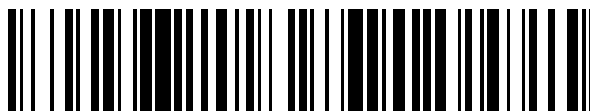


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 666 391**

51 Int. Cl.:

C23C 16/442 (2006.01)

C23C 16/24 (2006.01)

C23C 16/44 (2006.01)

C01B 33/035 (2006.01)

B24C 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.05.2014 PCT/EP2014/059166**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.11.2014 WO14184043**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.05.2014 E 14721859 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.03.2018 EP 2997175**

54 Título: **Reactor para la producción de silicio policristalino y procedimiento para la eliminación de un depósito que contiene silicio sobre un componente de tal reactor**

30 Prioridad:

16.05.2013 DE 102013209076

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

04.05.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

WECKESSER, DIRK

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 666 391 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

Reactor para la producción de silicio policristalino y procedimiento para la eliminación de un depósito que contiene silicio sobre un componente de tal reactor

5 La invención se refiere a un reactor para la producción de silicio policristalino, así como a un procedimiento para la eliminación de un depósito que contiene silicio sobre un componente de tal reactor.

Silicio policristalino (abreviado: polisilicio) sirve como material de partida para la producción de silicio monocristalino para semiconductores según el procedimiento de Czochralski (CZ), o de fusión de zonas (FZ), así como para la producción de silicio mono- o multicristalino según diversos procedimientos de estirado o colada para la producción de pilas solares para la fotovoltaica.

10 El silicio policristalino se produce habitualmente por medio del proceso de Siemens.

En este procedimiento se calientan cuerpos soporte en un reactor en forma de campana ("reactor de Siemens") cuerpos soporte, varas filamentosas (varas delgadas) de silicio, mediante paso de corriente directa, y se introduce un gas de reacción que contiene hidrógeno y uno o varios componentes que contienen silicio.

15 Habitualmente se emplea como componente que contiene silicio triclorosilano (SiHCl_3 , TCS) o una mezcla de triclorosilano con diclorosilano (SiH_2Cl_2 , DCS) y/o con tetraclorosilano (SiCl_4 , STC). También es conocido el empleo de monosilano (SiH_4).

20 Las varas delgadas se introducen verticalmente en electrodos que se encuentran en el fondo del reactor, a través de los cuales se efectúa la conexión al abastecimiento de corriente. Cada dos varas delgadas están acopladas a través de un puente horizontal (igualmente de silicio), y forman un cuerpo soporte para la precipitación de silicio. Mediante el acoplamiento por puente se genera la típica forma de U de los cuerpos soporte.

En las varas delgadas calentadas y el puente horizontal precipita polisilicio altamente puro, mediante lo cual su diámetro crece con el tiempo.

25 El granulado de silicio policristalino, o en de manera abreviada granulado de polisilicio, es una alternativa al polisilicio producido en el procedimiento de Siemens. Mientras que el polisilicio en el procedimiento de Siemens se produce como vara de silicio cilíndrica, que se debe desmenuzar para dar una denominada sémola con alto requerimiento de tiempo y costes antes de su elaboración subsiguiente, y, en caso dado purificar de nuevo, el granulado de polisilicio posee propiedades de material apilable, y se puede emplear directamente como material crudo, por ejemplo, para la generación de monocristales para la industria fotovoltaica y electrónica.

30 El granulado de silicio policristalino se produce en un reactor de lecho turbulento, o bien de lecho fluidizado. Esto se efectúa mediante fluidización de partículas de silicio por medio de una corriente gaseosa en un lecho turbulento, calentándose éste a temperaturas elevadas a través de un dispositivo de calefacción. Mediante adición de un gas de reacción que contiene silicio se efectúa una reacción de pirólisis en la superficie caliente de las partículas. En este caso precipita silicio elemental sobre las partículas de silicio, y las partículas individuales aumentan en diámetro.

35 Mediante la extracción regular de partículas aumentadas y la adición de partículas de silicio menores como partículas de germinación (simiente), el procedimiento se puede realizar continuamente con todas las ventajas vinculadas al mismo. Tales procedimientos de precipitación y dispositivos a tal efecto son conocidos, a modo de ejemplo, por el documento US 4786477 A.

40 Se ha mostrado que, en el caso de este procedimiento, se produce una precipitación de silicio en las partes calientes del reactor, por ejemplo la pared del reactor, piezas de montaje y toberas. En este caso se trata por una parte de silicio precipitado sobre las piezas del reactor. Por otra parte se trata de polvo de silicio, que crece en las piezas calientes del reactor.

45 El documento US 20020102850 A1 da a conocer un procedimiento para la inhibición o eliminación de la precipitación de silicio sobre toberas de gas de ducto mediante introducción con dosificación continua, discontinua o regulada de HCl + gas inerte (H_2 , N_2 , He , Ar) o gas inerte H_2 .

El documento US 20020081250 A1 describe un procedimiento en el que se efectúa una corrosión descubierta o una cauterización parcial del depósito de pared a temperatura de funcionamiento o casi a la temperatura de funcionamiento del reactor de lecho turbulento con un agente corrosivo halogenado gaseoso, como cloruro de hidrógeno, gas cloro o tetracloruro de silicio.

50 Sin embargo, tal control de procedimiento está vinculado a costes de operación elevados.

5 El documento US 7922990 B2 reivindica un procedimiento en el que se precipita en un reactor con una superficie caliente un gas de reacción que contiene un compuesto de silicio gaseoso, a una temperatura de reacción de 600 a 1100°C, como silicio metálico sobre partículas de silicio que están fluidizadas por medio de un gas de fluidización en un lecho turbulento, y se calientan a la temperatura de reacción, y se eliminan del reactor partículas provistas de silicio precipitado, así como gas de reacción no transformado y gas de fluidización, caracterizado por que en la superficie del reactor se presenta una composición gaseosa que contiene un 99,5 a un 95 % en moles de hidrógeno y un 0,5 a un 5 % en moles de compuesto de silicio gaseoso, y la superficie del reactor presenta una temperatura de 700 a 1400°C, y esta temperatura corresponde a la temperatura de las partículas de silicio, o se sitúa por encima de la temperatura de las partículas de silicio.

10 Mediante la combinación de una temperatura de superficie de reactor elevada con una composición gaseosa que contiene un 99,5 a un 95 % en moles de hidrógeno y un 0,5 a un 5 % en moles de compuesto de silicio gaseoso, en la superficie del reactor se puede ajustar un equilibrio de reacción, en el que casi ya no tiene lugar una precipitación de silicio sobre la superficie del reactor y, por lo tanto, es posible un control de procedimiento continuo.

15 El documento US 2008299291 A1 da a conocer cómo, mediante selección apropiada de los parámetros de procedimiento de velocidad de gas media en ambas zonas fluidizadas del lecho turbulento, de velocidades locales de gases, o bien mezclas de gases en la salida de los sistemas de pulverización, de la presión y de la temperatura del lecho turbulento, de la colocación de las toberas relativamente entre sí y relativamente a la pared de lecho turbulento, y del tiempo de residencia de los gases en las zonas fluidizadas del lecho turbulento, se puede generar un curso de reacción y con éste un perfil de concentración, que garantiza que el gas de reacción ha reaccionado casi hasta conversión de equilibrio química, antes de llegar de nuevo a la pared del lecho turbulento o a la superficie del lecho turbulento. De este modo se reduce la precipitación de pared en la pared del lecho turbulento a una medida muy reducida, lo que posibilita el calentamiento sin merma del lecho turbulento en la zona de reacción durante un largo intervalo de tiempo. Por consiguiente, mediante control de procedimiento apropiado parece posible reducir la precipitación de silicio sobre la pared del reactor.

25 No obstante, esto no se puede aplicar a depósitos con otras piezas de montaje en el reactor o en la proximidad del reactor, como tubos de extracción de producto o tubos de salida de gas. Esto se considera en especial si el depósito está constituido por polvo de Si, que se descarga del lecho turbulento. También en este caso se recomienda una cauterización del depósito de pared en el estado de la técnica. El documento US 5358603 A da a conocer un procedimiento para la corrosión de un depósito de silicio en un tubo de extracción de producto, desconectándose el reactor, calentándose el depósito de silicio, y corroyéndose después con un ácido mineral, como HCl.

30 El documento US 4,684,513 da a conocer un reactor de lecho turbulento para la producción de silicio policristalino. Sobre todo la necesidad de detener el reactor hace que este procedimiento sea complicado y poco rentable. Además aumentan los costes de medios de operación.

35 Es especialmente problemático el hecho de que, en el caso de funcionamiento más largo de un reactor de lecho turbulento, la transferencia de calor en el cambiador de calor de gas de escape se reduce debido a la formación de depósito. El gas de escape ya no se puede enfriar suficientemente. También en el caso de reactores de Siemens CVD y sus tubos (Liebig) de gas de escape, el especialista se enfrenta a problemas similares. De la problemática descrita resulta la tarea de la invención.

40 La tarea se soluciona mediante un procedimiento según la reivindicación 1 para la eliminación de un depósito que contiene silicio sobre un componente de un reactor, en el que se produce silicio policristalino, caracterizado por que el depósito se elimina mecánicamente por medio de partículas que contienen silicio. Las partículas que contienen silicio presentan preferentemente un tamaño medio de partícula de $1 \mu\text{m} < x_{50,3} < 400 \mu\text{m}$, de modo especialmente preferente $30 \mu\text{m} < x_{50,3} < 300 \mu\text{m}$. En este caso se trata preferentemente de partículas puntiagudas. Se ha mostrado que la eliminación del depósito de pared se efectúa con especial efectividad de este modo. La norma internacional de la "Federation Europeenne de la Manutention" presenta en FEM 2581 una sinopsis sobre los puntos de vista bajo los cuales se debe considerar un material a granel. En la norma FEM 2582 se definen las propiedades de material a granel generales y específicas respecto a la clasificación. Valores característicos, que describen la consistencia y el estado del material, son, por ejemplo, forma de grano y distribución de tamaños de grano (FEM 2.581 / FEM 2.582: General characteristics of bulk products with regard to their classification and their symbolization). Los materiales a granel se pueden subdividir también en 6 diferentes formas de grano según la norma DIN ISO 3435 en dependencia de la estructura de los cantos de grano:

- I Cantos agudos con dimensiones aproximadamente iguales en tres dimensiones (ej.: cubo)
- II Cantos agudos, entre los cuales uno es claramente más largo que los otros dos (ej.: prisma, hoja)
- III Cantos agudos, entre los cuales uno es claramente menor que los otros (ej.: placa, escamas)

ES 2 666 391 T3

- IV Cantos redondos con dimensiones aproximadamente iguales en tres dimensiones (ej.: esfera)
- V Fibroso, en forma de hilo, en forma de rizo, entrelazado.

Según esta clasificación de materiales a granel, en el caso de las partículas que contienen silicio para la eliminación del depósito de pared se trata preferentemente de partículas de las formas de grano I, II y III.

- 5 Las partículas presentan preferentemente una esfericidad de menos de 0,9.

Las partículas presentan de modo especialmente preferente una esfericidad de menos de 0,8.

La esfericidad se determina a través del análisis gráfico dinámico según la norma ISO/DIS 13322-2.

La esfericidad se define como sigue:

$$Sph = \frac{4 \cdot \pi \cdot A}{U^2},$$

10

con el área de proyección A y el volumen proyectado de la partícula U.

Otro índice característico de la angulosidad de las partículas es el denominado grado de rugosidad según Jänke (Siegfried Jänke, Investigación de la compresibilidad y resistencia al cizallamiento de arenas y gravas, así como de las influencias que las determinan = An investigation in the compressibility and shear strength of sands and gravels and in the influences governing them, Karlsruhe : Organismo Federal de Ingeniería Hidráulica, 1969, boletín informativo del Organismo Federal de Ingeniería Hidráulica, 28).

15

Las partículas presentan preferentemente un grado de rugosidad de más de 0,6 según esta definición.

Para la eliminación del depósito se añade preferentemente un gas corrosivo.

Como gas corrosivo es apropiado, a modo de ejemplo, HCl.

20

La eliminación del depósito se efectúa in situ. Por lo tanto, el reactor no está en funcionamiento y se detiene para eliminar el depósito.

Preferentemente se libera de depósito un cambiador de calor de gas de escape de un reactor. Éstos se emplean tanto en reactores de lecho turbulento, como también en reactores de Siemens CVD.

En el caso del cambiador de calor de gas de escape se trata preferentemente de un tubo Liebig.

25

En este caso se trata de un tubo abierto en ambos extremos, que está rodeado de un tubo mayor. Entre tubo interno y externo fluye el agua refrigerante, en el tubo interno circula el gas de escape.

Es igualmente preferente emplear un cambiador de calor de tubo revestido, placa, haz de tubos, capa o espiral, o un registro de refrigeración.

30

En el caso del reactor se trata preferentemente de un reactor CVD para precipitar silicio policristalino sobre varas filamentosas.

En el caso del reactor se trata de un reactor de lecho turbulento para producir granulado de silicio policristalino mediante precipitación de silicio policristalino sobre partículas de germinación de silicio añadidas al reactor.

Las partículas que contienen silicio se añaden a las partículas de germinación (simiente), y en este caso se alimentan al reactor continuamente.

35

El diámetro medio de las partículas de germinación asciende preferentemente al menos a 400 µm.

Alternativamente, las partículas que contienen el silicio se pueden alimentar in situ al reactor por separado.

Preferentemente, las partículas que contienen silicio se alimentan in situ al reactor por separado, separándose cíclica o continuamente del gas de escape tras la refrigeración a través de un ciclón o un filtro de superficie, y

devolviéndose después directamente al cambiador de calor de gas de escape tras la entrada del gas de escape del reactor.

En el caso de las partículas que contienen silicio se trata de partículas de silicio puras en el más sencillo de los casos.

- 5 Las partículas de silicio con los tamaños de partícula requeridos se pueden poner a disposición mediante molturación de silicio altamente puro, por ejemplo de granulado de silicio policristalino, y subsiguiente tamizado.

No obstante, es preferente el empleo de partículas de SiC.

Es igualmente preferente el empleo de partículas de SiO₂. En este caso se puede tratar de partículas de la combustión de tetracloruro de silicio para dar ácido silícico altamente disperso.

- 10 El cambiador de calor se acciona preferentemente en régimen de corriente paralela, contracorriente o corriente cruzada.

En este caso juegan un papel decisivo los parámetros tamaño de partícula, velocidad y forma de partícula de las partículas purificadas, y la carga de la corriente de gas de escape con partículas purificadas.

- 15 Mediante dosificación de una corriente másica definida de partículas con un tamaño de partícula y una forma de partícula definidos, a una velocidad de gas definida se suprime sorprendentemente la formación del depósito de pared y, por consiguiente, se posibilita por primera vez la acción refrigerante y un funcionamiento adecuado del reactor de lecho turbulento.

- 20 La corriente másica de simiente media asciende a entre 0,5 y 15 kg/h. La proporción fina de partículas puntiagudas, abrasivas en la corriente másica de simiente se mueve entre un 1 y un 30 % en peso. La velocidad de gas en tubo vacío en la cabeza de expansión del reactor de lecho turbulento se sitúa entre 0,01 y 10 m/s, preferentemente entre 0,1 y 1 m/s. En el tubo de Liebig se desarrolla una velocidad de gas entre 10 y 1000 m/s aus.

Las ventajas esenciales del procedimiento según la invención consisten en que la eliminación del depósito de pared se efectúa continuamente durante el proceso de precipitación.

- 25 Mediante eliminación del depósito, en el tubo de Liebig se asegura que tenga lugar una refrigeración suficiente del gas de escape.

La eliminación del depósito se efectúa sin contaminación debida a sustancias adicionales.

El gas de escape se puede enfriar para la filtración de gas de escape subsiguiente. No es necesaria una filtración en caliente, complicada y costosa técnicamente.

- 30 No se requiere ninguna medida técnica de construcción adicional si las partículas se alimentan con la corriente másica de simiente a través del canal de dosificación de simiente, y se descargan del proceso con el polvo de gas de escape a través de la filtración en frío convencional.

- 35 La invención se refiere también a un reactor según la reivindicación 8 para la producción de silicio policristalino, que comprende un depósito de reactor (1), una pluralidad de sustratos de silicio dentro del depósito del reactor (1), apropiado para precipitar silicio policristalino sobre éstos, una o varias toberas (19, 20) para alimentar gas de reacción al depósito del reactor (1), una instalación para la descarga de gas de escape del reactor (9) a partir del depósito del reactor (1), un cambiador de calor de gas de escape (10) para la refrigeración del gas de escape de reactor descargado, así como una instalación de alimentación (16) para partículas puntiagudas que contienen silicio, apropiada para alimentar al cambiador de calor de gas de escape (10) gas de escape del reactor y partículas que contienen silicio. En el caso del reactor se trata preferentemente de un reactor CVD para la producción de silicio policristalino en forma de vara, y en el caso de los sustratos se trata de varas filamentosas constituidas por silicio, estando presente un abastecimiento de corriente para las varas filamentosas apropiado para calentar las varas filamentosas mediante paso de corriente directo. En el caso del reactor se trata de un reactor de lecho turbulento para la producción de polisilicio granulado, y en el caso de los sustratos se trata de reactor de germinación de silicio, que comprende un tubo de reactor interno (2) para un lecho turbulento con polisilicio granulado y un fondo de reactor dentro del depósito del reactor (1), un dispositivo de calefacción (5) para el calentamiento del lecho turbulento en el tubo de reactor interno (2), al menos una tobera de gas de fondo (19) para la alimentación de gas de fluidización, así como al menos una tobera de gas de reacción (20) para la alimentación de gas de reacción, una instalación de alimentación (11) para alimentar partículas de germinación de silicio, así como un conducto de extracción (14) para polisilicio granulado. Preferentemente, el reactor de lecho turbulento comprende además un
- 40
- 45
- 50 filtro (21) postconectado al cambiador de calor de gas de escape (10), apropiado para separar partículas y gas.

Preferentemente, el reactor de lecho turbulento comprende además un ciclón (24) postconectado al cambiador de calor de gas de escape (10) para la separación continua de partículas del gas de escape del reactor, que está comunicado con una instalación de alimentación (16) para partículas que contienen silicio. Preferentemente, el reactor de lecho turbulento comprende además un filtro (26) postconectado al ciclón (24) para la separación de polvo de gas de escape del reactor (27).

Ejemplo

El siguiente ejemplo se refiere a un reactor de lecho turbulento. En el caso de un procedimiento para la precipitación de granulado de polisilicio con una velocidad de precipitación de 10 kg/h, la tasa media de dosificación de simiente ascendía a 1,5 kg/h. En la corriente másica de simiente estaba contenido un 18 % en peso de partículas de silicio puntiagudas. Estas partículas abrasivas presentaban un tamaño medio de partícula de $x_{50,3} = 125 \mu\text{m}$, una esfericidad de 0,55 y un grado de rugosidad de 0,74. Debido a la velocidad de gas de tubo vacío en la cabeza de expansión del reactor de lecho turbulento, de 0,4 m/s, las partículas puntiagudas se descargaron del reactor con la corriente de gas de escape, y eliminaron continuamente el depósito que contenía silicio en el cambiador de calor de gas de escape. La velocidad de gas en el tubo de Liebig ascendía a 70 m/s. El cambiador de calor de gas de escape refrigeraba el gas de escape de 700°C a 100°C.

El dispositivo empleado para la puesta en práctica del procedimiento se explica a continuación por medio de la Fig. 1 y 2.

Descripción breve de las figuras

La Fig. 1 muestra esquemáticamente una forma preferente de realización del reactor de lecho turbulento empleado en el ámbito de la invención.

La Fig. 2 muestra un reactor de lecho turbulento.

Lista de signos de referencia empleados

- 1 Depósito de reactor
- 2 Tubo de reactor interno
- 3 Espacio intermedio
- 4 Lecho turbulento
- 5 Dispositivo de calefacción
- 6 Mezcla gaseosa de reacción
- 7 Gas de fluidización
- 8 Cabeza de reactor
- 9 Gas de escape de reactor
- 10 Cambiador de calor de gas de escape
- 11 Instalación de alimentación de simiente
- 12 Simiente
- 13 Producto (granulado de polisilicio)
- 14 Conducto de extracción
- 15 Fondo de reactor
- 16 Instalación de alimentación
- 17 Partículas de purificación
- 18 Pirómetro
- 19 Toberas de gas de fondo
- 20 Toberas de gas de reacción
- 21 Filtro
- 22 Corriente de partículas
- 23 Corriente gaseosa exenta de partículas
- 24 Ciclón
- 25 Partículas que contienen silicio (partículas de purificación)
- 26 Filtro
- 27 Polvo de gas de escape de reactor

El reactor de lecho turbulento está constituido por un depósito de reactor 1, en el que se introduce un tubo de reactor interno 2.

Entre la pared interna del reactor y la pared externa del tubo interno se encuentra un espacio intermedio 3.

En el interior del tubo de reactor se encuentra el lecho turbulento 4 con el granulado de polisilicio.

ES 2 666 391 T3

El lecho turbulento se calienta por medio de un dispositivo de calefacción 5.

Como gases de alimentación se añaden al reactor el gas de fluidización 7 y la mezcla de gases de reacción 6.

En este caso, la alimentación de gas se efectúa selectivamente a través de toberas.

5 El gas de fluidización 7 se alimenta a través de toberas de gas de fondo 19 y la mezcla de gases de reacción se alimenta a través de las denominadas toberas de gas secundario (toberas de gas de reacción) 20.

La altura de las toberas de gas secundario se puede diferenciar de la altura de las toberas de gas de fondo.

Mediante la disposición de toberas, en el reactor se forma un lecho turbulento borboteante con inyección de gas secundario vertical adicional.

En la cabeza del reactor 8 está instalado un pirómetro 18 para la medida de la temperatura de lecho turbulento.

10 A través de una instalación de alimentación de germen 11 se añade germen al reactor en la cabeza del reactor 12.

El producto granulado de polisilicio 13 se extrae en el fondo del reactor 15 a través de un conducto de extracción 14.

En la cabeza del reactor 8 se extrae el gas de escape del reactor 9 y se alimenta el mismo al cambiador de calor de gas de escape 10.

15 Antes del cambiador de calor de gas de escape se alimentan a la corriente de gas de escape partículas que contienen silicio 17 por medio de una instalación de alimentación 16.

Tras el cambiador de calor de gas de escape 10 se hace pasar el gas de escape ahora frío a través de un filtro 21.

El filtro 21 separa una corriente de partículas 22, que está constituida por el polvo de gas de escape del reactor y las partículas alimentadas para la purificación 17, de la corriente gaseosa exenta de partículas 23.

20 La Fig. 1 muestra una representación simplificada sin recirculación de las partículas empleadas para la purificación. En este caso, las partículas se separan de la corriente gaseosa a través del filtro de polvo de gas de escape.

En la Fig. 2 se representa otra forma de realización preferente.

Esta constituye una ampliación de la instalación en un ciclón 24, que elimina continuamente de la corriente de gas de escape 9 las partículas empleadas para la purificación, y se devuelve al cambiador de calor de gas de escape 10 directamente tras la entrada del gas de escape pulverulento del reactor.

25 Las partículas que contienen silicio 25 se añaden al sistema solo una vez.

Tras el ciclón 24, la corriente de gas de escape 9 cargada con polvo de gas de escape del reactor atraviesa un filtro 26, en el que se separa el polvo de gas de escape del reactor 27 de la corriente gaseosa exenta de partículas 23.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la eliminación de un depósito que contiene silicio sobre un componente de un reactor, tratándose, en el caso del reactor, de un reactor de lecho turbulento para producir granulado de silicio policristalino mediante precipitación de de silicio policristalino sobre las partículas de silicio añadidas al reactor, eliminándose el depósito mecánicamente por medio de partículas puntiagudas que contienen silicio y efectuándose la eliminación del depósito mientras que el reactor está en funcionamiento, es decir, mientras se produce granulado de silicio policristalino, caracterizado por que, en el caso del componente del reactor en el que se elimina el depósito, se trata de un tubo de gas de escape, y las partículas que contienen silicio se alimentan por separado sin adición de otras sustancias al reactor de lecho turbulento para la eliminación del depósito, o las partículas que contienen silicio se añaden a las partículas de germinación y se alimentan continuamente al reactor de lecho turbulento.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, tratándose, en el caso del tubo de gas de escape, de un cambiador de calor de gas de escape.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, tratándose, en el caso del cambiador de calor de gas de escape, de un tubo Liebig.
- 15 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, separándose las partículas que contienen silicio del gas de escape de manera cíclica o continua a través de un ciclón o un filtro de superficie tras el enfriamiento en un cambiador de calor de gas de escape, y devolviéndose las mismas al cambiador de calor de gas de escape directamente tras la entrada del gas de escape pulverulento del reactor.
- 20 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, presentando las partículas que contienen silicio para la eliminación del depósito un tamaño medio de partícula de $1 \mu\text{m} < x_{50,3} < 400 \mu\text{m}$, preferentemente $30 \mu\text{m} < x_{50,3} < 300 \mu\text{m}$.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, tratándose, en el caso de las partículas que contienen silicio para la eliminación del depósito, de silicio puro, de SiC o de SiO₂.
- 25 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, añadiéndose un gas corrosivo para la eliminación del depósito.
- 30 8.- Reactor para la producción de silicio policristalino, que comprende un depósito de reactor (1), una pluralidad de sustratos de silicio dentro del depósito del reactor (1), apropiado para precipitar silicio policristalino sobre éstos, una o varias toberas (19, 20) para alimentar gas de reacción al depósito del reactor (1), una instalación para la descarga de gas de escape del reactor (9) a partir del depósito del reactor (1), un cambiador de calor de gas de escape (10) para la refrigeración del gas de escape de reactor descargado, así como una instalación de alimentación (16) para partículas puntiagudas que contienen silicio, apropiada para alimentar al cambiador de calor de gas de escape (10) gas de escape del reactor y partículas que contienen silicio, tratándose de un reactor de lecho turbulento para la producción de polisilicio granulado en el caso del reactor, y de partículas de germinación de silicio en el caso de los sustratos, que comprende un tubo de reactor interno (2) para un lecho turbulento con polisilicio granulado y un fondo de reactor dentro del depósito del reactor (1), un dispositivo de calefacción (5) para el calentamiento del lecho turbulento en el tubo de reactor interno (2), al menos una tobera de gas de fondo (19) para la alimentación de gas de fluidización, así como al menos una tobera de gas de reacción (20) para la alimentación de gas de reacción, una instalación de alimentación (11) para alimentar partículas de germinación de silicio, así como un conducto de extracción (14) para polisilicio granulado.
- 35 9.- Reactor según la reivindicación 8, que comprende además un filtro (21) postconectado al cambiador de calor de gas de escape (10), apropiado para separar partículas y gas.
- 40 10.- Reactor según la reivindicación 8, que comprende además un ciclón (24) postconectado al cambiador de calor de gas de escape (10) para la separación continua de partículas del gas de escape del reactor, que está comunicado con una instalación de alimentación (16) para partículas que contienen silicio.
- 45 11.- Reactor según la reivindicación 10, que comprende además un filtro (26) postconectado al ciclón (24) para la separación de polvo de gas de escape del reactor (27).

Fig. 1

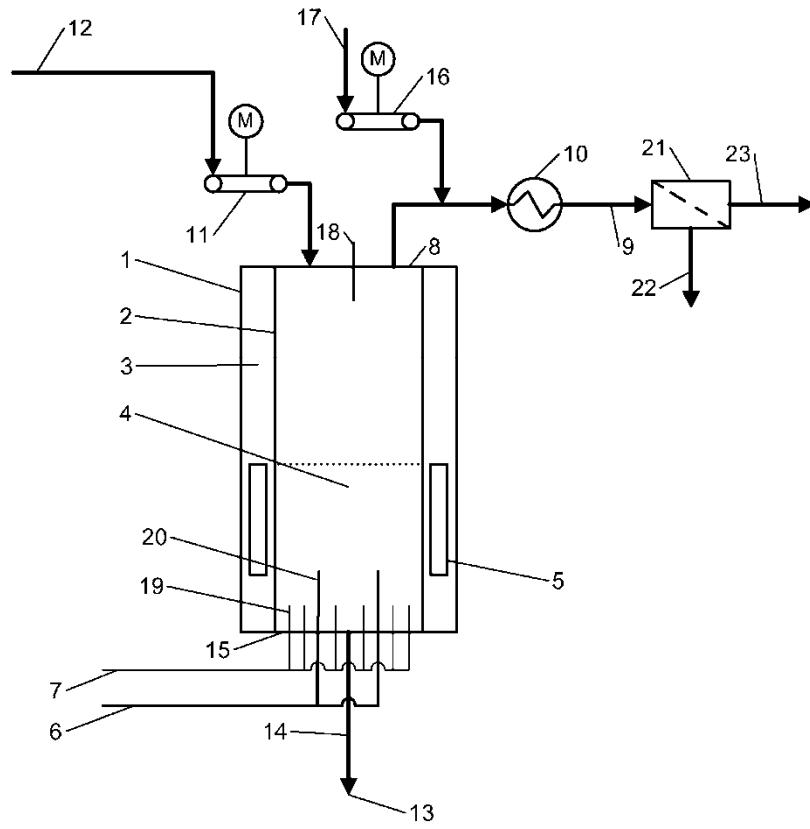


Fig. 2

