

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 523 940**

51 Int. Cl.:

C01B 33/02 (2006.01)

C01B 33/035 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

H01L 31/0368 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2012** **E 12196073 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.09.2014** **EP 2607310**

54 Título: **Silicio policristalino**

30 Prioridad:

21.12.2011 DE 102011089479

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

02.12.2014

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BAUMANN, ROBERT, DR.;;
HÖLZL, ROBERT, DR. y
WEICHSELGARTNER, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 523 940 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

Silicio policristalino

Es objeto del invento un fragmento de silicio policristalino.

5 A la escala industrial el silicio en bruto se obtiene mediante la reducción del dióxido de silicio con carbono en un horno de arco eléctrico a unas temperaturas de aproximadamente 2.000 °C.

En este caso se obtiene el denominado silicio metalúrgico (Si_{mg} , en inglés "metallurgical grade" [de calidad metalúrgica]) con una pureza de aproximadamente 98-99 %.

Para usos en las industrias fotovoltaica y microelectrónica, el silicio metalúrgico debe de ser purificado.

10 Para esto, él es convertido químicamente con cloruro de hidrógeno gaseoso a 300-350 °C, dentro de un reactor de capa turbulenta, en un compuesto gaseoso que contiene silicio, por ejemplo el monosilano o un halógeno-silano tal como p.ej. el triclorosilano. A continuación de esto siguen unas etapas de destilación, con el fin de purificar el compuesto gaseoso que contiene silicio.

Este compuesto gaseoso que contiene silicio, que ha sido purificado, sirve entonces como sustancia de partida para la producción de un silicio policristalino muy puro.

15 El silicio policristalino, con frecuencia denominado abreviadamente también polisilicio, es producido usualmente mediante el proceso de Siemens. En este caso, en un reactor en forma de campana ("reactor de Siemens") unas delgadas barras filamentosas constituidas a base de silicio son calentadas mediante el paso directo de la corriente eléctrica, siendo introducido 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 el monosilano o un halógeno-silano con la composición general SiH_nX_{4-n} ($n = 0, 1, 2, 3$; $X = Cl, Br, I$). De manera preferida se trata de un clorosilano y de manera especialmente preferida del triclorosilano. Predominantemente, el SiH_4 o el $SiHCl_3$ (triclorosilano, TCS) se emplean en una mezcla con hidrógeno.

25 En el caso del proceso de Siemens, las barras filamentosas se encajan usualmente en posición vertical en unos electrodos que se encuentran situados junto al fondo del reactor, a través de los cuales se efectúa la conexión al sistema de abastecimiento de corriente eléctrica. En cada caso dos barras filamentosas están acopladas a través de un puente horizontal (asimismo constituido a base de silicio) y forman un cuerpo de soporte para la deposición de silicio. Mediante el acoplamiento con el puente se genera la típica forma de U de los cuerpos de soporte, que se denominan también barras delgadas.

30 Junto a las barras calentadas y junto al puente se deposita un polisilicio, con lo que el diámetro de la barra va creciendo con el tiempo (lo que se denomina CVD, acrónimo de Chemical Vapour Deposition = deposición química desde la fase de vapor / deposición desde la fase gaseosa).

35 Después de haberse terminado la deposición, estas barras de polisilicio se transforman de modo usual mediante un tratamiento mecánico en unos fragmentos de diferentes clases de tamaños, eventualmente se someten a una limpieza química en húmedo y finalmente se empaquetan.

El polisilicio puede sin embargo ser transformado también a la forma de barras o de trozos de barras. Esto es válido en particular para la utilización del polisilicio en el caso de un procedimiento de FZ, en el que a partir de una barra policristalina se produce un monocristal.

40 Un silicio policristalino (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 de CZ) o mediante una fusión por zonas (procedimiento de zona de flotación o de FZ).

Este silicio monocristalino es separado en discos (obleas) y después de un gran número de tratamientos mecánicos, químicos y quimio-mecánicos es utilizado en la industria de los semiconductores para la producción de unos elementos constructivos electrónicos (conocidos por la palabra inglesa "chips")

45 En particular, sin embargo, un silicio policristalino es necesario para la producción de un silicio mono- o multicristalino mediante un procedimiento de estiramiento o de moldeo por colada, sirviendo este silicio mono- o multicristalino para la producción de unas celdas solares destinadas a la industria fotovoltaica.

Puesto que las exigencias de calidad establecidas para un polisilicio se están haciendo cada vez más altas, son indispensables unos controles de calidad durante toda la cadena de procesos. El material se investiga en lo que se refiere a las contaminaciones con metales o con sustancias dopantes. Hay que diferenciar entre la contaminación en la masa (en inglés "bulk") y la contaminación junto a la superficie de los fragmentos o trozos de barras de polisilicio.

También es usual transformar el polisilicio producido en un material monocristalino con la finalidad de efectuar el control de la calidad. En este caso, el material monocristalino es investigado. También en este caso desempeñan un cometido especial las contaminaciones con metales, que han de ser estimadas como especialmente críticas en los procesos de los clientes en la industria de los semiconductores. Es investigado el silicio, sin embargo, también en lo que se refiere al carbono así como a unas sustancias dopantes tales como aluminio, boro, fósforo y arsénico.

El documento de solicitud de patente alemana DE 10 2011 077455 A1 divulga un procedimiento para la determinación de impurezas en un silicio, que comprende las etapas de depositar un silicio policristalino sobre por lo menos una barra filamentosa que es abastecida con corriente eléctrica mediante un electrodo y es calentada mediante el paso directo de la corriente eléctrica, por medio de la introducción de un gas de reacción que contiene un componente con un contenido de silicio en un reactor de CVD, estando cubierta con un recubrimiento a base de silicio una placa de fondo del reactor de CVD, sobre la cual está dispuesto el por lo menos un electrodo para el abastecimiento con corriente eléctrica de la por lo menos una barra filamentosa; producir una barra a base de un silicio monocristalino a partir de la barra de silicio policristalina que se ha depositado mediante un estiramiento por zonas; e investigar a la barra de silicio monocristalina para detectar la existencia de impurificaciones por medio de unas mediciones de la fotoluminiscencia.

Las sustancias dopantes se analizan mediante la fotoluminiscencia de acuerdo con la norma SEMI MF 1398 en un monocristal de FZ producido a partir del material policristalino (norma SEMI MF 1723). Alternativamente pasa a emplearse una FTIR a baja temperatura (norma SEMI MF 1630).

La FTIR (normas SEMI MF 1188, SEMI MF 1391) hace posible la determinación de las concentraciones de carbono y de oxígeno.

Los fundamentos del procedimiento de FZ han sido descritos por ejemplo en el documento DE-3007377 A.

En el caso del procedimiento de FZ, una barra de reserva policristalina se funde gradualmente con ayuda de una bobina de alta frecuencia y el material líquido fundido se transforma en un monocristal por inoculación con un cristal de inoculación monocristalino y por subsiguiente recristalización. Al realizar la recristalización, el diámetro de los monocristales resultantes aumenta primeramente en forma cónica (formación de un cono) hasta que se alcance un diámetro final deseado (formación de una barra). En la fase de la formación de un cono, el monocristal debe de ser también sustentado mecánicamente, con el fin de descargar al delgado cristal de inoculación.

Además de esto, el silicio que ha sido estirado para formar el monocristal con finalidades analíticas es investigado en lo que se refiere a la duración de vida útil de sus portadores de cargas eléctricas. Pasan a emplearse en este caso diferentes técnicas de medición, p.ej. según la norma SEMI PV9.

La duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas desempeña un cometido decisivo en el caso del uso del silicio policristalino en el sector de los semiconductores así como también en el sector fotovoltaico, con el fin de garantizar un grado de rendimiento lo más alto que sea posible de las piezas constructivas y componentes.

El documento DE 10 2005 044 328 A1 divulga un material de silicio policristalino con una duración de vida útil de 2 a 500 μ s (microsegundos). Para la producción del material de silicio policristalino pasa a emplearse el proceso de Siemens, utilizándose como silano gaseoso un triclorosilano o un monosilano que tiene por lo menos 10 y a lo sumo 1.000 ppb (partes por mil millones) de boro. El material de silicio policristalino es utilizado para la obtención de energía solar.

Según ese documento DE 10 2005 044 328 A1, la pureza de un silano con calidad para semiconductores está situada en menos que 10 ppb de boro. Por lo demás la suma de Fe, Cu, Ni, Cr, Zn y Na es de 5 ppb o menos (según el método ICP), la cantidad de donantes en Al y B es de 0,1 ppb o menos (por fotoluminiscencia) y la duración de vida útil es de 1.000 μ s o más (norma ASTM F28-91).

El documento de patente europea EP 0 345 618 B1 divulga una barra de silicio policristalina con menos que 15 ppta (partes por trillón en átomos) de boro y menos que 20 ppta de fósforo. A partir de una barra de este tipo se puede producir mediante un procedimiento de zonas de flotación un silicio monocristalino que tiene una resistencia eléctrica específica de por lo menos 10.000 Ohmcm y una duración de vida útil de por lo menos 10.000 μ s.

La producción de la barra de silicio policristalina se efectúa mediante el proceso de Siemens. La barra de silicio policristalina contiene menos que 5 ppta de aluminio y menos que 0,1 ppma (partes por millón en átomos) de carbono. La barra filamentosa contiene menos que 0,2 ppba de boro (partes por mil millones en átomos) y menos que 0,2 ppba de fósforo.

- 5 En el caso del proceso de Siemens en ese documento EP 0 345 618 B1 se utiliza de manera preferida el monosilano. Esto está fundamentado en el hecho de que el boro y el fósforo pueden ser separados con facilidad con respecto del monosilano. Por el contrario, el triclorosilano no permite efectuar ninguna destilación efectiva, puesto que los agentes adsorbentes utilizados en este caso contaminan con aluminio al triclorosilano.

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

- 10 El problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino, que ha sido depositado a partir del triclorosilano sobre una barra filamentosa constituida a base de silicio, con unas concentraciones de sustancias dopantes de
1-10 ppta de boro,
1-20 ppta de fósforo,
15 1-10 ppta de arsénico,
0,01-1 ppta de aluminio
así como con una duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas de por lo menos 2.000 y a lo sumo de 4.500 μ s.

- 20 El silicio policristalino conforme al invento tiene una concentración extremadamente baja de sustancias dopantes, en particular una baja concentración de aluminio y al mismo tiempo una duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas que es relativamente alta.

De manera preferida la concentración de fósforo es de 1-10 ppta.

De manera preferida la concentración de boro es de 1-5 ppta.

De manera preferida la concentración de arsénico es de 1-5 ppta.

- 25 Las concentraciones de las sustancias dopantes se determinan de la siguiente manera:

Crecimiento de un monocristal mediante el procedimiento de FZ a partir de una muestra de núcleo del silicio policristalino, separación de un trozo de barra, ataque químico con una mezcla de HF/HNO₃ y fotoluminiscencia.

El silicio policristalino se distingue además de ello por las siguientes concentraciones de metales en su interior (en la masa):

- 30 Fe 10-100 pptw (partes por trillón en peso), de manera preferida 10-60 pptw, de manera muy especialmente preferida 10-40 pptw

Cu 10-250 pptw, de manera preferida 10-100 pptw, de manera muy especialmente preferida 10-50 pptw

Ni 1-20 pptw, de manera preferida 1-10 pptw

Cr 0,1-10 pptw, de manera preferida 0,1-2 pptw

- 35 Zn 1-20 pptw, de manera preferida 1-4 pptw

Na 10-1.000 pptw, de manera preferida 10-700 pptw, de manera muy especialmente preferida 10-400 pptw.

La concentración de Fe, Cu, Ni, Cr, Zn y Na asciende en la suma a menos que 1.400 pptw, de manera preferida a 35-850 pptw, de manera muy especialmente preferida a 35-550 pptw.

- 40 Las concentraciones de metales se determinan mediante un INAA en una muestra (atacada químicamente con una mezcla de HF/HNO₃), compárese la norma SEMI PV10-1110.

El INAA (acrónimo de Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse = análisis instrumental por activación de neutrones) se refiere a unas reacciones que se realizan en el núcleo de los átomos. Los átomos de la muestra que se ha de investigar son activados mediante una radiación de neutrones. Durante la irradiación en el reactor se capturan neutrones desde una parte de los núcleos de los átomos - con ello se forman unos isótopos inestables. La

medición de la radiación que se pone en libertad al realizarse su desintegración radiactiva permite sacar conclusiones sobre el tipo y la cantidad de los elementos que están presentes en la muestra sometida a análisis.

- 5 La duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas se determina de acuerdo con la norma SEMI PV9-0611 ("Test Method for Excess Charge Carrier Decay in PV Silicon Materials by Non-Contact Measurements of Microwave Reflectance After a Short Illumination Pulse" [Método de ensayo para la debilitación de los portadores de cargas eléctricas en exceso en unos materiales de PV silicón mediante unas mediciones sin contacto de la reflectancia de las microondas después de un corto impulso de iluminación]).

Producción del silicio policristalino

a) Preparación del triclorosilano / destilación

- 10 El silicio policristalino es producido a partir de una reacción del triclorosilano con hidrógeno en un reactor de Siemens. El TCS es producido principalmente a través de tres diferentes procedimientos.

A) $\text{Si} + 3 \text{HCl} \rightarrow \text{SiHCl}_3 + \text{H}_2 + \text{productos secundarios}$

B) $\text{Si} + 3 \text{SiCl}_4 + 2 \text{H}_2 \rightarrow 4 \text{SiHCl}_3 + \text{productos secundarios}$

C) $\text{SiCl}_4 + \text{H}_2 \rightarrow \text{SiHCl}_3 + \text{HCl} + \text{productos secundarios}$

- 15 En los casos de estos procesos, junto a otros productos secundarios u otras impurezas resultan unas cantidades más grandes del diclorosilano (DCS).

Así, es conocido que en el caso de la hidroclicación de un silicio metalúrgico de acuerdo con **(A)** está contenido en el producto de reacción aproximadamente 0,1 - 1,0 % de DCS.

- 20 La reacción de un silicio metalúrgico con el tetracloruro de silicio (STC) y con hidrógeno de acuerdo con **(B)** proporciona por regla general unos contenidos de DCS todavía más altos en el producto de reacción, en particular cuando se utiliza cobre como catalizador para este proceso.

También en el caso de la hidrogenación del STC de acuerdo con **(C)** se encuentra en el producto de reacción 0,05-1,0 % de DCS.

Por consiguiente, los productos de reacción son unas mezclas de clorosilanos que contienen TCS, DCS y STC.

- 25 Estas mezclas de clorosilanos son purificadas mediante un procedimiento de destilación en varias columnas de destilación. Es conocido que las mezclas tienen un cierto contenido de boro.

- 30 Al realizar la destilación, unos compuestos de boro que hierven a bajas temperaturas se derivan desde las columnas de destilación mediante unas corrientes de cabezas que contienen un DCS enriquecido con boranos y unos compuestos de boro que hierven a más altas temperaturas mediante una corriente de sumidero enriquecida con boranos, que contiene unos compuestos que hierven a altas temperaturas procedentes de las columnas de destilación.

De manera preferida, la mezcla de clorosilanos que ha sido puesta a disposición es producida mediante una reacción de un silicio metalúrgico con HCl en un reactor de capa turbulenta a 350-400 °C.

- 35 De manera preferida, la mezcla de clorosilanos es aportada a una primera columna de separación, estando contenidos, en una primera fracción procedente de esta columna de separación, menos que 10 ppm de STC y, en una segunda fracción procedente de esta columna de separación, menos que 10 ppm de TCS.

De manera preferida, la segunda fracción procedente de la columna de separación es aportada a una segunda columna y es separada por destilación en una corriente de cabeza que contiene STC y en una corriente de sumidero enriquecida en boranos, que contiene compuestos que hierven a altas temperaturas.

- 40 La primera fracción procedente de la columna de separación es aportada de manera preferida a una tercera columna y es separada por destilación en una corriente de sumidero, que contiene TCS, y en una corriente de cabeza enriquecida en boranos, que junto a TCS contiene unos compuestos que hierven a bajas temperaturas tales como DCS.

5 La corriente de cabeza que contiene TCS y unos compuestos que hierven a bajas temperaturas tales como DCS procedente de la tercera columna, es conducida de manera preferida a una cuarta columna, siendo alimentado un gas inerte, siendo retirada una corriente de cabeza procedente de la cuarta columna, que contiene DCS enriquecido con boranos, siendo aportada de nuevo a la columna de separación una corriente de sumidero procedente de la cuarta columna y siendo evacuado desde la cuarta columna un gas de salida que contiene una corriente secundaria.

Esa cuarta columna se hace funcionar de manera preferida con sobrepresión.

10 De manera preferida la corriente de cabeza procedente de la tercera columna, que contiene TCS y unos compuestos que hierven a bajas temperaturas, tales como DCS, es licuada antes de la aportación a la cuarta columna.

Las etapas esenciales son la producción de unos clorosilanos, de manera preferida TCS, mediante una hidroclicloración de un silicio metalúrgico, la purificación por destilación de los clorosilanos y la separación de unas fracciones de DCS y STC fuertemente impurificadas con boro a partir de esta mezcla de clorosilanos.

15 Por consiguiente, las impurezas de boro que hierven a más altas temperaturas se aumentan de concentración en una corriente parcial de STC, y los compuestos de boro que hierven a bajas temperaturas se aumentan de concentración en una corriente parcial de DCS.

El triclorosilano purificado de esta manera tiene un contenido de boro extremadamente bajo.

Antes de que el triclorosilano purificado sea puesto en libertad para su utilización en un reactor con el fin de depositar el silicio policristalino, se efectúa una medición del contenido de sustancias dopantes en el triclorosilano.

20 El TCS utilizado para la deposición debe de cumplir las siguientes condiciones:

El TCS ha de tener a lo sumo 20 ppta de boro, a lo sumo 90 ppta de fósforo, menos que 20 ppta de arsénico y menos que 1 ppta de aluminio.

De manera preferida, el TCS ha de contener 1-20 ppta de boro.

De manera preferida, el TCS ha de contener 1-90 ppta de fósforo.

25 De manera preferida, el TCS ha de contener 1-20 ppta de arsénico.

De manera preferida, el TCS ha de contener de 0,01 a 1 ppta de aluminio.

30 La determinación de la concentración de sustancias dopantes en el TCS se efectúa de una manera indirecta mediante una deposición de ensayo en un pequeño reactor de ensayo de Siemens, utilizándose ese TCS como el componente que contiene silicio. El polisilicio depositado en tal caso es transformado ulteriormente por crecimiento de un monocristal mediante un procedimiento de FZ a partir del silicio policristalino y por separación de un trozo de barra. Después de una etapa de ataque químico con una mezcla de HF/HNO₃ se efectúa una medición de la concentración de sustancias dopantes mediante la fotoluminiscencia. Con el fin de asegurar que el TCS cumpla las condiciones más arriba mencionadas, el TCS que ha sido purificado mediante un procedimiento de destilación puede ser rellenado en un depósito durante el análisis mediante una deposición de ensayo, siendo dejado libre el depósito tan sólo después de tenerse a la vista el resultado del ensayo para la deposición de un silicio policristalino.

35 Mediante la vigilancia al 100 % del triclorosilano se puede asegurar una calidad invariable del silicio policristalino que se ha producido.

b) Deposición de ensayo para la vigilancia de las sustancias dopantes en el triclorosilano

40 En el caso de la deposición de ensayo, un silicio policristalino se deposita mediante utilización del TCS que ha de ser investigado.

Para esto, se utiliza un reactor, que comprende barras filamentosas, las cuales son abastecidas con corriente eléctrica mediante un electrodo y son calentadas mediante un paso directo de la corriente eléctrica. Mediante una introducción del TCS y de hidrógeno se deposita un silicio policristalino junto a las barras filamentosas.

45 Es importante asegurarse de que el polisilicio no sea contaminado durante la deposición. Solamente de esta manera permite la deposición de ensayo sacar una conclusión exacta acerca de la pureza del TCS utilizado.

Con esta finalidad, un plato o fondo del reactor, sobre el que están dispuestos los electrodos para el abastecimiento con corriente eléctrica de las barras filamentosas, está cubierto con silicio.

De manera preferida se trata en este caso de un silicio con un contenido definido y lo más bajo que sea posible de sustancias dopantes.

5 De manera preferida se trata de un silicio con las siguientes concentraciones de sustancias dopantes:

Boro como máximo 10 ppta y fósforo como máximo 20 ppta.

De manera preferida, el silicio contiene, además de esto, como máximo 20 ppta de aluminio y como máximo 20 ppta de arsénico.

10 Después de la deposición, la barra de silicio policristalina se saca desde el reactor. A partir de una muestra del núcleo de la barra de polisilicio se produce un monocristal mediante un estiramiento por zonas. Este monocristal o respectivamente un trozo de barra que se ha separado desde éste, es investigado a continuación en cuanto a la existencia de impurificaciones, en particular a base de impurificaciones con sustancias dopantes. Después de una etapa de ataque químico con una mezcla de HF/HNO₃ se efectúa una medición de la concentración de sustancias dopantes mediante la fotoluminiscencia.

15 Los límites de detección para las sustancias dopantes están situadas en aproximadamente 1 ppta.

c) Deposición del silicio policristalino

20 En el caso de que la determinación de las concentraciones de sustancias dopantes en el TCS después de la deposición de ensayo, establezca que el TCS cumple las condiciones más arriba mencionadas en lo que se refiere a los contenidos de boro, fosforo, arsénico y aluminio, éste puede ser utilizado para la deposición del silicio policristalino conforme al invento. La deposición se efectúa en un habitual proceso de Siemens.

El reactor de Siemens comprende unas conducciones de aportación para la aportación de los gases de reacción (TCS e hidrógeno) al reactor así como unas conducciones de evacuación para la evacuación del gas de salida que resulta al realizar la deposición.

25 Después de haberse terminado la deposición, que consiste en que las barras de silicio son enfriadas a la temperatura ambiente, el reactor es abierto y las barras de silicio son sacadas desde el reactor.

A partir de la apertura del reactor y durante el desmontaje de las barras de silicio se hace que un gas inerte barra a las conducciones de aportación y de evacuación. Como un gas inerte se puede utilizar nitrógeno o un gas noble tal como argón.

30 El barrido con un gas inerte ha sido descrito de una manera detallada en el documento de patente de los EE.UU. US 7.927.571, al que se hace aquí referencia en su pleno alcance.

Junto al más bajo nivel de fósforo, se asegura de esta manera que no se pueda incorporar en el proceso nada de humedad. Esto impide una corrosión u otro tipo de incorporación de metales dentro del silicio policristalino.

Ejemplos

35 El TCS se utilizó en un reactor de ensayo, con el fin de investigarlo a continuación para detectar un contenido de boro y fósforo.

Se investigaron 9 tandas del TCS, que han pasado por una destilación que se ha descrito precedentemente.

Las sustancias dopantes (B, P) fueron analizadas mediante la fotoluminiscencia según la norma SEMI MF 1398 en un monocristal de FZ que se ha producido a partir del material policristalino (norma SEMI MF 1723).

La **Tabla 1** muestra los valores en ppta que se han establecido en este caso

40

Tabla 1

	P	B
#1	19,4	3,7
#2	19,1	3,0
#3	19,4	3,3
#4	21,1	3,7
#5	19,2	3,9
#6	19,2	3,4
#7	19,3	3,5
#8	19,1	3,0
#9	19,8	2,8

Excepto la muestra #4 todas las tandas de TCS cumplen la condición de que el contenido de boro en el TCS puede ascender a lo sumo a 20 ppta.

- 5 Esto se puede utilizar para la deposición del silicio policristalino conforme al invento

En cinco tandas producidas con tal TCS se determinaron las sustancias dopantes, los metales y la duración de vida.

Los contenidos de metales fueron analizados mediante un INAA según la norma SEMI PV10-1110 en una muestra producida a partir del material policristalino.

La **Tabla 2** muestra los valores en pptw que resultan en tal caso

- 10 **Tabla 2**

Elemento	#1	#2	#3	#4	#5
Na	729	936	934	899	855
Fe	74	58	98	98	44
Cu	247	149	131	41	41
Ni	15	8, 1	12,9	17	7,5
Cr	9,41	3, 1	1,6	1, 6	0,89
Zn	17,15	3,8	7,6	5,7	3,4

Además de ello se determinaron las sustancias dopantes del silicio policristalino.

La **Tabla 3** muestra los valores en ppta que resultan en tal caso

Tabla 3

Elemento	#1	#2	#3	#4	#5
P	13	14	15	16	19
B	6	5	5	6	6
As	3	6	6	4	6
Al	0,02	0,05	0,1	0,2	0,08

- 15 Para la medición la duración de vida útil, a partir del silicio policristalino se perforaron unas muestras en forma de barras con un diámetro de 19 mm y se estiraron de acuerdo con el procedimiento de FZ para formar una barra monocristalina de acuerdo con la norma ASTM Std. F1723-96. El resultante monocristal tenía un espesor de la barra de 19 mm.

- 20 La duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas se midió en el monocristal.

ES 2 523 940 T3

Se usó un procedimiento sin contacto de acuerdo con la norma SEMI PV9-0611, en el que se determina inductivamente la modificación de la conductividad eléctrica con el tiempo después de una excitación por la luz.

La **Tabla 4** muestra los valores en μs que resultan en tal caso

Tabla 4

Medición	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Duración de vida útil	2.568	2.601	2.577	2.653	2.808	3.593	4.056	2.581	2.683	2.946

5

REIVINDICACIONES

- 5 1. Silicio policristalino que ha sido depositado a partir del triclorosilano sobre una barra filamentosamente constituida a base de silicio, con unas concentraciones de sustancias dopantes de
1-10 ppta de boro,
1-20 ppta de fósforo,
1-10 ppta de arsénico,
y 0,01-1 ppta de aluminio,
10 así como con una duración de vida útil de los portadores de cargas eléctricas de por lo menos 2.000 y de a lo sumo 4.500 μ s.
2. Silicio policristalino de acuerdo con la reivindicación 1, con una concentración de fósforo de 1-10 ppta.
3. Silicio policristalino de acuerdo con la reivindicación 1 o de acuerdo con la reivindicación 2, con una concentración de boro de 1-5 ppta.
- 15 4. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, con una concentración de arsénico de 1-5 ppta.
5. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, con una concentración en la masa de Fe, Cu, Ni, Cr, Zn y Na que en la suma es más pequeña que 1.400 pptw, de manera preferida es de 35-850 pptw y de manera especialmente preferida es de 35-550 pptw.
- 20 6. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, con una concentración en la masa de Fe de 10-100 pptw.
7. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, con una concentración en la masa de Cu de 10-250 pptw.
8. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, con una concentración en la masa de Ni de 1-20 pptw.
- 25 9. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 8, con una concentración en la masa de Cr de 0,1-10 pptw.
10. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, con una concentración en la masa de Zn de 1-20 pptw.
- 30 11. Silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 10, con una concentración en la masa de Na de 10-1.000 pptw.