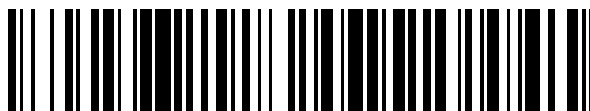


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 466 190**

51 Int. Cl.:

C01B 33/107 (2006.01)

C01B 33/035 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2012** **E 12173743 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2014** **EP 2551239**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un polisilicio**

30 Prioridad:

05.07.2011 DE 102011078676

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

09.06.2014

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**HÄCKL, DR. WALTER;
MÜLLER, DR. BARBARA y
RING, ROBERT**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 466 190 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 polisilicio

El invento se refiere a un procedimiento para la producción de un polisilicio.

5 Un silicio policristalino (denominado abreviadamente: polisilicio) sirve como material de partida en el caso de la producción de un silicio monocristalino mediante un estiramiento en crisoles (procedimiento de Czochralski o CZ) o mediante una fusión por zonas (procedimiento de zona de flotación o FZ). Este silicio monocristalino es cortado en 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 unos elementos constructivos electrónicos (conocidos como chips).

10 En particular, sin embargo, un silicio policristalino se necesita en medida reforzada para la producción de silicio mono- o multicristalino mediante un procedimiento de estiramiento o de moldeado 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 con forma de campana ("reactor de Siemens") unas delgadas barras filamentosas ("barras/delgadas") a base de silicio se calientan por paso directo de la corriente eléctrica a su través y se introduce un gas de reacción, que contiene un componente que contiene silicio, e hidrógeno.

20 También el silicio policristalino se puede producir en forma de un granulado con unos especiales reactores de capa turbulenta (FBR), siendo introducido un gas de reacción que contiene un componente que contiene silicio, desde abajo a través de unas toberas en un recinto de reacción, de manera tal que resulta una capa turbulenta del granulado ya presente y el componente que contiene silicio reacciona junto a la superficie del granulado para dar silicio.

El componente que contiene silicio del gas de reacción es por regla general monosilano o un halógenosilano con 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 de triclorosilano.

25 Predominantemente se emplea SiH_4 o SiHCl_3 (triclorosilano, TCS) en mezcla con hidrógeno

30 El triclorosilano se produce de manera preferida por medio de la reacción de un silicio metalúrgico (MGS - acrónimo de metallurgical grade silicon = silicio de calidad metalúrgica) con HCl y en una subsiguiente purificación en una destilación. Tanto en los reactores de Siemens como también en los FBR's resulta durante la deposición un gas de salida, que sigue conteniendo todavía una considerable cantidad de un gas que contiene silicio. La composición del gas se modifica de un modo correspondiente al proceso utilizado. El tratamiento de este gas de salida merece, por motivos de costos, una atención multiplicada por parte de la industria.

Para el estado de la técnica son conocidos unos métodos, que ejecutan cómo el gas de salida de la deposición de silicio puede ser tratado en principio.

35 Unos correspondientes procesos en circuito se representan en las Figuras 7 y 8 en la cita de O'-Mara, B. Herring, L. Hunt, Handbook of Semiconductor Silicon Technology [Manual de la tecnología del silicio para semiconductores], ISBN 0-8155-1237-6 en la página 58.

40 El gas de salida que sale desde el reactor de deposición (Siemens o FBR) es aportado en este caso a un doble dispositivo de condensación, cuyo material condensado es separado, a través de una columna de destilación, en unas porciones de bajo punto de ebullición y otras porciones de alto punto de ebullición, siendo las porciones de bajo punto de ebullición aportadas de nuevo al proceso de deposición.

Las porciones de alto punto de ebullición contienen, en una gran parte, tetracloruro de silicio (STC), que puede ser transformado en TCS en un dispositivo de conversión (convertidor).

45 Las porciones gaseosas del gas de salida que quedan remanentes después del proceso de condensación son aportadas a un proceso de adsorción. Aquí, el hidrógeno es separado de los otros componentes de la corriente gaseosa y es aportado de nuevo al proceso de deposición. Los componentes que quedan remanentes son separados, en una condensación ulterior, en componentes líquidos y gaseosos.

Los componentes que son líquidos después de la condensación son aportados a la destilación y, después de una separación en el proceso de deposición, son utilizados de nuevo. Las porciones gaseosas (caracterizadas con "HCl")

en las Figuras 7 y 8 en la cita de O'Mara), pueden ser o bien vendidas como cloruro de hidrógeno (HCl) (compárese la Fig. 7 en la cita de O'Mara) o recuperadas en la producción en bruto (compárese la Fig. 8 en la cita de O'Mara).

5 La desventaja de los procedimientos mostrados en la cita de O'Mara consiste en que unas sustancias no deseadas, tales como por ejemplo boro y fósforo, se enriquecen en el proceso de deposición y de esta manera influyen negativamente sobre la calidad del silicio depositado.

La "adsorción" ya mencionada con anterioridad es utilizada para purificar el hidrógeno con respecto de los clorosilanos todavía contenidos y eventualmente también con respecto del HCl.

10 En este caso, un hidrógeno impurificado con clorosilanos y eventualmente también con cloruro de hidrógeno, a una alta presión (presión comprendida entre 5 y 20 bares, de manera preferida entre 9 y 16 bares) y a una baja temperatura (con un típico orden de magnitud $T_1 = 20\text{ °C}$), es conducido a través de un lecho de carbón activo. En vez de carbón activo se pueden utilizar también unos tamices moleculares, tal como los que se describen en el documento de patente alemana DE 1 106 298 B. Sin embargo, junto al carbón activo, pueden pasar a emplearse también un óxido de silicio y unos aluminosilicatos como agentes adsorbentes, compárese el documento de patente china CN 101279178A.

15 Las impurezas son adsorbidas por medios físicos y/o químicos en el carbón activo.

El carbón activo, después de la carga, es "descargado" a través de estas sustancias no deseadas mediante una etapa de regeneración. En este caso, la presión es disminuida (con un típico orden de magnitud $P_2 = 1\text{ bar}$) y la temperatura es aumentada (con un típico orden de magnitud $T_2 = 200\text{ °C}$).

20 A la alta temperatura y a la baja presión, los componentes gaseosos, que con anterioridad habían sido adsorbidos, son desorbidos, es decir desprendidos en un gas de barrido.

Usualmente, el gas de barrido (hidrógeno) es después de ello enfriado juntamente con las impurezas, con el fin de separar los componentes que son líquidos a muy bajas temperaturas con respecto de los componentes gaseosos. Esto es conocido, por ejemplo, a partir del documento de solicitud de patente alemana DE 29 18 060 A1.

Después de ello, el agente adsorbente es enfriado de nuevo y está a disposición de nuevo para la adsorción.

25 Los componentes gaseosos, que en el estado de la técnica contienen predominantemente HCl, son aportados a la producción en bruto (compárense las Fig. 7 y 8 en la cita de O'Mara).

30 Los componentes líquidos son aportados en el estado de la técnica a una destilación, siendo separados unos componentes de bajo punto de ebullición y unos componentes de más alto punto de ebullición. Los componentes que hierven a bajas temperaturas son aportados al proceso de deposición y los componentes que hierven a más altas temperatura son aportados al proceso de conversión.

Usualmente se utilizan varios agentes adsorbentes, que se encuentran en una fase que en cada caso es la otra, con el fin de garantizar un rendimiento continuo de adsorción.

El número de los agentes adsorbentes que se han de utilizar es determinado por la duración de permanencia en las correspondientes fases de "adsorción", "calentamiento", "desorción" y "enfriamiento".

35 Cuanto más larga sea la fase de "adsorción" en comparación con las demás fases, tanto menor será la cantidad de agentes adsorbentes que se deben hacer trabajar en paralelo.

Con el fin de reducir los costos de inversión para los adsorbentes, se intenta en la mayor parte de los casos mantener lo más pequeños que sean posibles los períodos de tiempo de las fases de "calentamiento", "desorción" y "enfriamiento".

40 La devolución completa, que se muestra en el estado de la técnica, de los componentes que hierven a más bajas temperaturas desde el proceso de desorción al de deposición conduce a que unas impurezas, tales como, sobre todo las de boro y fósforo (pero también de Al, As y C), se recojan y enriquezcan en el circuito de deposición y de esta manera conduzcan a unas concentraciones más altas en el silicio producido.

45 Ciertamente, todos los clorosilanos se obtienen y conservan para el proceso de deposición, pero disminuye la calidad del silicio depositado.

Por lo tanto, una misión del invento fue la de poner a disposición un procedimiento, en cuyo caso todos los clorosilanos se puedan usar de una manera óptima en el circuito de materiales.

El problema planteado por esta misión es resuelto por medio de un procedimiento para la producción de un polisilicio, que comprende

- 5 a) un proceso de deposición de un silicio policristalino sobre unos filamentos en un reactor de deposición mediante un gas de reacción que contiene un componente que contiene silicio, el cual comprende triclorosilano, e hidrógeno, siendo por lo menos de 25 % la saturación molar del componente que contiene silicio en lo que se refiere al hidrógeno;
- 10 b) la aportación de un gas de salida que sale del proceso de deposición a un dispositivo para el enfriamiento del gas de salida,
 - i) siendo conducidos los componentes que se condensan por medio del enfriamiento, del gas de salida que contiene STC, a un dispositivo, que hace posible una purificación por destilación del material condensado, y
 - ii) siendo aportados los componentes, que no se condensan al realizar el enfriamiento, a una unidad de adsorción o respectivamente de desorción;
- 15 c) obteniéndose una primera corriente de materiales, purificada por adsorción, de aquellos componentes que no se condensan, cuya corriente contiene hidrógeno; y
- d) obteniéndose, durante una regeneración de la unidad de adsorción mediante un proceso de desorción y un proceso de barrido con un gas de barrido, una segunda corriente de materiales de aquellos componentes que no se condensan, cuya corriente contiene STC, y es aportada a un convertidor para la conversión de STC en TCS.

20 El procedimiento conforme al invento es explicado a continuación también con ayuda de las Fig. 1-7.

La Fig. 1 muestra un proceso en circuito preferido en el marco del invento.

La Fig. 2 muestra la conversión con un gas procedente de la desorción, siendo aportado el gas a la parte situada entre el reactor y el tramo de enfriamiento.

25 La Fig. 3 muestra la evolución de la concentración de HCl en el gas de salida del reactor de deposición en dependencia de la saturación molar de clorosilanos.

La Fig. 4 muestra otro proceso en circuito preferido en el marco del invento.

La Fig. 5 muestra la conversión con un gas procedente de la desorción, siendo aportado el gas directamente al reactor.

30 La Fig. 6 muestra la constitución esquemática de un convertidor, como se puede usar en el marco del invento, en particular en el caso de una aportación directa del gas desorbido al convertidor.

La Fig. 7 muestra la constitución esquemática de un convertidor con unos elementos de calentamiento y de cambio de dirección, tal como se puede usar en el marco del invento, en particular en el caso de una aportación directa del gas desorbido al convertidor.

Lista de los signos de referencia utilizados

- | | | |
|----|-----|---|
| 35 | 11 | deposición |
| | 12 | tramo de enfriamiento |
| | 13 | adsorción/desorción |
| | 14 | destilación |
| | 15 | conversión |
| 40 | 16 | colector de material condensado |
| | 17 | corriente de materiales que contiene hidrógeno de nueva aportación (fresco) |
| | 18 | corriente de gas de salida que sale de la parte de deposición, que contiene STC y TCS |
| | 19 | corriente de materiales de las porciones gaseosas que quedan después del tramo de enfriamiento 12 |
| | 110 | corriente de materiales que contiene hidrógeno tratado |
| 45 | 111 | corriente de materiales que contiene hidrógeno como gas de barrido para el proceso de desorción |
| | 112 | corriente de materiales del material condensado que resulta al realizar el enfriamiento |
| | 113 | corriente de materiales obtenida por medio del proceso de desorción |
| | 114 | corriente de materiales que contiene hidrógeno para el proceso de conversión 15 |
| | 115 | corriente de materiales que contiene HCl |
| 50 | 116 | corriente de materiales que contiene STC |
| | 117 | corriente de materiales que contiene STC y TCS |
| | 118 | corriente de materiales que contiene TCS, prevista para la recuperación en la deposición 11 |
| | 119 | corriente de materiales que contiene TCS de nueva aportación |

	21	corriente de materiales que contiene hidrógeno
	22	corriente de materiales que contiene STC
	23	dispositivo para la conversión
	24	corriente de materiales que contiene DCS
5	25	tramo de enfriamiento
	26	corriente de materiales del material condensado procedente del tramo de enfriamiento 25
	27	corriente de materiales que contiene HCl
	41	deposición
	42	tramo de enfriamiento
10	43	adsorción/desorción
	44	destilación
	45	conversión
	46	colector de material condensado
	47	corriente de materiales que contiene hidrógeno de nueva aportación
15	48	corriente de gas de salida procedente de la deposición, que contiene STC y TCS
	49	corriente de materiales de las porciones gaseosas que quedan después del tramo de enfriamiento 42
	410	corriente de materiales que contiene hidrógeno tratado
	411	corriente de materiales que contiene hidrógeno como gas de barrido para la desorción, facultativamente retirado de la corriente de materiales 410
20	412	corriente de materiales del material condensado que resulta al realizar el enfriamiento
	413	corriente de materiales obtenida por medio de la desorción
	414	corriente de materiales que contiene hidrógeno, para la conversión 15
	415	corriente de materiales que contiene HCl
	416	corriente de materiales que contiene STC
25	417	corriente de materiales que contiene STC y TCS
	418	corriente de materiales que contiene TCS, prevista para la recuperación en la deposición 41
	419	corriente de materiales que contiene TCS de nueva aportación
	420	válvula de tres vías
	421	corriente de materiales hacia el lado de entrada del tramo de enfriamiento
30	422	corriente de materiales hacia la conversión
	51	corriente de materiales que contiene hidrógeno
	52	corriente de materiales que contiene STC
	53	dispositivo para la conversión
	54	corriente de materiales que contiene DCS
35	55	tramo de enfriamiento
	56	corriente de materiales del material condensado procedente del tramo de enfriamiento 55
	57	corriente de materiales que contiene HCl
	61	corriente gaseosa de eductos (productos de partida), que contiene hidrógeno
	62	corriente gaseosa de eductos, que contiene tetracloruro de silicio (STC)
40	63	corriente gaseosa desorbida como tercera corriente de eductos en la zona de reacción.
	64	corriente de gas de salida desde el convertidor hacia el tramo de enfriamiento
	65	envoltura del reactor que soporta presión
	66	estrangulamiento
	67	una o varias toberas
45	WT1	intercambiador de calor 1
	WT2	intercambiador de calor 2
	HZ	zona de calentamiento del convertidor
	RZ	zona de reacción del convertidor
	71	corriente de eductos, que contiene hidrógeno
50	72	corriente de eductos, que contiene tetracloruro de silicio
	73	corriente gaseosa desorbida
	74	corriente de productos, que contiene triclorosilano y HCl
	75	pared interna del alojamiento estable frente a la presión, que contiene el suelo inferior y la superficie de camisa envolvente.
55	76	circuito de toberas para la corriente de eductos e hidrógeno
	77	tobera para la corriente gaseosa desorbida
	78	elemento de calentamiento
	79	elementos cilíndricos de desviación de los gases.

60 La Fig. 1 muestra que la corriente de materiales 113, obtenida por desorción durante la regeneración del adsorbente 13, es conducida completamente a la conversión 15.

Para la deposición 11 se necesita un componente que contiene silicio (p.ej. TCS o DCS), que contiene, por una parte, TCS de nueva aportación 119 y, por otra parte, TCS recuperado 118.

El hidrógeno necesario para la deposición contiene hidrógeno tratado 110 y, para la compensación de las pérdidas de hidrógeno, también hidrógeno de nueva aportación 17.

5 La corriente de gas de salida procedente de la deposición 18 es enfriada en un tramo de enfriamiento 12, de manera preferida a una temperatura más pequeña o igual que $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, de manera muy especialmente preferida a una temperatura más pequeña que el punto de rocío del HCl en el caso de haber un correspondiente contenido de HCl en el gas de salida y a una correspondiente presión.

10 El tramo de enfriamiento 12 contiene en este caso de manera preferida diversos dispositivos para el enfriamiento de materiales gaseosos, por ejemplo unos dispositivos enfriadores por aire, unos dispositivos enfriadores que trabajan con agua fría, unos dispositivos enfriadores con salmuera o unos dispositivos enfriadores con otros medios de enfriamiento (amoníaco, hidrocarburos halogenados o gases licuados).

El material condensado 12 que resulta en el tramo de enfriamiento 12 se recoge en uno o varios colectores 16 del material condensado y se conduce a la destilación 14. Una misión de la destilación 14 es separar el TCS y el STC y aportar el TCS a la deposición 118 y el STC a la conversión 116.

15 Los componentes gaseosos 19 que no se condensan en el tramo de enfriamiento se conducen a un dispositivo de adsorción 13.

Allí se hacen trabajar intermitentemente varios agentes adsorbentes, que son barridos durante la desorción con un gas de barrido 111, de manera preferida hidrógeno de nueva aportación.

La corriente de materiales 113 que resulta de este modo, es conducida a la conversión 15.

20 La corriente de materiales 110 purificada en la adsorción, que principalmente contiene hidrógeno, se conduce de retorno a la deposición 11.

La corriente de materiales que circula entre la parte de deposición, el tramo de enfriamiento, la parte de adsorbentes y finalmente de nuevo la parte de deposición, se designa en lo sucesivo "circuito de deposición".

La conversión 15 a altas temperaturas transforma el STC 116 en TCS 117 mediando consumo de hidrógeno 114. Acerca de la constitución preferida del convertidor se ha de tratar posteriormente todavía.

25 La corriente de materiales del producto de la conversión 117 contiene, junto al deseado TCS, según sea la selectividad del proceso, unas cantidades no insignificantes de STC.

Adicionalmente, en el caso de la conversión resulta una corriente de materiales con HCl 115, que por ejemplo se puede utilizar para la producción en bruto de TCS por cloración de silicio metalúrgico.

30 La parte de conversión contiene de manera preferida dos componentes, a saber un reactor de conversión y un tramo de enfriamiento propio.

La Fig. 2 muestra la constitución de una parte de conversión, utilizada de manera preferente.

35 La corriente de materiales que contiene hidrógeno 21 y HCl 22 es conducida a un dispositivo destinado a la conversión 23. La corriente de gases de salida procedente de la conversión se mezcla con la corriente de materiales de la parte de desorción 24 y se introduce en un tramo de enfriamiento 25. Después del tramo de enfriamiento se obtienen dos corrientes de materiales: El material condensado procedente del tramo de enfriamiento 26 y una porción gaseosa que contiene HCl 27.

En este caso es especialmente ventajoso el hecho de que la corriente de materiales 24 sea llevada en forma gaseosa a la parte de conversión.

40 Es esencial para el invento el hecho de que la saturación molar de los componentes que contienen silicio del gas de reacción, es decir p.ej. la parte de saturación con triclorosilano, en la que la deposición es mayor que 25 %, de manera preferida mayor que 27 %, de manera especialmente preferida mayor que 29 % y de manera muy especialmente preferida mayor que 31 %, en cada caso en lo que se refiere al hidrógeno en el gas de reacción.

45 Al mismo tiempo se evita una elevación de la concentración de materiales no deseados, tales como por ejemplo boro o fósforo en el circuito de deposición, puesto que ellos evidentemente son transportados, pasando por la parte de desorción, hasta la parte de conversión.

La concentración de HCl en la corriente de materiales procedente de la parte de desorción 24 se puede ajustar, de una manera sorprendente, por medio de la saturación utilizada de los componentes que contienen silicio del gas de reacción, por lo tanto por ejemplo de la corriente de clorosilanos, en el caso del proceso de deposición.

Una saturación demasiado pequeña conduce evidentemente a una alta concentración de HCl.

- 5 Una saturación más baja en la parte de deposición conduce manifiestamente a una concentración de HCl demasiado alta en el tramo de enfriamiento de la parte de conversión y que de nuevo condiciona forzosamente una ejecución con mayor tamaño del tramo de enfriamiento y por consiguiente una más alta suma de inversión.

Una ventaja de este método consiste en que todos los componentes que contienen silicio se pueden recuperar de una manera amplísima.

- 10 Unos detalles de un ensayo con una saturación con triclorosilano y una concentración medida de HCl crecientes se pueden ver en la Fig. 3.

- 15 La concentración de HCl disminuye a partir de una saturación de 15 % con saturación creciente. Este punto es supuesto como punto de referencia. En el caso de saturaciones más pequeñas, en primer lugar la concentración de HCl permanece casi constante. En el caso de una saturación de 25 % o mayor, por ejemplo la concentración de HCl ha disminuido hasta la mitad o menos, referida al punto de referencia.

Si se ajusta una saturación de 27 % o más, entonces la concentración de HCl se reduce hasta una cuarta parte o menos, referida al punto de referencia.

A partir de una saturación de 29 % se ajusta una concentración de HCl menor que un 10 % del punto de referencia.

- 20 Y a partir de una saturación de 31 % la concentración de HCl permanece por debajo de un 5 %, referida al punto de referencia.

La Fig. 4 muestra otro proceso en circuito preferido, en cuyo caso durante la regeneración del agente adsorbente 43 la corriente de materiales 413 obtenida por desorción es comprobada mediante un cromatógrafo de gases en línea para determinar la proporción de diclorosilano (DCS) en la corriente de materiales.

- 25 Si la proporción porcentual molar de DCS es más pequeña que la proporción de la suma de TCS y STC, entonces la corriente de materiales es conducida a través de una válvula de tres vías 420 hasta el lado de entrada del tramo de enfriamiento 422.

Si la proporción es mayor, entonces la corriente de materiales 422 es conducida completamente a la parte de conversión 45.

- 30 En comparación con el proceso en circuito representado en la Fig. 1 se llevaron a cabo las siguientes modificaciones.

Entre el agente adsorbente 43 y la parte de conversión 45 la corriente de gases es conducida en forma gaseosa a través de una válvula de tres vías 420, que puede conducir a la corriente de gases o bien hacia la entrada del tramo de enfriamiento 421 o a la parte de conversión 422.

La temperatura es aumentada durante la desorción con una velocidad menor que 0,9 °K/min.

- 35 La temperatura inicial es de aproximadamente 20 °C, y la temperatura final es de aproximadamente 160 °C.

Una pequeña velocidad de elevación de la temperatura significa en primer lugar una desventaja económica.

No obstante, con una pequeña velocidad de elevación de la temperatura se consigue sorprendentemente una separación basta entre DCS, TCS y STC durante la desorción.

- 40 Para esto la corriente de gases desorbidos desde los agentes adsorbentes 43 es comprobada con ayuda de un dispositivo de medición con el fin de determinar su contenido de DCS, TCS y STC.

La disposición de medición contiene en este caso de manera especialmente preferida un cromatógrafo de gases del proceso.

Si la proporción relativa del DCS en la corriente gaseosa es mayor que la suma de las proporciones de STC y TCS en los gases, entonces la válvula de tres vías se ajusta de tal manera que la corriente gaseosa es conducida hasta la parte de conversión.

En caso contrario, la corriente gaseosa es conducida hasta la entrada del tramo de enfriamiento.

- 5 Otra modificación se refiere al abastecimiento de los agentes adsorbentes con un gas de barrido, de manera ideal hidrógeno, para el proceso de barrido.

Se ha manifestado como ventajoso que por lo menos adicionalmente se utilice como gas de barrido el hidrógeno que sale directamente del circuito de deposición 411.

Aquí tiene lugar manifiestamente una retirada adicional de posibles impurezas.

- 10 La Fig. 5 muestra otra forma preferida de realización, que prevé que durante la regeneración del agente adsorbente la corriente de materiales 54 obtenida por desorción se introduzca directamente en el reactor de conversión 53 (y no entre el reactor y el tramo de enfriamiento como en la Fig. 2). Igual que en la Fig. 2, el reactor de conversión 53 es abastecido con una corriente de materiales 51 que contiene predominantemente H_2 y con una corriente de materiales 52 que contiene predominantemente STC. La corriente de productos que resulta en este caso es separada, en un tramo de enfriamiento 55, en una corriente de materiales condensados 56 y en una corriente de materiales 57 que contiene predominantemente HCl.

En este caso, la mezcla gaseosa 54 que procede de la parte de desorción (que predominantemente contiene DCS), es introducida en forma gaseosa directamente en la zona de reacción del reactor de conversión.

De manera especialmente preferida, se utiliza en este caso un reactor como el que se muestra en la Fig. 6.

- 20 En el intercambiador de calor "más caliente" WT1, que sigue inmediatamente a la zona de reacción RZ, la corriente gaseosa de eductos 62 que contiene tetracloruro de silicio, es calentada por el gas de salida de la zona de reacción (RZ).

El intercambiador de calor WT1 se compone de grafito, de carburo de silicio o de grafito revestido con carburo de silicio.

- 25 Un estrangulamiento 66, opcional, pero especialmente preferido, que puede componerse por ejemplo de un estrechamiento de una conducción tubular, de la incorporación de un apropiado grifo o de la ejecución más pequeña del diámetro de las conducciones tubulares utilizadas, procura una definida diferencia de presiones entre la salida del intercambiador de calor WT1 y la zona de calentamiento HZ.

- 30 En la zona de calentamiento, la corriente gaseosa de eductos 62 es conducida a lo largo de unos elementos de calentamiento, de manera tal que la temperatura es aumentada. Los elementos de calentamiento pueden estar constituidos en este caso de manera preferida igual a como se ha descrito en el documento DE 10 2005 046 703 A1.

La temperatura alcanzada debe ser en este caso más alta que la necesaria para la reacción.

Esta corriente gaseosa de eductos 62, calentada y reducida de presión de esta manera, es introducida en la zona de reacción RZ del reactor.

- 35 La corriente gaseosa de eductos 61 es calentada por medio de la unidad intercambiadora de calor "más fría" WT2, que de manera preferida se compone de un acero o de un acero inoxidable, a la que le sigue la unidad intercambiadora de calor WT1 y a la que está sometido el gas de productos, que ya está algo más frío.

La corriente gaseosa de eductos 61 es llevada a la zona de reacción después del calentamiento en la unidad intercambiadora de calor WT2 a través de una o varias toberas 67.

- 40 La temperatura de la corriente gaseosa de eductos 61 después de un calentamiento en la unidad intercambiadora de calor WT2 es, en tal caso, más pequeña que la temperatura necesitada para la reacción.

La corriente gaseosa de eductos 61 contiene el hidrógeno que es necesario para la reacción en RZ.

- 45 Puesto que la corriente de productos en la unidad intercambiadora de calor WT1 ya había sido enfriada suficientemente, el empleo de un acero para la unidad intercambiadora de calor WT2 no es peligroso en cuanto a la técnica de procesos.

Por motivos del rendimiento de espacio y tiempo, el reactor de conversión se hace funcionar en la región de altas presiones.

Las corrientes de eductos individuales, así como también la corriente de productos, tienen por lo tanto también una sobrepresión.

5 Por lo tanto, es ventajoso que el intercambiador de calor, en particular el intercambiador de calor de acero (inoxidable) en el que se disponen las envolventes soportadoras de presión del reactor 65, puesto que los intercambiadores de calor deben tener entonces solamente una pequeña resistencia mecánica, y un sitio ligeramente no estanco posiblemente presente junto a los intercambiadores de calor no puede significar ninguna salida de productos o incluso ningún riesgo para la seguridad.

10 De manera preferida, a través de otra tobera central, que había sido colocada junto al fondo de la zona de reacción, la corriente gaseosa desorbida es inyectada como una tercera corriente de eductos 63.

Un correspondiente dispositivo con una tobera central adicional se representa esquemáticamente en la Fig. 7.

Mediante la tobera central 77 la corriente gaseosa desorbida 73 es introducida de manera preferida, sin ningún precedente calentamiento, en forma gaseosa en el reactor.

15 La corriente de eductos, que contiene tetracloruro de silicio 72, es conducida hasta la zona de calentamiento a lo largo de la pared interna del alojamiento 75 estable frente a la presión, después de haber pasado por un primer elemento cilíndrico de desviación 79, hasta la zona de calentamiento, en la que se encuentra por lo menos un elemento de calentamiento 78 calentado de una manera activa. Por ejemplo, este elemento de calentamiento puede ser ejecutado como un sistema de calefacción por resistencia eléctrica, pero también se pueden concebir unos
20 métodos de calentamiento inductivos.

Los elementos de calentamiento pueden encontrarse distribuidos individualmente sobre el radio, o se pueden componer también de una banda de calefacción en forma de meandro que forma un anillo global, o se pueden componer de varios anillos parciales de calefacción en forma de meandro. Una descripción más detallada de un elemento de calefacción en forma de meandro es reproducida en el documento de solicitud de patente internacional
25 WO 03/073794 A1.

Un elemento cilíndrico de desviación se puede componer, sin quedar limitado a esto, por ejemplo a base de un sencillo cilindro hueco. Un elemento de desviación provoca una modificación de la dirección de circulación principal del gas en torno a 180°.

30 La mencionada corriente de eductos es conducida a lo largo de los mencionados elementos de calentamiento, y de esta manera es calentada a una temperatura más alta. Después de esto, la corriente de eductos pasa por un segundo elemento cilíndrico de desviación 79. Tan solo después de haber pasado por un tercer elemento de desviación 79, a la corriente de eductos que contiene tetracloruro de silicio se le añade a través de un circuito de toberas 76 otra corriente gaseosa de eductos 71 que contiene hidrógeno. Aquí comienza la zona de reacción del dispositivo, en la que las dos corrientes de eductos se mezclan y reaccionan para dar el deseado producto.

35 Después de haber pasado por otros dos elementos cilíndricos de desviación 79, a esta corriente gaseosa se le añade otra corriente gaseosa de eductos, a saber la corriente gaseosa desorbida 73, que contiene diclorosilano, a través de una tobera 77 colocada centralmente en la zona de reacción. Todos los componentes de las corrientes gaseosas de eductos pueden realizar aquí unos con otros las deseadas reacciones, antes de que ellos abandonen como una corriente de productos 74 la zona de reacción en dirección a la primera unidad intercambiadora de calor.

40 La temperatura en la zona de reacción (RZ), en la que se ajusta el equilibrio químico de la reacción, se establece a partir de la temperatura de mezclado de la suma de las corrientes de eductos de tetracloruro de silicio e hidrógeno de la que se resta la energía endotérmica, que se necesita para la reacción de tetracloruro de silicio e hidrógeno para dar triclorosilano y HCl.

45 La corriente gaseosa procedente de la desorción es introducida en el reactor de manera especialmente preferida a través de la tobera central 73.

De esta manera, se aumenta la selectividad relativa hasta un 165 %, referida a la conversión sin utilización de DCS.

La selectividad relativa es establecida por la proporción molar del triclorosilano al tetracloruro de silicio.

ES 2 466 190 T3

Una condición previa es que en la parte de deposición se haya utilizado una saturación con clorosilanos de 25 %, mejor de 30 %.

Con una saturación en la parte de deposición de menos que un 20 % la selectividad relativa en la parte de conversión se reduce de una manera drástica.

5

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un polisilicio, que comprende
- 5 a) un proceso de deposición de un silicio policristalino sobre unos filamentos en un reactor de deposición mediante un gas de reacción que contiene un componente que contiene silicio, el cual comprende triclorosilano, e hidrógeno, siendo por lo menos de 25 % la saturación molar del componente que contiene silicio en lo que se refiere al hidrógeno;
- b) la aportación de un gas de salida que sale del proceso de deposición a un dispositivo para el enfriamiento del gas de salida,
- 10 i) siendo conducidos los componentes que se condensan por medio del enfriamiento, del gas de salida que contiene a un dispositivo, que hace posible una purificación por destilación del material condensado, y
- ii) siendo aportados los componentes, que no se condensan al realizar el enfriamiento, a una unidad de adsorción o respectivamente de desorción;
- c) obteniéndose una primera corriente de materiales, purificada por adsorción, de aquellos componentes que no se condensan, cuya corriente contiene hidrógeno; y
- 15 d) obteniéndose, durante una regeneración de la unidad de adsorción mediante un proceso de desorción y un proceso de barrido con un gas de barrido, una segunda corriente de materiales de aquellos componentes que no se condensan, cuya corriente contiene tetracloruro de silicio y es aportada a un convertidor para la conversión de tetracloruro de silicio en triclorosilano..
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el gas de salida es enfriado en b) hasta una temperatura más pequeña o igual que $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, de manera preferida a una temperatura más pequeña que el punto de rocío del HCl en el caso de un correspondiente contenido de HCl en el gas de salida y una correspondiente presión.
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el convertidor comprende un reactor y un tramo de enfriamiento, y la segunda corriente de materiales de la desorción de acuerdo con d) se introduce en el convertidor entre el reactor y el tramo de enfriamiento, y allí se mezcla con una corriente gaseosa de productos de la conversión.
- 25 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, en el que la segunda corriente de materiales de la desorción de acuerdo con d) es introducida en estado gaseoso directamente en una zona de reacción del convertidor.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, en el que en d) la corriente de materiales de la desorción se investiga para determinar la proporción de diclorosilano en la corriente de materiales, realizándose que, en el caso de que la proporción de diclorosilano en la corriente de materiales sea mayor que la proporción de la suma de triclorosilano y tetracloruro de silicio, la corriente de materiales es conducida hasta el dispositivo para el enfriamiento del gas de salida del proceso de deposición de acuerdo con b) y es mezclada con el gas de salida del proceso de deposición.
- 30 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, en el que la temperatura es aumentada durante la desorción con una velocidad más pequeña que $0,9\text{ }^{\circ}\text{K}/\text{min}$.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, en el que el hidrógeno procedente de la primera corriente de materiales, purificada de acuerdo con c) por adsorción, se utiliza como gas de reacción en el proceso de deposición de acuerdo con a).
- 40 8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, en el que el hidrógeno procedente de la primera corriente de materiales, purificada de acuerdo con c) por adsorción, se utiliza como gas de barrido en el proceso de desorción de acuerdo con d).
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 8, en el que la saturación molar de los componentes que contienen silicio en lo que se refiere al hidrógeno en la etapa a) es de por lo menos un 30 %;
- 45

Fig. 1

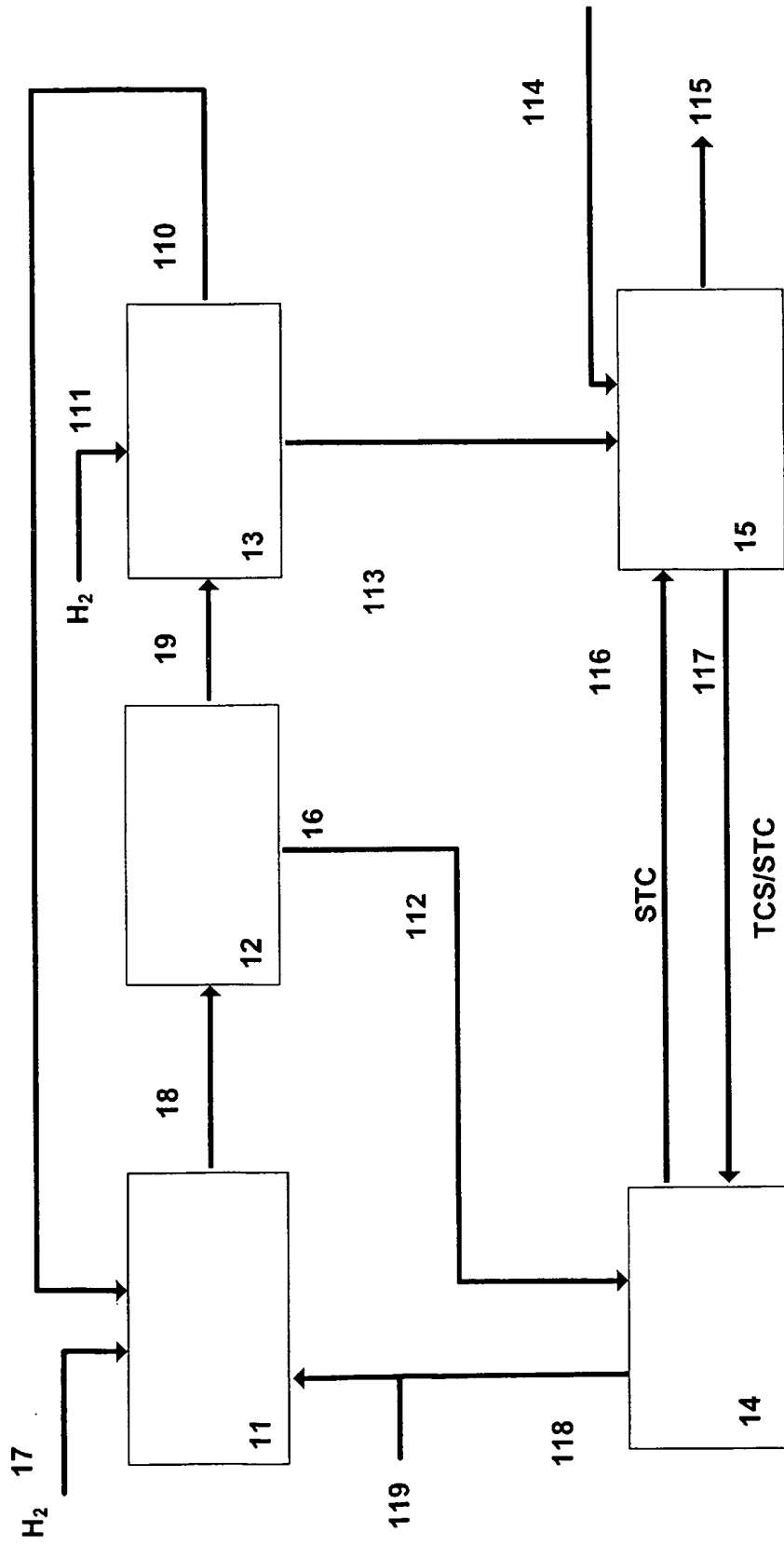


Fig. 2

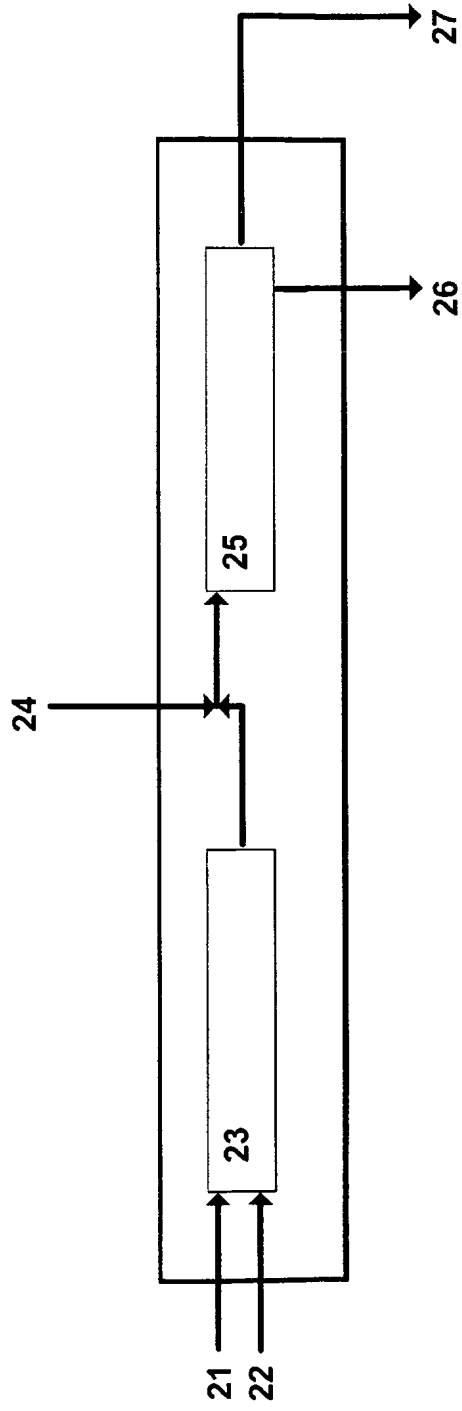
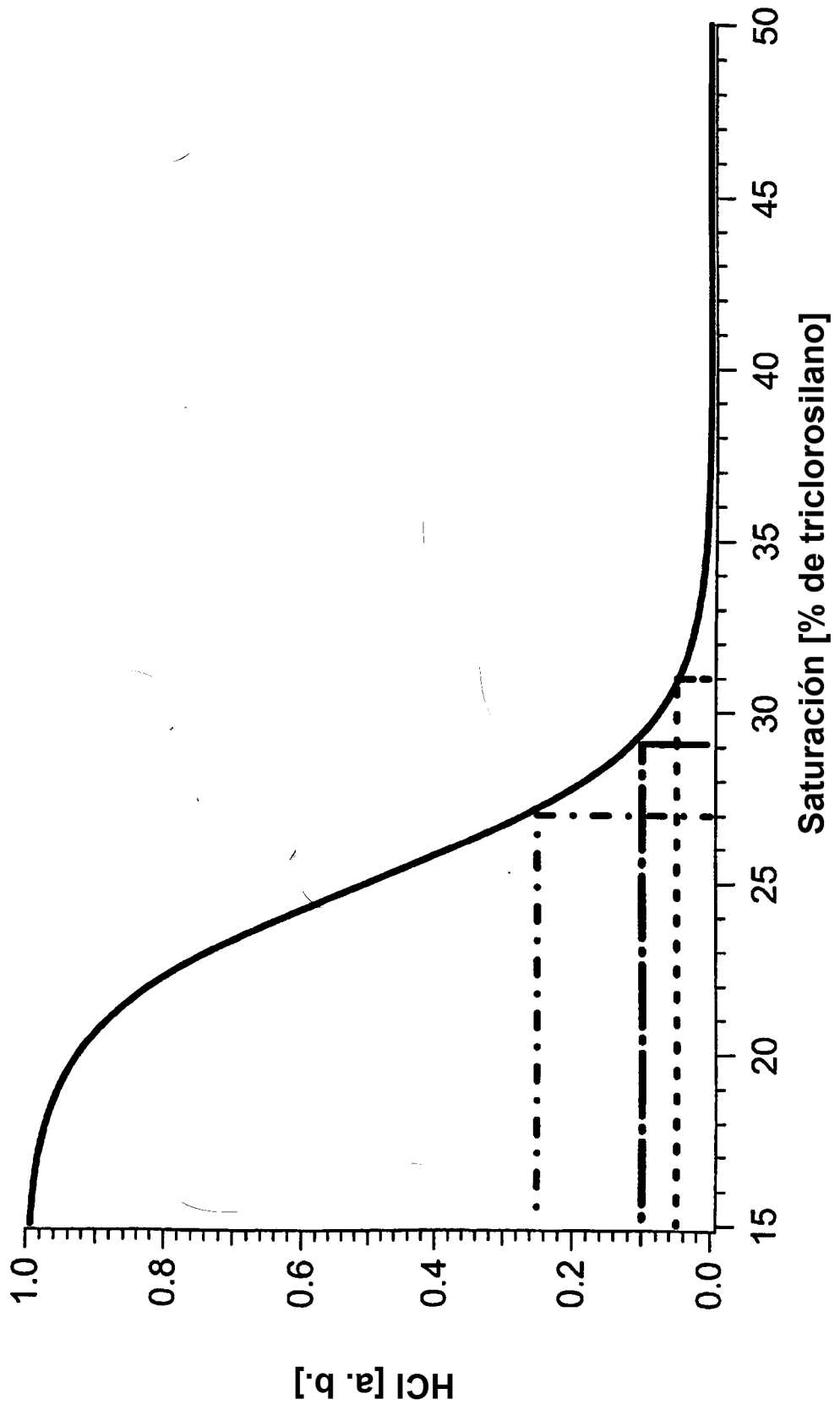


Fig. 3



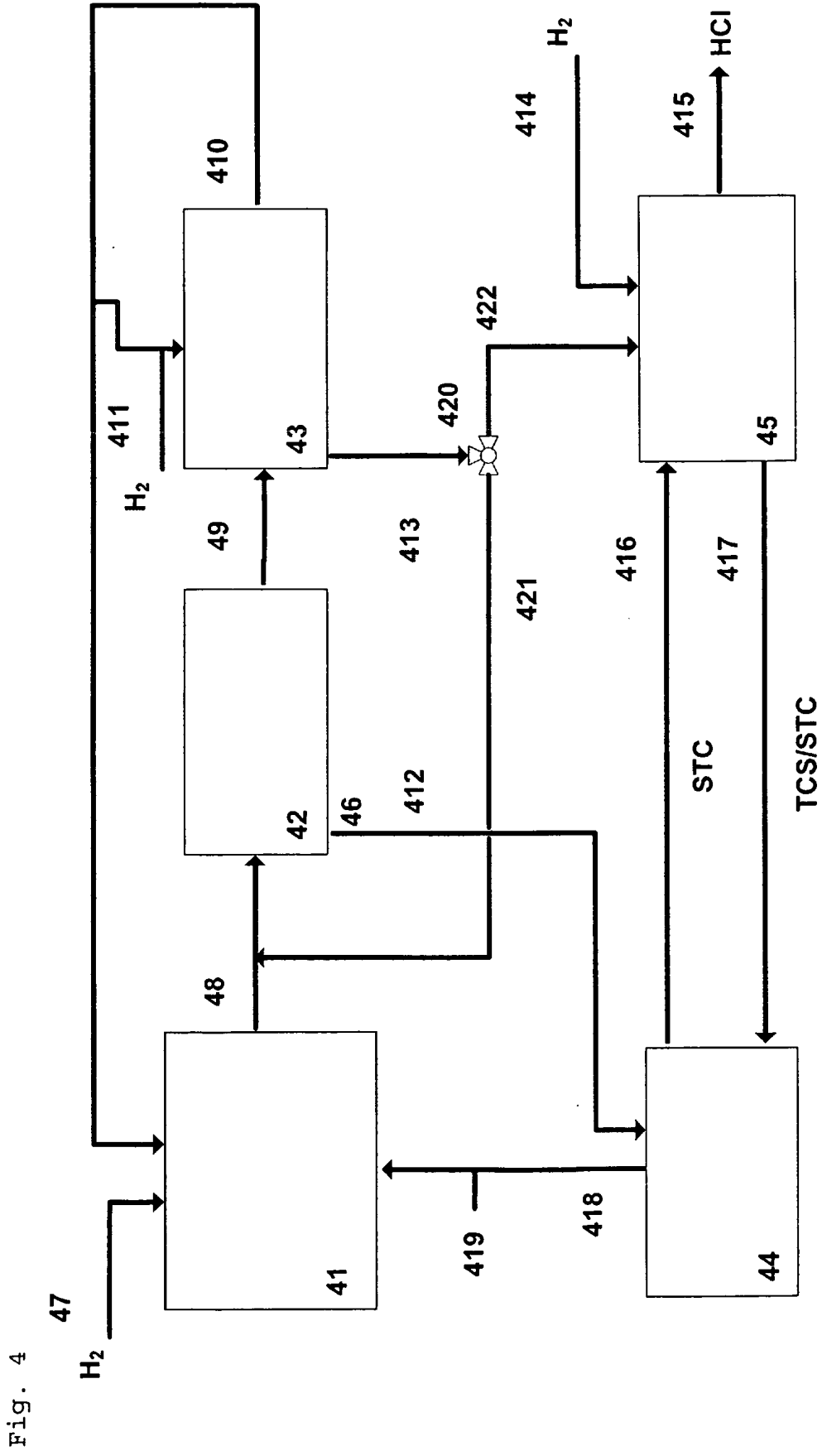
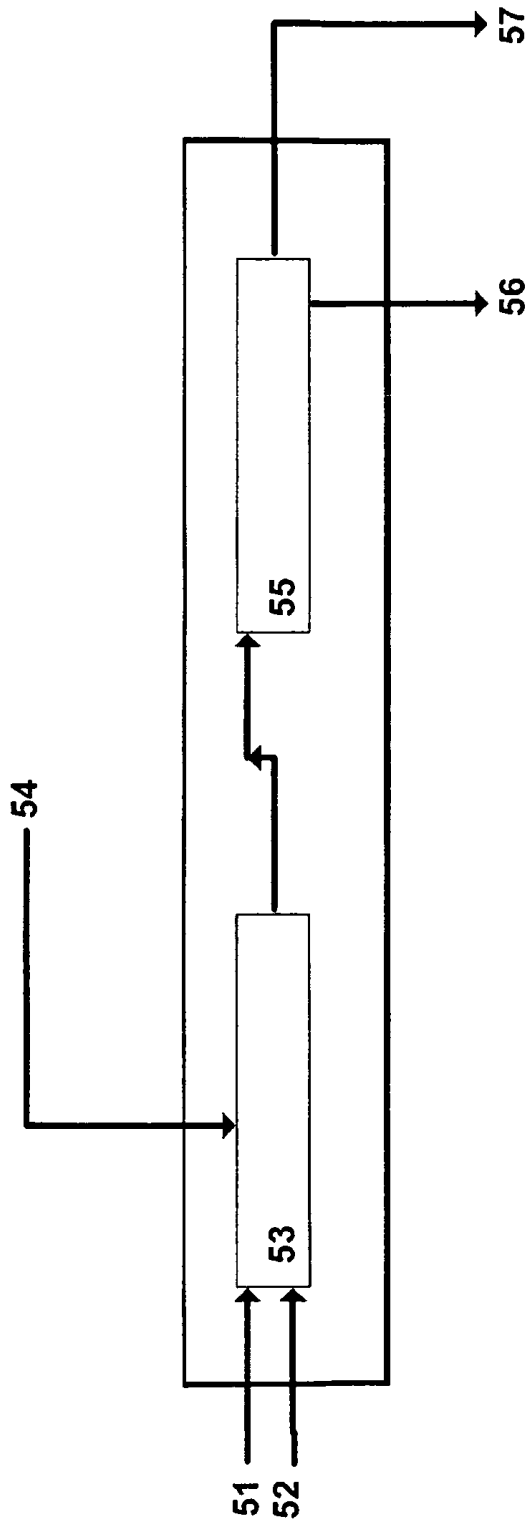


Fig. 5



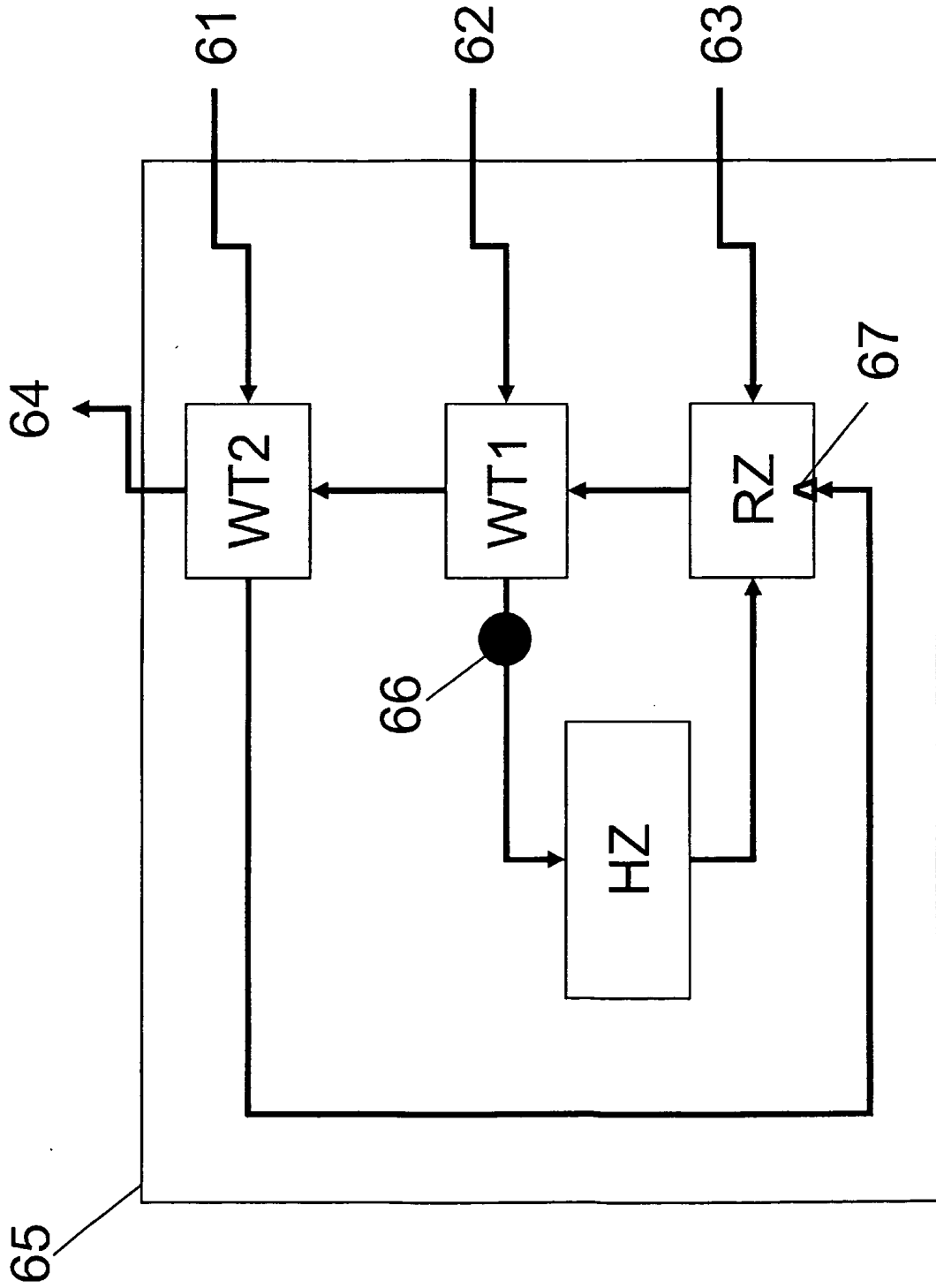


Fig. 6

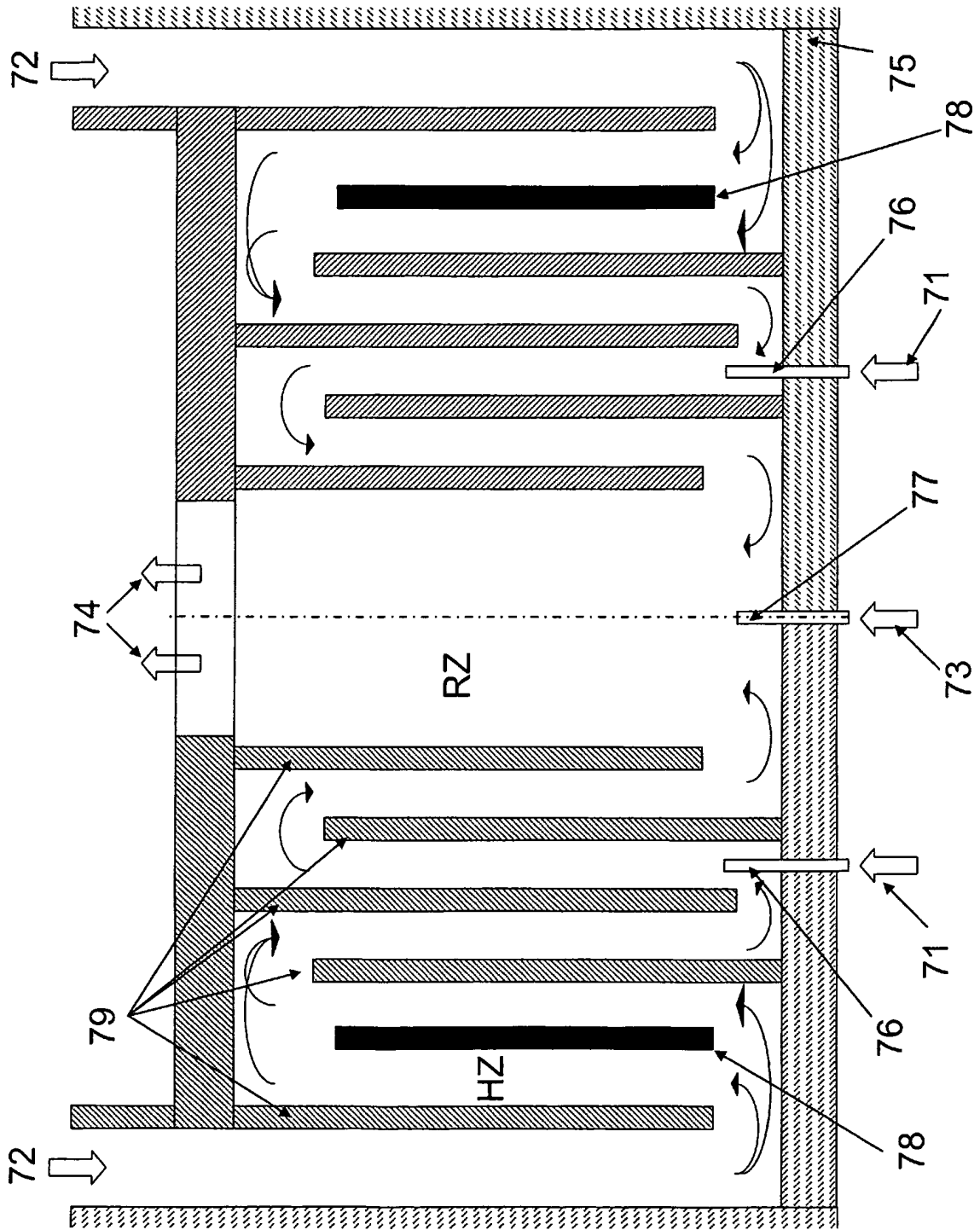


Fig. 7