

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 329**

51 Int. Cl.:

B01J 3/00 (2006.01)

C01B 33/035 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.07.2014 PCT/EP2014/064851**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.02.2015 WO15014590**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2014 E 14741242 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 3027302**

54 Título: **Procedimiento para evitar la formación de deposiciones sobre una mirilla en la producción de silicio policristalino**

30 Prioridad:
29.07.2013 DE 102013214799

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.10.2017

73 Titular/es:
**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE**

72 Inventor/es:
**KLOSE, GÖRAN;
KRAUS, HEINZ y
SALZEDER, FRANZ**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 635 329 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 evitar la formación de deposiciones sobre una mirilla en la producción de silicio policristalino

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

5 Un silicio policristalino (denominado abreviadamente: polisilicio) sirve como material de partida en la producción de 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 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 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.

30 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.

La cantidad aportada se hace variar usualmente en función del diámetro de la barra, es decir aumenta por regla general con un diámetro creciente de la barra.

35 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 En el documento de patente alemana DE 102 007 047 210 A1 se divulga un procedimiento, que conduce a barras de polisilicio con una ventajosa resistencia a la flexión. Además el consumo específico de energía en este procedimiento es especialmente bajo. Según la técnica de procesos se alcanza un valor máximo de la corriente cuantitativa de la mezcla de clorosilanos en menos que 30 horas - de manera preferida en menos que 5 horas -, estando situada la temperatura junto al lado inferior del puente entre 1.300 °C y 1.413 °C.

45 En el documento DE 10 2007 023 041 A1 se describe otro procedimiento para la producción de polisilicio y ciertamente para un silicio FZ (de Float Zone). Éste prevé hasta un diámetro de la barra de 30 mm una temperatura de las barras de 950 a 1.090°C y una determinada proporción de clorosilanos en el gas de reacción, y como muy tarde después de alcanzar un diámetro de la barra de 120 mm, un reajuste 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. Unas modificaciones abruptas de las condiciones de crecimiento durante todo el período de tiempo de deposición no se deben llevar a cabo.

50 El documento de patente de los EE.UU. US 20120048178 A1 divulga un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción que contiene un componente con un contenido de silicio

5 e hidrógeno mediante una o varias toberas en un reactor que contiene por lo menos una barra filamentosamente calentada, sobre la que se deposita silicio, caracterizado por que un número de Arquímedes Ar_n , que describe las condiciones de circulación en el reactor, en dependencia del grado de llenado FG, que indica la relación de un volumen de barra a un volumen de espacios vacíos del reactor en porcentaje, para un grado de llenado FG de hasta 5% dentro de la zona limitada hacia abajo por la función $Ar = 2.000 \times FG^{-0.6}$ y hacia arriba por la función $Ar = 17.000 \times FG^{-0.9}$, y en el caso de un grado de llenado mayor que 5% en un intervalo de como mínimo 750 a como máximo 4.000.

10 El grado de llenado de un reactor indica la relación del volumen de las barras al volumen de espacios vacíos del reactor en porcentaje. El volumen de espacios vacíos del reactor es constante. El grado de llenado aumenta por lo tanto con duración creciente del proceso, puesto que aumenta el volumen de las barras.

El número de Arquímedes es dado por

15
$$Ar = \pi * g * L^3 * A_d * (T_{barra} - T_{pared}) / (2 * Q^2 * (T_{barra} + T_{pared}))$$

representando g la aceleración terrestre en m/s^2 , L la longitud de las barras filamentosas en m, Q el caudal volumétrico del gas en m^3/s en condiciones de funcionamiento (p, T), A_d la suma de todas las áreas de superficie de sección transversal en m^2 , T_{barra} la temperatura de la barra en °K y T_{pared} la temperatura de la pared en °K. La temperatura de la barra es preferiblemente de 1.150 °K a 1.600 °K. La temperatura de la pared es preferiblemente de 300 °K a 700 °K.

25 En el caso de la producción de gruesas barras de silicio policristalinas (con un diámetro >100 mm) es relativamente frecuente observar, que las barras tienen zonas con una superficie muy áspera ("Popcorn" = término inglés de palomitas de maíz). Estas zonas ásperas deben de ser separadas del restante material y ser vendidas a precios esencialmente más bajos que la restante barra de silicio.

30 A partir del documento US 5904981 A es conocido que mediante una reducción provisional de la temperatura de las barras se puede disminuir la proporción del material Popcorn. En este caso se divulga que partiendo de una barra de silicio policristalino con un diámetro de 5 mm en forma de un filamento (barra delgada) se mantiene una temperatura de la superficie de la barra en 1.030°C y se deposita silicio policristalino, sucediendo que cuando el diámetro de la barra alcanza los 85 mm, la corriente eléctrica se mantiene constante, con lo que desciende la temperatura, y tan pronto como se alcanza una temperatura de 970°C, la temperatura de las barras se eleva lentamente a lo largo de un período de tiempo de 30 horas de nuevo a 1.030°C, deteniéndose la deposición cuando el diámetro de la barra alcanza los 120 mm. La proporción de Popcorn es en este caso de 13%. Tales modificaciones conducen a que el proceso transcurra más lentamente y de esta manera se reduce la producción, lo cual empeora la rentabilidad.

40 En los conocidos procedimientos para la deposición de silicio policristalino es por lo tanto necesario regular la temperatura de las barras. La temperatura junto a la superficie de las barras es el parámetro decisivo en el procedimiento para la producción de silicio policristalino, puesto que la deposición del silicio policristalino se efectúa junto a la superficie de las barras.

Para esto se tiene que medir la temperatura de las barras.

45 La medición de la temperatura de las barras se efectúa usualmente con pirómetros de radiación junto a las superficies de las barras verticales.

50 A causa de sus propiedades materiales, la medición sin contacto de la temperatura del silicio es muy exigente. Esto se debe a que el grado de emisión del material varía grandemente a lo largo del espectro de infrarrojos y además de ello es dependiente de la temperatura del material. Con el fin de conseguir unos resultados exactos y repetibles de las mediciones, los fabricantes filtran los aparatos en 0,9 μm , y valoran por lo tanto solamente una pequeña parte del espectro de radiación restringida mediante un filtro a una determinada región de longitudes de onda, puesto que en esta región de longitudes de onda el grado de emisión del silicio es tanto relativamente alto como también independiente de la temperatura.

55 A causa de la presencia de hidrógeno en la atmósfera pasan a emplearse para los pirómetros usualmente unos especiales alojamientos protegidos contra las explosiones.

60 El pirómetro obtiene acceso óptico a través de una mirilla o respectivamente una ventana. La lente o la ventana para aparatos en la región próxima del infrarrojo se compone de vidrio o vidrio cuarzoso.

Los pirómetros están montados junto a las mirillas fuera del reactor y orientados hacia la barra de polisilicio que se ha de medir. La mirilla hermetiza al reactor a través de una superficie de vidrio transparente y unas juntas de estanqueidad con respecto al entorno.

65 Por fin se ha mostrado que en el transcurso del proceso de deposición se forma una capa de recubrimiento sobre la

- mirilla, que según sea el modo de funcionamiento puede resultar diversamente gruesa. Esto concierne particularmente a la superficie de vidrio situada por el lado del reactor (interior). Esta capa de recubrimiento da lugar a una debilitación de la intensidad de radiación medida. Con ello se miden por el pirómetro unas temperaturas demasiado bajas. Esto tiene como consecuencia que las temperaturas de las barras se ajusten demasiado altas por la regulación de la potencia eléctrica del reactor, con lo que se provocan indeseadas propiedades del proceso tales como deposición de polvo, crecimiento inadmisiblemente fuerte del Popcorn, fusión local de las barras de silicio etc.. En el peor de los casos – es decir en el caso de recubrimientos demasiado gruesos – se debe terminar prematuramente el proceso.
- Unas desventajas económicas por productos no ajustados a las especificaciones o costos elevados de producción mediante cargas prematuramente puestas a disposición o resultantes son las consecuencias de recubrimientos sobre la mirilla.
- En el estado de la técnica se emprendieron esfuerzos de reducir al mínimo la formación de recubrimientos sobre las superficies de vidrio, insuflando un gas inerte o hidrógeno sobre la superficie de vidrio, con el fin de barrer hacia fuera o respectivamente mantener alejados de la superficie de vidrio silanos o respectivamente clorosilanos, que tienden a depositarse sobre el vidrio.
- El documento de patente japonesa JP2010254561 A2 describe una mirilla en la que se utiliza hidrógeno como gas de barrido y se inyecta en el tubo óptico. La relación de la longitud del tubo óptico al diámetro del tubo óptico (L/D) se sitúa en el caso de esta disposición entre 5 y 10. Es desventajosa la zona de visión fuertemente restringida a través del largo y delgado tubo óptico de la mirilla.
- El documento de patente china CN 201302372Y divulga asimismo una mirilla, en la que se deben de eliminar partículas adheridas a la lente de la mirilla, insuflando un medio gaseoso (hidrógeno) participante en la reacción, mediante el cual se efectúa la limpieza de la lente. El tubo interior de unión está unido por un extremo con un dispositivo de limpieza con un medio gaseoso, de modo tal que se puede limpiar la superficie situada en el lado interior de la lente de la mirilla cuando está en marcha el funcionamiento. Entre la primera lente de la mirilla y la segunda lente de la mirilla se encuentra un canal de agua de refrigeración, a través del cual se pueden enfriar y limpiar la primera lente de la mirilla y la segunda lente de la mirilla.
- El documento CN102311120 B divulga una mirilla, en la que se inyecta hidrógeno como gas de barrido, a través de un gran número de taladros, dirigido oblicuamente hacia la superficie de la mirilla. Los taladros están distribuidos por toda la periferia del tubo óptico de la mirilla y orientados radialmente con relación al eje del tubo óptico de la mirilla.
- Se ha mostrado sin embargo que en este caso la formación de recubrimientos solamente es impedida en zonas parciales de la mirilla, pero en otras zonas incluso es todavía reforzada. Además se pudo observar transitoriamente que las posiciones de zonas libres de recubrimiento sobre la superficie de la mirilla se modificaban durante el proceso. Por consiguiente no son posibles las mediciones de la temperatura.
- A partir de esta problemática se estableció el planteamiento del problema del invento. La mirilla debe permanecer libre de recubrimientos e impurezas a lo largo del desarrollo de las cargas.
- El problema se resuelve mediante un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción, que contiene un componente con un contenido de silicio e hidrógeno, en un reactor que contiene por lo menos una barra filamentosa calentada, sobre la que se deposita silicio policristalino, comprendiendo el reactor por lo menos una mirilla en forma de tubo óptico, que con un extremo situado por el lado del reactor está fijada a un orificio en la pared del reactor y en el otro extremo tiene una superficie de vidrio, aportándose un gas de barrido a través de unos taladros en el tubo óptico de la mirilla durante la deposición, caracterizado por que una corriente de gas de barrido discurre cerca de la superficie de vidrio de la mirilla y esencialmente de modo paralelo a la superficie de vidrio y, distanciada de esta corriente de gas de barrido en dirección al extremo de la mirilla situado por el lado del reactor, por lo menos otra corriente de gas de barrido discurre inclinada frente a la superficie de vidrio en dirección al extremo de la mirilla situado por el lado del reactor.
- Los autores del invento han reconocido que en las soluciones propuestas en el estado de la técnica no se podía impedir confiablemente el contacto del gas de reacción con un contenido de silicio con la superficie de vidrio de la mirilla puesto que con los chorros de gas de barrido dirigidos hacia la superficie de vidrio de la mirilla estaba vinculado un efecto de inyector, que transportaba el gas de reacción con un contenido de silicio hasta junto a la superficie de vidrio y de modo distinto a lo deseado conducía a la formación de un recubrimiento por lo menos en zonas parciales.
- Por lo tanto se desarrolló una mirilla, que tiene un nuevo modo de aportación del gas de barrido, que reprime un contacto de las superficies de vidrio situadas por el lado del reactor con el gas de reacción (clorosilanos) y con ello impide una formación de recubrimientos.
- El gas de barrido se inyecta en el presente caso, de modo distinto a como en el estado de la técnica, en varias posiciones en el tubo óptico de la mirilla.

Una corriente de gas de barrido se introduce en la proximidad de la superficie de vidrio del tubo óptico. Ésta discurre esencialmente paralela a la superficie de vidrio.

5 Con esta finalidad se prevén unas filas de taladros orientadas preferiblemente de modo paralelo a la superficie de vidrio, dispuestas desfasadamente en inmediata proximidad a la superficie de vidrio. De esta manera se genera casi una "cortina" de gas de barrido, que puede mantener al gas de reacción alejado de la superficie de vidrio.

10 No obstante, esto se puede conseguir sin necesidad de más medidas solamente cuando se escoge apropiadamente la cantidad aportada de gas de barrido.

15 Con el fin de ser independiente de la cantidad aportada de gas de barrido, se prevé conforme al invento por lo menos una segunda corriente de gas de barrido, que está distanciada de la corriente de gas de barrido en dirección al extremo del tubo óptico situado por el lado del reactor.

Esta segunda o las otras corriente(s) de gases de barrido no discurre(n) de modo paralelo a la superficie de vidrio de la mirilla, sino de modo oblicuo, a saber está(n) inclinada(s) hacia el plano de la superficie de vidrio de la mirilla y ciertamente en dirección al extremo de la mirilla situado por el lado del reactor.

20 La frase "extremo situado por el lado del reactor" significa un extremo del tubo óptico, que está montado junto a un orificio de la pared del reactor.

25 Con el fin de introducir la segunda corriente de gas de barrido en el tubo óptico de la mirilla, están presentes en el tubo óptico unos taladros orientados preferiblemente de modo oblicuo hacia el centro del reactor.

Mediante la introducción de las otras corrientes de gas de barrido resulta en el tubo óptico de la mirilla un régimen de circulación que es independiente de la cantidad aportada de gas de barrido.

30 Con esto se hace posible una regulación adaptada al proceso de la cantidad de gas de barrido que se necesita para el barrido de la mirilla, sin empeorar la calidad del barrido de la mirilla.

35 Como gas de barrido se adecuan los siguientes gases o respectivamente combinaciones arbitrarias en forma de una mezcla gaseosa: gases nobles (p.ej. Ar, He), nitrógeno, clorosilanos de la forma $\text{SiH}_n\text{Cl}_{4-n}$, $n = 0-4$ en unión con un gas libre de clorosilanos (p.ej. SiCl_4 con hidrógeno), hidrógeno o HCl gaseoso.

De manera especialmente preferida se utiliza hidrógeno.

Breve descripción de las Figuras

Fig. 1 muestra de manera extremadamente esquemática un reactor de deposición con mirilla.

Fig. 2 muestra una forma de realización del invento en sección longitudinal.

40 **Fig. 3** muestra una forma de realización del invento en sección transversal a través del tubo óptico.

Lista de los signos de referencia utilizados

- | | |
|------|---|
| 1 | Reactor de deposición |
| 2 | Mirilla |
| 3 | Disco de vidrio |
| 45 4 | Taladro(s) para una corriente másica de barrido M1 |
| 5 | Taladro(s) para una corriente másica de barrido M2 |

La **Fig. 1** muestra un reactor de deposición **1** y una mirilla **2** fijada a la pared del reactor.

50 La **Fig. 2** muestra un reactor de deposición **1** y una mirilla **2** fijada a la pared del reactor con un disco de vidrio **3**. La mirilla **2** comprende dos filas de taladros **4** para una corriente másica de barrido **M1** y una fila de taladros **5** para una corriente másica de barrido **M2**.

55 La **Fig. 3** muestra una sección A-A a través de una fila de taladros **4** de la **Fig. 2**. Se puede ver que están presentes varios taladros paralelos entre sí.

60 El reactor (1) para la producción de silicio policristalino comprende por lo menos una mirilla (2) en forma de tubo óptico, que con un extremo situado por el lado del reactor está fijada a un orificio en la pared del reactor y en el otro extremo tiene una superficie de vidrio, en el tubo óptico de la mirilla unos taladros (4, 5) dispuestos en filas de taladros (n, k) para la aportación de un gas de barrido, caracterizado por que para la aportación de una corriente de gas de barrido M1 están dispuestos unos taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio y en una distancia axial $S1_n$ desde la superficie de vidrio de la mirilla (2), siendo una relación $D/S1_n$ entre un diámetro D de tubo óptico y la distancia axial $S1_n$ de una fila de taladros (n), que comprende los taladros (4) que discurren

- de modo paralelo a la superficie de vidrio, desde la superficie de vidrio mayor que 1 y menor que 40, y estando distanciados de estos taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio unos taladros (5) orientados oblicuamente en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, para la aportación de por lo menos otra corriente de gas de barrido M2.
- El invento hace posible la utilización de mirillas con unas longitudes de tubo óptico/constructivas comparativamente pequeñas.
- Así, es preferida una relación L/D de la longitud L del tubo óptico al diámetro D de tubo óptico de 0,5 - 4,0.
- La relación L/D es de manera especialmente preferida = 0,7 - 3,0, de manera muy especialmente preferida es = 1,0-2,0.
- Preferiblemente, la inyección de una primera parte M1 del gas de barrido se efectúa a través de una o varias filas de taladros mutuamente desfasadas.
- Estas filas de taladros están colocadas a un lado del tubo óptico, preferiblemente al lado superior en una zona angular β_{1_n} (n = índice de la fila de orificios) de 40° - 180°, de manera preferida de 50° - 130°, de manera especialmente preferida de 60° - 120° en torno a la vertical. Es posible una rotación de la zona angular β_{1_n} inclusive los taladros en torno a 0 - 180° alrededor del eje del tubo óptico (desviación desde la vertical).
- La distancia de los taladros dentro de una fila al respectivo taladro contiguo dentro de la fila puede ser diferente o igual, de manera preferida es igual.
- Los taladros están colocados preferiblemente de manera tal que sus orificios de salida se sitúan junto al tubo óptico de la mirilla dentro de la zona angular β_{1_n} .
- Las filas de taladros están orientadas preferiblemente de modo paralelo unas a otras y a la superficie de vidrio.
- Todos los taladros están orientados preferiblemente asimismo de modo paralelo unos a otros y a la pared del tubo óptico situado enfrente.
- De esta manera se coloca una ancha cortina de gas de barrido delante de la superficie de vidrio.
- El gas de barrido se subdivide conforme al invento en dos corrientes (M1 y M2). M1 corresponde a la corriente gaseosa que discurre paralelamente a la superficie de vidrio, M2 a la corriente gaseosa que discurre oblicuamente, véase también la **Fig. 2**.
- La relación de las corrientes máscas de barrido se ajusta preferiblemente de la siguiente manera:
 $1/3 < M1/M2 < 20$.
- De manera especialmente preferida es válido que $1 < M1/M2 < 15$, de manera muy especialmente preferida que $2 < M1/M2 < 10$.
- El área de sección transversal del tubo óptico (A_T) referida al área global (A_{M1}) de todos los taladros de la primera parte del gas de barrido (M1) se sitúa preferiblemente en el intervalo de $8 < A_T/A_{M1} < 300$, de manera especialmente preferida de $12 < A_T/A_{M1} < 150$ y de manera muy especialmente preferida de $15 < A_T/A_{M1} < 80$.
- El número (N) de las filas de taladros, a través de las cuales se introduce la primera parte del gas de barrido es tal que $1 \leq N \leq 5$, de manera preferida es tal que: $1 \leq N \leq 3$.
- La relación entre el diámetro del tubo óptico (D) y las distancias axiales S1_n de las filas de taladros del área de mirilla se sitúa preferiblemente en el intervalo de $1 < D/S1_n < 40$, de manera especialmente preferida de $1,5 < D/S1_n < 20$ y de manera muy especialmente preferida de $1,5 < D/S1_n < 10$.
- Caso de que se indiquen distancias de taladros o filas de taladros, éstas se indican en cada caso partiendo del eje geométrico de los taladros.
- Para la inyección de la segunda parte del gas de barrido (M2) oblicuamente al eje del tubo óptico se utilizan preferiblemente unas filas de taladros, que asimismo están colocadas preferiblemente por el lado superior del tubo óptico en una zona angular β_{2_n} (n = índice para una fila de orificios) de 40° - 180°, de manera especialmente preferida de 50° - 130°, de manera muy especialmente preferida de 60° - 120°, en torno a la vertical. Es posible una rotación de la zona angular β_{2_n} inclusive los taladros en torno a 0 - 180° alrededor del eje del tubo óptico (desviación desde la vertical).

La distancia de los taladros dentro de una fila al respectivo taladro contiguo dentro de la fila puede ser diferente o igual, de manera preferida es igual.

5 Los taladros están colocados preferiblemente de manera tal que sus orificios de salida se sitúan junto al tubo óptico de la mirilla dentro de la zona angular β_{2_n} .

10 Todos los taladros de la segunda parte del gas de barrido (M2) están orientados preferiblemente de modo paralelo unos a otros en una zona angular α de $10^\circ - 80^\circ$, de manera especialmente preferida de $20^\circ - 70^\circ$, de manera muy especialmente preferida de $30^\circ - 60^\circ$ con relación al eje del tubo óptico en dirección al extremo del tubo óptico situado por el lado del reactor.

15 El área de sección transversal del tubo óptico (A_T) referida al área global (A_{M2}) de todos los taladros orientados oblicuamente con relación al eje del tubo óptico se sitúa preferiblemente en el intervalo de $5 < A_T/A_{M2} < 500$, de manera especialmente preferida: de $20 < A_T/A_{M2} < 300$ y de manera muy especialmente preferida de $40 < A_T/A_{M2} < 150$.

20 El número (K) de las filas de taladros de la segunda parte del hidrógeno de barrido es tal que $1 \leq K \leq 5$ preferiblemente tal que $1 \leq K \leq 3$.

25 La relación entre el diámetro del tubo óptico (D) y la distancia axial (S_{2_k}) de las salidas de los taladros (oblicuamente con relación al eje del tubo óptico) o respectivamente de las filas de taladros del área de la mirilla se sitúa preferiblemente en el intervalo $0,4 < D/S_{2_k} < 40$, de manera especialmente preferida $0,6 < D/S_{2_k} < 20$ y de manera preferida ($0,8 < D/S_{2_k} < 10$). Puesto que los taladros discurren oblicuamente, las distancias se indican relativamente al eje geométrico de los taladros junto a los orificios de taladro sobre la superficie interna del tubo óptico, compárese la **Fig. 2**.

30 Por consiguiente se pone a disposición un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción que contiene un componente con un contenido de silicio e hidrógeno en un reactor (1) que contiene por lo menos una barra filamentosamente calentada, sobre la que se deposita silicio policristalino, comprendiendo el reactor (1) por lo menos una mirilla (2) en forma de tubo óptico, que con un extremo situado por el lado del reactor está fijada a un orificio en la pared del reactor y en el otro extremo tiene una superficie de vidrio, aportándose un gas de barrido a través de unos taladros (4, 5) dispuestos en filas de taladros (n, k) en el tubo óptico de la mirilla durante la deposición, caracterizado por que una corriente de gas de barrido M1 discurre en una distancia axial S_{1_n} desde la superficie de vidrio de la mirilla (2) y esencialmente de modo paralelo a la superficie de vidrio, siendo una relación D/S_{1_n} entre un diámetro D de tubo óptico y la distancia axial S_{1_n} de una fila de taladros (n), que comprende los taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio, desde la superficie de vidrio mayor que 1 y menor que 40, y estando distanciada de la corriente de gas de barrido M1, en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, por lo menos otra corriente de gas de barrido M2 discurre inclinada en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor.

45 Mediante el procedimiento conforme al invento con sus formas de realización preferidas se reprime casi completamente un contacto entre un gas de reacción procedente del reactor y la superficie de vidrio de la mirilla situada en el interior por el lado del reactor. De esta manera se impiden completamente deposiciones junto a la superficie de vidrio de la mirilla.

El campo de circulación en la mirilla es independiente de la cantidad del gas de barrido. Por lo tanto se pueden utilizar unas cantidades muy diferentes del gas de barrido, sin que se empeore la calidad del barrido mediante unas condiciones de circulación que se modifican.

50 Ejemplos

En los ensayos de los diferentes tipos de mirillas se utilizó un proceso patrón con una concentración de clorosilanos de 20% (fracción molar) en H_2 .

55 El caso de este proceso se forma normalmente un pronunciado recubrimiento junto a las paredes del reactor.

El diámetro diana de las barras de silicio a depositar era de 150 mm.

Ejemplo comparativo

Tubo óptico: $L/D = 2$ y $D=50$ mm

60 La mirilla poseía una fila de taladros a la distancia S_{1_1} de 10 mm desde la superficie de vidrio.

Los taladros estaban dispuestos de modo paralelo a la superficie de vidrio junto a la mitad superior del tubo óptico de la mirilla y orientados en dirección al eje del tubo óptico.

Cada 30° se había colocado un taladro con un diámetro de taladro de 4 mm (en total 7 taladros). No estaban presentes otras inyecciones de gas de barrido.

5 La mirilla se barrió con 30 Nm³/h de H₂ sobre los taladros.

Durante el proceso de deposición se formó en todas las cargas un recubrimiento claramente visible sobre la superficie de vidrio situada por el lado del reactor. Éste se componía de compuestos amorfos, que constaban de: cloro, silicio e hidrógeno.

10 A causa de los recubrimientos se falsearon las mediciones de las temperaturas.

El proceso de deposición tuvo que terminarse en todas las cargas en el intervalo de diámetros de las barras de 110-130 mm a causa de una absorción de potencia eléctrica demasiado alta.

15 A causa de las resultantes altas temperaturas de las barras se comprobó una formación aumentada de Popcorn.

Ejemplo 1

Tubo óptico: L/D = 2 y D = 50 mm.

20 La mirilla poseía dos filas de taladros desfasadas mutuamente en la distancia S1_1 = 15 mm y S1_2 = 25 mm desde la superficie de vidrio.

La corriente másica del gas de barrido se disoció en dos corrientes parciales. La primera corriente parcial M1 se aportó de modo paralelo a la superficie de la mirilla cerca de la mirilla.

25 Para esto se habían dispuesto taladros arriba junto al tubo óptico de la mirilla en una zona angular de $\beta_{1_1} = 119^\circ$ en torno a la línea de cero grados (vertical). Los taladros estaban orientados de modo paralelo a la superficie de vidrio y verticalmente hacia abajo. La primera fila se compone de 5 taladros con un diámetro de taladro de en cada caso 2 mm. El taladro central estaba colocado en la vertical. En cada caso otros dos taladros estaban colocados simétricamente con relación a la vertical a la distancia de $\pm 10,3$ mm o respectivamente $\pm 20,5$ mm con relación a la vertical. La segunda fila de taladros se componía de cuatro taladros con un diámetro de taladro de en cada caso 2 [mm], que estaban colocados desfasados con relación a la primera fila de taladros en distancias horizontales (en cada caso dos con $\pm 5,1$ mm y $\pm 15,4$ mm) simétricamente con relación a la vertical.

35 La segunda parte de la corriente de gas de barrido se inyectó oblicuamente con respecto al eje del tubo óptico bajo un ángulo de $\alpha = 30^\circ$ (ángulo con respecto al eje del tubo óptico) en dirección al reactor a través de taladros paralelos entre sí. Una fila de cuatro taladros estaba dispuesta arriba junto al tubo óptico de la mirilla en una zona angular de $\beta_{2_1} = 108^\circ$ en torno a la línea de cero grados (vertical). Los taladros tenían un diámetro de 2 mm. En cada caso dos taladros estaban colocados simétricamente con relación a la vertical a la distancia de $\pm 9,6$ mm o respectivamente $\pm 19,2$ mm con relación a la vertical. Los orificios de salida de los taladros se encontraban en una distancia de S2_1 = 55 mm desde la superficie de vidrio.

45 La mirilla se barrió con 20 Nm³/h de H₂ sobre los taladros. La relación de las corrientes másicas de barrido M1/M2 era de 3.

Durante el proceso de deposición no se formó en todas las cargas ningún recubrimiento visible sobre la superficie de vidrio situada por el lado del reactor.

50 El proceso de deposición alcanzaba en todas las cargas el diámetro final de barra de 150 mm. Las cargas no tenían ninguna proporción elevada de Popcorn.

Ejemplo 2

Tubo óptico: L/D = 1,3 y D = 75 mm

55 La mirilla poseía dos filas de taladros desfasadas mutuamente en la distancia S1_1 = 15 mm y S1_2 = 25 mm desde la superficie de vidrio.

La corriente másica del gas de barrido se disoció en dos corrientes parciales. La primera corriente parcial se aportó de modo paralelo a la superficie de la mirilla cerca de la mirilla.

60 Para esto se habían dispuesto taladros arriba junto al tubo óptico de la mirilla en una zona angular de $\beta_{1_1} = 119^\circ$ en torno a la línea de cero grados (vertical). Los taladros estaban orientados de modo paralelo a la superficie

5 de vidrio y verticalmente hacia abajo. La primera fila se compone de 7 taladros con un diámetro de taladro de en cada caso 3 mm. El taladro central estaba colocado en la vertical. En cada caso otros dos taladros estaban colocados simétricamente con relación a la vertical a la distancia de $\pm 10,3$ mm, $\pm 20,5$ mm o respectivamente $\pm 30,8$ mm con relación a la vertical. La segunda fila de taladros se componía de seis taladros con un diámetro de taladro de en cada caso 3 [mm], que estaban colocados desfasados con relación a la primera fila de taladros. En cada caso 2 taladros estaban colocados simétricamente con relación a la vertical en una distancia de $\pm 5,1$ mm, $\pm 15,4$ mm y $\pm 25,6$ mm.

10 La segunda parte de la corriente de gas de barrido se inyectó oblicuamente con respecto al eje del tubo óptico bajo un ángulo de $\alpha = 60^\circ$ (ángulo con respecto al eje del tubo óptico) en dirección al reactor a través de taladros paralelos entre sí. Una fila de cuatro taladros estaba dispuesta arriba junto al tubo óptico de la mirilla en una zona angular de $\beta_{2_1} = 65^\circ$ en torno a la línea de cero grados (vertical). Los taladros tenían un diámetro de 2 mm. En cada caso dos taladros estaban colocados simétricamente con relación a la vertical a la distancia de $\pm 9,6$ mm o respectivamente $\pm 19,2$ mm con relación a la vertical. Los orificios de salida de los taladros se encontraban en una distancia de $S_{2_1} = 65$ mm desde la superficie de vidrio.

20 La mirilla se barrió con $30 \text{ Nm}^3/\text{h}$ H_2 sobre los taladros. Todos los canales de gases de barrido (M1 y M2) se abastecieron sobre un espacio que se alimentaba centralmente. La relación de las corrientes másicas de barrido se estableció a partir de la relación de secciones transversales A_{M1}/A_{M2} y se situaba en 7.

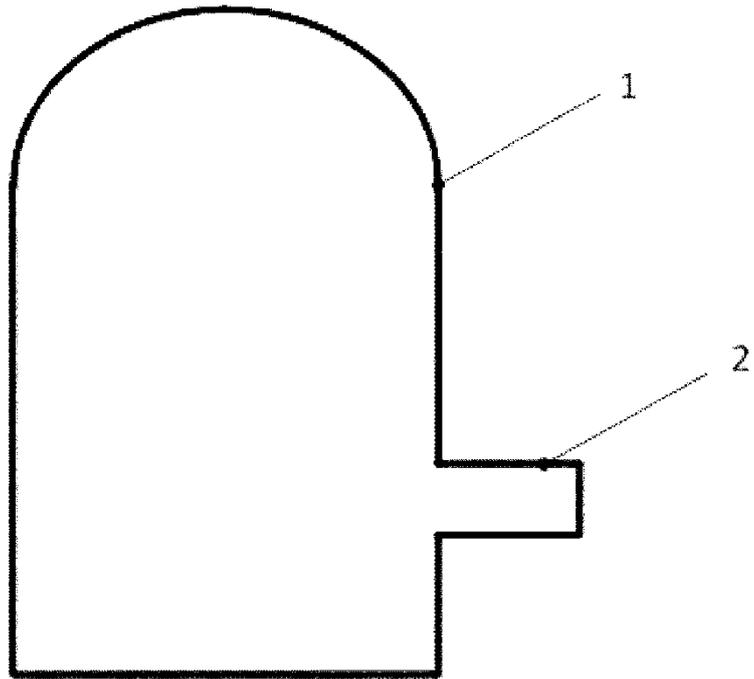
25 Durante el proceso de deposición no se formó en todas las cargas ningún recubrimiento visible sobre la superficie de vidrio situada por el lado del reactor.

El proceso de deposición alcanzaba en todas las cargas el deseado diámetro final de barra de 150-160 mm. La morfología de las cargas correspondía a la especificación.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende introducir un gas de reacción que contiene un componente con un contenido de silicio e hidrógeno en un reactor (1) que contiene por lo menos una barra filamentosa calentada, sobre la que se deposita silicio policristalino, comprendiendo el reactor (1) por lo menos una mirilla (2) en forma de tubo óptico, que con un extremo situado por el lado del reactor está fijada a un orificio en la pared del reactor y en el otro extremo tiene una superficie de vidrio, aportándose un gas de barrido a través de unos taladros (4, 5) dispuestos en filas de taladros (n, k) en el tubo óptico de la mirilla durante la deposición, caracterizado por que una corriente de gas de barrido M1 discurre en una distancia axial $S1_n$ desde la superficie de vidrio de la mirilla (2) y esencialmente de modo paralelo a la superficie de vidrio, siendo una relación $D/S1_n$ entre un diámetro D de tubo óptico y la distancia axial $S1_n$ de una fila de taladros (n), que comprende los taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio, desde la superficie de vidrio mayor que 1 y menor que 40, y estando distanciada de la corriente de gas de barrido M1, en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, por lo menos otra corriente de gas de barrido M2 discurre inclinada en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, seleccionándose el gas de barrido entre el conjunto que se compone de gases nobles, nitrógeno, clorosilanos de la forma SiH_nCl_{n-4} , $n = 0-4$ en unión con un gas libre de clorosilanos, hidrógeno, HCl gaseoso y mezclas de los mencionados gases.
3. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, siendo la relación de las corrientes másicas de barrido M1/M2 mayor que 1/3 y menor que 20.
4. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 3, siendo aportada la corriente de gas de barrido M2 a través de unos taladros (5), cuyos ejes geométricos forman una zona angular α de $10^\circ - 80^\circ$ con un eje geométrico A_L de la mirilla (2) en forma de tubo óptico.
5. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 4, siendo inyectadas sobre la mirilla (2) ambas corrientes de gases de barridos a través de una o varias filas de taladros (n, k) desfasadas mutuamente, que comprenden en cada caso varios taladros (4, 5).
6. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 5, siendo una relación $D/S2_k$ entre el diámetro D de tubo óptico y una distancia axial máxima $S2_k$ de una fila de taladros (k), que comprende unos taladros (5) que discurren paralelamente inclinados con respecto a la superficie de vidrio en dirección a un extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, desde la superficie de vidrio mayor que 0,4 y menor que 40.
7. Un reactor (1) para la producción de silicio policristalino, que comprende por lo menos una mirilla (2) en forma de tubo óptico, que con un extremo situado por el lado del reactor está fijada a un orificio en la pared del reactor y en el otro extremo tiene una superficie de vidrio, en el tubo óptico de la mirilla unos taladros (4, 5) dispuestos en filas de taladros (n, k) para la aportación de un gas de barrido, caracterizado por que para la aportación de una corriente de gas de barrido M1 están dispuestos unos taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio y en una distancia axial $S1_n$ desde la superficie de vidrio de la mirilla (2), siendo una relación $D/S1_n$ entre un diámetro D de tubo óptico y la distancia axial $S1_n$ de una fila de taladros (n), que comprende los taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio, desde la superficie de vidrio mayor que 1 y menor que 40, y estando distanciados de estos taladros (4) que discurren de modo paralelo a la superficie de vidrio unos taladros (5) orientados oblicuamente en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, en dirección al extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, para la aportación de por lo menos otra corriente de gas de barrido M2.
8. Un reactor según la reivindicación 7, siendo una relación L/D de la longitud L del tubo óptico al diámetro D del tubo óptico de 0,5 - 4,0.
9. Un reactor según la reivindicación 7 o 8, estando dispuestos los taladros (4, 5) de una fila de taladros (n, k) en cada caso dentro de una zona angular ($\beta1_n$, $\beta2_n$) de $40^\circ - 180^\circ$ con relación a una sección transversal interna de la mirilla (2).
10. Un reactor según una de las reivindicaciones 7 a 9, siendo una relación $D/S2_k$ entre el diámetro D de tubo óptico y una distancia axial máxima $S2_k$ de una fila de taladros (k), que comprende unos taladros (5) que discurren paralelamente inclinados con respecto a la superficie de vidrio en dirección a un extremo de la mirilla (2) situado por el lado del reactor, desde la superficie de vidrio mayor que 0,4 y menor que 40.
11. Un reactor según una de las reivindicaciones 7 a 10, siendo la sección transversal del tubo óptico A_T referida a la sección transversal global A_{M2} de todos los taladros (5), previstos para la aportación de la corriente de gas de barrido M2, mayor que 5 y menor que 500.

Fig. 1



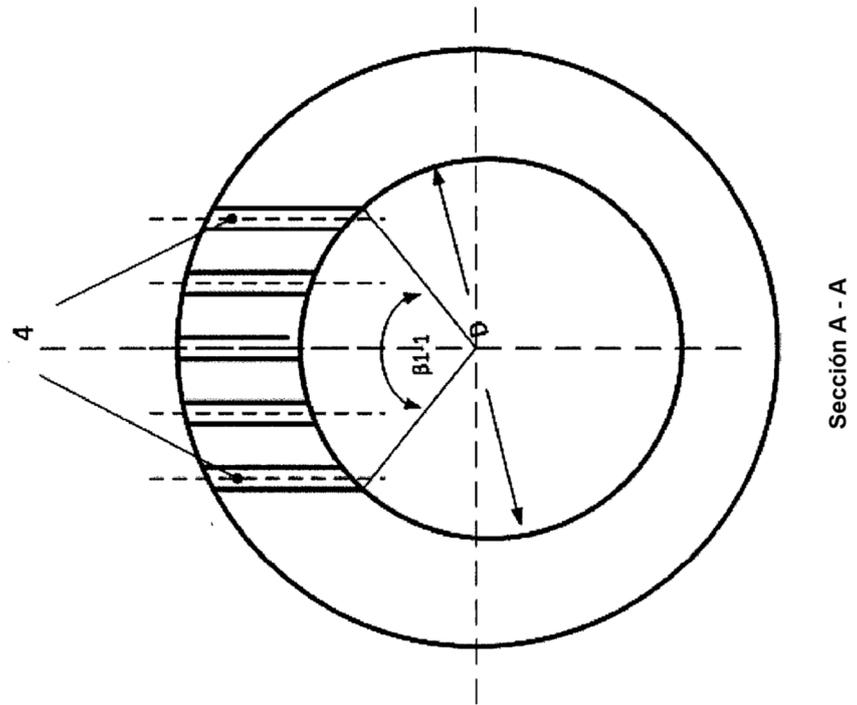


Fig. 3