

- 25 En la **Tabla 4** se exponen los parámetros de los tres puntos **21**, **22** y **23** de la curva **2** representada en la **Fig. 1** (Ejemplo 2). La temperatura de las paredes T_{pared} en el reactor fue en este caso también constante de 393 K. También el área de superficie de sección transversal de las toberas permaneció constante en este caso en $2,161 \times 10^{-3} \text{ m}^2$.

La temperatura de las barras T_{barra} retrocedió desde 1.364 K en el caso de un grado de relleno de 0,106 % hasta 1.306 K en el caso de un grado de relleno de 17,98 %.

- 30 En este caso el número de Arquímedes aumenta, entre un grado de relleno de 5,03 % y un grado de relleno de 17,98 %, desde 1.332 hasta 2.671.

Tabla 4

Curva 2 Fig. 1	T_{pared} [°K]	GR [%]	T_{barra} [K]	Q [m ³ /s]	A_d [m ²]	Ar_n
21	393	0,106	1.364	0,027	$2,161 \times 10^{-3}$	18.121
22	393	5,03	1.342	0,099	$2,161 \times 10^{-3}$	1.332
23	393	17,98	1.306	0,069	$2,161 \times 10^{-3}$	2.671

- 35 En la **Tabla 5** se exponen los parámetros de los cuatro puntos **31**, **32**, **33** y **34** de la curva **3** representada en la **Fig. 1** (Ejemplo 3).

La temperatura de las paredes T_{pared} en el reactor fue en este caso también constantemente de 393 K. También el área de superficie de sección transversal de las toberas permaneció constante, en este caso en $8,18 \times 10^{-4} \text{ m}^2$.

ES 2 409 715 T3

La temperatura de las barras retrocedió desde 1.299 K en el caso de un grado de relleno de 0,197 % hasta 1.233 K en el caso de un grado de relleno de 21,1 %.

En el caso de la curva **3** (Ejemplo 3) el número de Arquímedes disminuye más fuertemente entre un grado de relleno de 3,604 % y un grado de relleno de 6,5 % que para un grado de relleno más pequeño que 3,604 %.

- 5 A partir de un grado de relleno 6,5 % la evolución del número de Arquímedes es en lo esencial constante. Aquí el caudal volumétrico del gas de reacción permanece también constante en $0,058 \text{ m}^3/\text{s}$.

Tabla 5

Curva 3 Fig. 1	T_{pared} [K]	GR [%]	T_{barra} [K]	Q [m ³ /s]	A_d [m ²]	Ar_n
31	393	0,197	1.299	0,01	$8,18 \times 10^{-4}$	40.599
32	393	3,604	1.272	0,031	$8,18 \times 10^{-4}$	4.173
33	393	6,5	1.262	0,058	$8,18 \times 10^{-4}$	1.135
34	393	21,1	1.233	0,058	$8,18 \times 10^{-4}$	1.120

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de un silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción, que contiene un componente con un contenido de silicio e hidrógeno, mediante una o varias toberas en un reactor con un volumen de espacios vacíos, limitado por medio de unas paredes con una determinada temperatura T_{pared} , que contiene por lo menos una barra filamentosas calentada a una temperatura T_{barra} , sobre la que se deposita silicio, caracterizado por que un número de Arquímedes Ar , que describe las condiciones de circulación en el reactor y que se calcula de la siguiente manera: $Ar = n * \pi * g * L^3 * A_d * (T_{barra} - T_{pared}) / (2 * Q^2 * (T_{barra} + T_{pared}))$, representando n el número de las barras filamentosas, g la aceleración terrestre en m/s^2 , L la longitud de barra de las barras filamentosas en m, Q un caudal volumétrico del gas de reacción en m^3/s en las condiciones de funcionamiento (de p , T), A_d la suma de todas las áreas de superficie de sección transversal de las toberas en m^2 , T_{barra} la temperatura de las barras en K y T_{pared} la temperatura de las paredes en K, en dependencia del grado de relleno GR, que indica la relación de un volumen de las barras a un volumen de los espacios vacíos del reactor en tanto por ciento, para un grado de relleno GR de hasta 5 % está situado dentro del intervalo limitado hacia abajo por la función $Ar = 2.000 * GR^{-0,6}$ y hacia arriba por la función $Ar = 17.000 * GR^{-0,9}$, y en el caso de un grado de relleno mayor que 5 % está situado en un intervalo de desde por lo menos 750 hasta a lo sumo 4.000.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el número de Arquímedes desciende hasta un grado de relleno de 4,5-5,5 % y permanece constante en el caso de un grado de relleno más alto.
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el número de Arquímedes desciende hasta un grado de relleno de 6,5-7,5 % y a continuación permanece constante, disminuyendo a partir de un grado de relleno de más que 4,5 % más fuertemente que en el caso de un grado de relleno de 1-3 %.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el número de Arquímedes disminuye hasta llegar a un grado de relleno de 4,5-5,5 % y sube en el caso de un grado de relleno más alto.
- 25 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, en el que el volumen del reactor está limitado por una pared, cuya temperatura es de desde 300 K hasta 700 K.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, en el que una temperatura, medida junto a un lado de la por lo menos una barra que está situado frente a la pared del reactor, y que a la mitad de la altura de una longitud de esta por lo menos una barra es de 1.150 K a 1.600 K.
- 30 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que la por lo menos una barra después de la deposición de silicio se saca del reactor y se elabora mediante un tratamiento mecánico para dar fragmentos de silicio.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que como otra etapa del procedimiento el silicio policristalino producido se emplea para la producción de un monocristal de silicio mediante una fusión por zonas.
- 35 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, en el que, como otra etapa del procedimiento, el silicio policristalino producido se emplea para la producción de un monocristal de silicio mediante estiramiento de cristales de acuerdo con el procedimiento de Czochralski.
- 40 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, en el que, como otra etapa del procedimiento, el silicio policristalino producido se emplea para la producción de un cristal de silicio mediante moldeo por colada de lingotes.

Fig. 1

