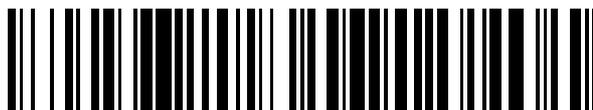


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 666 431**

51 Int. Cl.:

C01B 33/033 (2006.01)

F23C 10/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.10.2015 PCT/EP2015/074339**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2016 WO16066488**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.10.2015 E 15791257 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.03.2018 EP 3212575**

54 Título: **Reactor de lecho turbulento y procedimiento para la producción de granulado de silicio policristalino**

30 Prioridad:
28.10.2014 DE 102014221928

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:
**FORSTPOINTNER, GERHARD y
WECKESSER, DIRK**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 666 431 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 de lecho turbulento y procedimiento para la producción de granulado de silicio policristalino

La invención se refiere a un reactor de lecho turbulento y a un procedimiento para la producción de granulado de silicio policristalino.

5 Por medio del procedimiento de Siemens se puede obtener silicio policristalino. En este caso se introduce un gas de reacción, que comprende uno o varios componentes que contienen silicio, y en caso dado hidrógeno, por medio de toberas en un reactor, que comprende cuerpos soporte calentados mediante paso de corriente directo, precipitando silicio los cuerpos soporte en forma sólida. Como componentes que contienen silicio se emplean preferentemente silano (SiH_4), monoclorsilano (SiH_3Cl), diclorosilano (SiH_2Cl_2), triclorosilano (SiHCl_3),
10 tetraclorosilano (SiCl_4) o mezclas de las citadas sustancias.

El procedimiento de Siemens se lleva a cabo habitualmente en un reactor de separación (también llamado "reactor de Siemens"). En la forma de realización más común, el reactor comprende una placa de fondo metálica y una campana refrigerable, que está dispuesta sobre la placa de fondo, de modo que se produce un espacio de reactor en el interior de la campana. En el documento EP 2 077 252 A2 se describe la estructura típica de un tipo de reactor que se emplea en la producción de polisilicio.
15

La placa de fondo está provista de uno o varios orificios de entrada de gas y uno o varios orificios de salida para gases de reacción, así como de soportes, con cuya ayuda los cuerpos soporte se mantienen en el espacio de reacción y se abastecen de corriente eléctrica mediante electrodos. La alimentación de gas de reacción se efectúa por medio de una o varias toberas alojadas en orificios de entrada de gas.

20 Los cuerpos soporte se forman habitualmente dos denominadas varas delgadas y un puente horizontal. Mediante el acoplamiento del puente se genera la típica forma de U de los cuerpos soporte. Los cuerpos soporte están constituidos habitualmente por silicio policristalino. La longitud de las varas delgadas, sobre las que precipita silicio policristalino, puede ascender a hasta varios metros (son habituales aproximadamente 2 a 3 m).

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 precipitación 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. Mediante la extracción regular de partículas aumentadas y la adición de partículas de germinación de silicio menores, el procedimiento se puede realizar continuamente con todas las ventajas vinculadas al mismo. Como gas educto que contiene silicio se describen compuestos halogenados de silicio (por ejemplo clorosilanos o bromosilanos), silano (SiH_4), así como mezclas de estos gases con hidrógeno.
25
30

El documento US 4900411 A da a conocer un procedimiento para la obtención de silicio policristalino altamente puro mediante precipitación de silicio sobre partículas de silicio altamente puras a partir de gas que contiene silicio, como silano, diclorosilano, triclorosilano o tribromosilano, caracterizado por un reactor con un lecho fluidizado, en el que se introduce un gas de reacción junto con partículas de inyección de silicio a través de un tubo de introducción, se alimentan microondas para calentar las partículas fluidizadas, de modo que sobre éstas precipita polisilicio.
35

El documento US 7029632 B2 da a conocer un reactor de lecho fluidizado con una envoltura que soporta presión, un tubo de reactor interno, que transmite radiación térmica, una entrada para partículas de silicio, una entrada tubular para la alimentación de un gas de reacción, que divide el lecho fluidizado en una zona de calefacción y una zona de reacción situada por encima de la misma, una instalación de distribución de gas para la alimentación de un gas de fluidización en la zona de calefacción, una salida para gas de reacción no transformado, gas de fluidización, así como los productos de reacción gaseosos o en forma deapor, una salida para el producto, un dispositivo de calefacción, así como un abastecimiento de energía para el dispositivo de calefacción, proponiéndose que el dispositivo de calefacción sea una fuente de radiación para radiación térmica, que está dispuesto en forma de anillo alrededor de la zona de calefacción fuera del tubo de reactor interno y sin contacto directo con el mismo, y está configurado de modo que, por medio de radiación térmica, calienta las partículas de silicio en la zona de calefacción a una temperatura tal que, en la zona de reacción, se ajusta la temperatura de reacción.
40
45

Zona de calefacción y zona de reacción están separadas verticalmente. Esto posibilita calentar el lecho fluidizado también con métodos de calefacción diferentes a microondas, ya que en la zona de calefacción no se puede producir una precipitación en la pared, ya que en ésta no se presenta gas que contiene silicio. Está prevista una calefacción por radiación térmica con elementos de calefacción planos, ya que el calor se introduce uniformemente en la extensión del lecho fluidizado y de manera definida localmente. En el caso del dispositivo de calefacción se trata, a modo de ejemplo, de elementos de calefacción de silicio o grafito dopado o carburo de silicio, reflectores de
50

tubo de cuarzo, reflectores cerámicos o reflectores de alambre metálico. De modo especialmente preferente, en el caso del dispositivo de calefacción se trata de un tubo ranurado serpenteante constituido por grafito con revestimiento superficial de SiC, que está dispuesto en posición vertical en el reactor o suspendido en las conexiones de electrodos.

5 El documento US 4786477 A da a conocer un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento, que presenta un reactor con un tubo de introducción de gas para la mezcla de gases de reacción en el extremo inferior, un tubo de salida de gas en el extremo superior, así como un tubo de alimentación para las partículas de inyección de silicio, caracterizado por que el reactor constituido por cuarzo se encuentra verticalmente en la línea media de un generador de calor, en el que está instalado un escudo de apantallamiento contra microondas en la parte media, y que está
10 conectado a generadores de microondas a través de tubos de alimentación de microondas, estando dispuesta bajo el reactor una placa de distribución de gas y dentro de cada tubo de alimentación de microondas una membrana de bloqueo de gas, y por que están previstos canales de refrigeración entre la pared del generador de calor y la pared externa del reactor, así como en la placa de distribución de gas.

15 En un acondicionamiento del dispositivo según el documento US 4786477 A, la salida de gas sobresale hacia afuera y está dispuesta de forma suelta, situándose una junta de grafito en el punto de unión con el reactor de cuarzo. La junta de grafito se sujeta por un soporte, que se sitúa en el lado de la salida de gas, y se somete a presión por un muelle en sentido axial. Por lo tanto, la unión se mantiene hermética mediante la presión del muelle sobre el soporte en el reactor de cuarzo, incluso si el reactor se mueve en cierta medida.

20 La parte superior del generador de calor, a través del cual sobresale el tubo de salida de gas hacia afuera, se hermetiza a gases mediante una junta PTFE y un soporte. El tubo de introducción de gas está unido al extremo inferior del generador de calor, y entre el tubo de entrada de gas y el extremo inferior del reactor de cuarzo se inserta una placa de distribución de gas. Se forma una vía de agente refrigerante en la placa de distribución de gas. Un tubo de salida para partículas está unido a la parte inferior del reactor de cuarzo y se extiende hasta un depósito colector de silicio. Una junta de grafito impide la salida de gas de reacción en el punto entre el reactor de cuarzo y el
25 generador de calor. En otra forma de realización del dispositivo, el extremo superior del reactor de cuarzo está unido directamente al tubo de salida de gas. El extremo inferior tiene junta de gas, que impide que se evapore gas de reacción del generador de calor, es decir, se inserta un anillo en O de grafito como junta entre la brida del generador de calor y la brida del reactor de cuarzo y la placa de distribución de gas, para que domine una hermeticidad a gas plena.

30 En el estado de la técnica se realizaron esfuerzos para poner a disposición granulado de silicio policristalino con una baja contaminación con sustancias de dopaje, como boro y fósforo.

35 El documento US 4883687 A da a conocer un granulado de silicio policristalino con una distribución de tamaños de 150 a 1500 μm , un tamaño medio de 650 a 750 μm , un contenido en boro no mayor que 0,25 ppba, un contenido en fósforo no mayor que 0,19 ppba. Este granulado de silicio se produce efectuándose una precipitación de silicio sobre partículas de silicio a una concentración de silano de un 10 a un 100 % en moles en un primer paso, formándose polvo de silicio, y alimentándose las partículas de silicio obtenidas a partir del primer paso a una precipitación a una concentración de silano de un 1 a un 5 % en moles en el segundo paso, con lo cual el polvo de silicio se une a las partículas.

40 El documento US 7708828 B2 da a conocer granulado de silicio policristalino con una baja proporción de poros y con un contenido en sustancia de dopaje en fósforo menor que 300 ppta, preferentemente menor que 150 ppta, y con un contenido en sustancia de dopaje en boro menor que 300 ppta, preferentemente menor que 100 ppta. El documento EP1544167 A1 no informa sobre la contaminación de la superficie del granulado con sustancias de dopaje.

45 El documento WO 2006/062660 A2 da a conocer un granulado de silicio policristalino con un contenido medio en boro y fósforo no mayor que 0,1 ppba respectivamente.

El documento US2003/0159647 A1 da a conocer fragmentos de silicio policristalinos con impurezas menores o iguales a 0,06 ppba de boro y menores o iguales a 0,02 ppba de fósforo a granel. El documento US2003/0159647 A1 no informa sobre la contaminación de la superficie con sustancias de dopaje.

50 El documento US 2013/0189176 A1 da a conocer un fragmento de silicio policristalino con una concentración de 1-50 ppta de boro y 1-50 ppta de fósforo en la superficie. Estas concentraciones de sustancias de dopaje relativamente reducidas se obtienen mediante una pluralidad de medidas, como purificación por destilación de los gases de reacción, empleo de filtros de sala limpia pobres en sustancias de dopaje, así como empleo de revestimientos de instalaciones pobres en sustancias de dopaje, etc.

Para la pureza del granulado de silicio policristalino y de los fragmentos de silicio policristalinos es significativo el

contenido en sustancias de dopaje de los gases de reacción empleados y del gas de fluidización empleado en el procedimiento de lecho turbulento.

El documento US 2012/0193214 A1 da a conocer un procedimiento para la purificación por destilación de clorosilanos, separándose impurezas de boro y fósforo.

5 El documento US 4871524 A da a conocer un procedimiento en el que el gas de escape de hidrógeno de un reactor de lecho turbulento se pone en contacto con carbón activo, con lo cual se eliminan impurezas que contienen fósforo a partir del hidrógeno. El hidrógeno purificado de tal manera se puede alimentar de nuevo al reactor, y puede servir como gas soporte para silanos.

10 A pesar de todos los esfuerzos en el estado de la técnica para la reducción de la concentración de sustancias de dopaje, el granulado de silicio policristalino y los fragmentos de silicio policristalinos no presentan impurezas significativas, en especial con fósforo, hasta la fecha.

De la problemática descrita resulta la tarea de la invención.

15 La invención prevé emplear juntas y/o empaquetaduras de grafito, que contienen menos de 500 ppmw de fósforo, en el medio de abastecimiento, en los reactores de lecho turbulento y en la eliminación de escape de reactores de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino.

20 Del mismo modo está previsto emplear juntas y/o empaquetaduras de grafito, que contienen menos de 500 ppmw de fósforo, en el abastecimiento de medio, en reactores CVD y en la eliminación de gas de escape de reactores CVD para la producción de silicio policristalino en forma de vara (proceso de Siemens). En este caso, por una parte se sellan preferentemente una o varias toberas en los orificios de entrada de gas en la placa de fondo. Por otra parte se sellan preferentemente los conductos tubulares para gases de reacción (hidrógeno, clorosilanos). Asimismo, preferentemente se sella el orificio de gas de escape en la placa de fondo, que está unido a un conducto tubular.

25 Los inventores han descubierto que las juntas y las empaquetaduras, que se emplean en conductos tubulares para el transporte de gases y líquidos de alimentación (H_2 , triclorosilano, HCl), así como en aparatos de precipitación para la producción de polisilicio altamente puro, bajo determinadas condiciones (por ejemplo a presión elevada y/o a temperatura elevada, a velocidad de circulación elevada, en presencia de medios corrosivos), pueden conducir a la contaminación de los gases, líquidos y productos transmitidos. En la precipitación para dar silicio altamente puro, una parte de estas impurezas de las juntas se incorporan al polisilicio. Esto se puede evitar mediante el empleo de juntas especialmente pobres en fósforo.

30 La invención se refiere también a un reactor de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino, que comprende un reactor de cabeza (10), un reactor tubular (3) y un fondo de reactor (9), que comprende además un dispositivo de calefacción, al menos una tobera de gas de fondo para la alimentación de gas de fluidización (2), así como al menos una tobera de gas secundario para la alimentación de gas de reacción (1), una instalación de alimentación de semilla (4) para alimentar partículas de germinación de silicio, un conducto de extracción de producto (5) para granulado de silicio policristalino, así como una instalación para la descarga de gas de escape (6), caracterizado por que la tobera de gas de fondo, la tobera de gas secundario, al menos una, así como el conducto de extracción de productos (5) para granulado de silicio policristalino, están sellados por medio de juntas/empaquetaduras (8) frente al fondo del reactor (9), y por que el tubo de reactor (3) está sellado frente a la cabeza del reactor (10) y el fondo de reactor (9) por medio de juntas (7), estando constituidas las juntas por grafito y conteniendo éstas menos de 500 ppmw de fósforo.

40 Preferentemente se emplean juntas de grafito, que contienen menos de 500 ppmw de fósforo, también en conductos tubulares para el abastecimiento de medio o la eliminación de medio. Esto se refiere a conductos tubulares que abastecen el reactor de gas de fluidización (en especial hidrógeno), o con gas de reacción (en especial mezclas de clorosilano). Esto se refiere además a los conductos tubulares de gas de escape, con los que se descargan gases de escape del reactor. en este caso, las juntas se emplean en especial para el sellado de uniones abridadas.

45 Las juntas empleadas según la invención contienen preferentemente menos de 5 ppmw de B, As y Sb (en suma). De este modo se asegura que salgan de las juntas cantidades apenas muy reducidas de sustancias de dopaje B, As y Sb, y que éstas puedan impurificar el granulado de silicio policristalino.

50 Las juntas contienen preferentemente menos de 1400 ppmw de azufre. Es sabido que azufre es un componente natural de grafito. Mediante purificación y elaboración de grafito se puede reducir el contenido en azufre al nivel citado anteriormente.

Las juntas contienen preferentemente un contenido en cenizas de menos de un 0,3 % en peso (determinado según la norma DIN 51903). El contenido en cenizas refleja el grado de impurificación total de grafito con metales. El grafito

ES 2 666 431 T3

se calcina a 800°C bajo atmósfera oxidante, y después se pesa la cantidad de ceniza remanente y se relaciona con la cantidad de partida. El grafito no tratado tiene habitualmente un contenido en ceniza de hasta un 2 % en peso. Mediante purificación y elaboración se puede reducir el contenido en cenizas.

5 Son especialmente preferentes densidades de grafito con P < 100 ppmw, S < 1000 ppmw, B, As, Sb (en suma) < 1 ppmw, y un contenido en cenizas < 0,1 % en peso.

El grafito para empaquetaduras y anillos de empaquetadura contiene preferentemente menos de 20 ppmw de fósforo, así como un contenido en ceniza de menos de un 0,25 % en peso.

10 De modo especialmente preferente se emplean juntas altamente puras o anillos de empaquetadura de grafito, con un contenido en P de menos de 1 ppmw y una impurificación con Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, S, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn en suma de menos de 5 ppmw.

De este modo se asegura que puedan salir de las juntas e impurificar el granulado de silicio policristalino cantidades apenas muy reducidas de fósforo y los citados metales.

Es ventajoso que la lámina de grafito empleada para el arrollado de empaquetaduras presente un cierto contenido en fósforo, ya que el fósforo hace elástico al grafito.

15 La determinación de las concentraciones de elementos se efectuó por medio de ETV-ICP/OES (alimentación de muestras por medio de evaporación electroquímica/ETV; ICP-OES= "inductively coupled plasma optical emission spectrometry).

En el caso de las juntas se puede tratar de juntas planas (según la norma DIN EN1514-1) o de anillos de junta, o bien empaquetadura (empaquetaduras).

20 Para el sellado de las toberas y del conducto de extracción para granulado se emplean preferentemente toberas en forma de anillo alrededor de las toberas, o los anillos de junta o empaquetadura que rodean el conducto.

Las juntas de grafito pobres en fósforo se emplean preferentemente en componentes de instalación y conductos tubulares que se accionan a temperaturas de 150°C a 900°C.

De modo especialmente preferente se emplean las juntas en el intervalo de temperaturas de 200°C a 550°C.

25 Las juntas de grafito pobres en fósforo se emplean preferentemente en componentes de instalación y conductos tubulares que se accionan a sobrepresiones de 1 a 16 bar.

30 A temperaturas de aplicación por encima de 450°C, las juntas de grafito se emplean preferentemente con reborde interno y externo de acero refinado (por ejemplo X6CrNiMoTi17-12-2, N° de material 1.4571), para proteger el material de junta del contacto directo con oxígeno ambiental y evitar de este modo la oxidación de carbono a dióxido de carbono. El acero refinado empleado presenta preferentemente un contenido en fósforo de un máximo de un 0,045 % en peso y un contenido en fósforo de un máximo de un 0,03 % en peso.

A temperaturas de aplicación de más de 600°C bajo atmósfera de agua, las juntas se realizan preferentemente en cámaras interna y externamente para evitar una metanización de carbono con hidrógeno.

35 Las juntas se distinguen por un contenido reducido en elementos ajenos en el material de junta, que interfieren especialmente en el polisilicio.

En especial, material de junta que se emplea, grafito, está caracterizado por que se cumplen valores límite reducidos determinados para los elementos B, P, Al, As, Sb, S y el contenido en cenizas.

40 A pesar del contenido en P reducido en el grafito se conservan los valores característicos de sellado físico-mecánicos según la norma DIN EN 13555, como por ejemplo la presión superficial en estado de incorporación para el grado de escape L=0,001, de modo que el empleo de las juntas no ocasiona ningún tipo de problema en la práctica.

También a temperaturas de empleo elevadas, las juntas presentan una tasa de difusión P muy reducida a partir del material de junta de grafito en el medio (por ejemplo hidrógeno, clorosilano o producto).

45 La invención se refiere también a un procedimiento para la producción de granulado de silicio policristalino en uno de los reactores de lecho turbulento descritos anteriormente, que comprende fluidización de partículas de germinación

de silicio por medio de una corriente gaseosa en un lecho turbulento, que se calienta por medio de un dispositivo de calefacción, precipitándose silicio policristalino en las superficies calientes de las partículas de germinación de silicio mediante adición de un gas de reacción que contiene silicio, con lo cual se produce el granulado de silicio policristalino.

- 5 El granulado de silicio policristalino producido se descarga preferentemente del reactor de lecho turbulento.

El procedimiento se realiza preferentemente de manera continua, descargándose partículas aumentadas en diámetro mediante precipitación, y añadiéndose con dosificación partículas de germinación de silicio frescas.

Como gas de reacción que contiene silicio se emplea preferentemente triclorosilano. La temperatura del lecho turbulento en la zona de reacción asciende preferentemente a 850-1400 °C en este caso.

- 10 Es igualmente preferente emplear silano (SiH_4) como gas de reacción que contiene silicio. La temperatura del lecho turbulento en la zona de reacción asciende preferentemente a 550-850 °C.

Además es preferente emplear diclorosilano como gas de reacción que contiene silicio. La temperatura del lecho turbulento en la zona de reacción asciende preferentemente 600-1000 °C.

En el caso del gas de fluidización se trata preferentemente de hidrógeno.

- 15 El gas de reacción se inyecta en el lecho turbulento a través de una o varias toberas. Las velocidades de gas locales en la salida de las toberas ascienden preferentemente a 0,5 hasta 200 m/s.

La concentración de gas de reacción que contiene silicio, referida a la cantidad de gas total que circula a través del lecho turbulento, asciende preferentemente a un 5 % en moles hasta un 50 % en moles, de modo especialmente preferente a un 15 % en moles hasta un 40 % en moles.

- 20 La concentración del gas de reacción que contiene silicio en las toberas de gas de reacción, referida a la cantidad de gas total que circula a través de las toberas de gas de reacción, asciende preferentemente a un 20 % en moles hasta un 80 % en moles, de modo especialmente preferente a un 30 % en moles hasta un 60 % en moles. Como gas de reacción que contiene silicio se emplea preferentemente triclorosilano.

- 25 La presión del reactor se mueve en el intervalo de 0 a 7 bar(g), preferentemente en el intervalo de 0,5 a 4,5 bar de sobrepresión.

En un reactor con un diámetro, por ejemplo, de 400 mm, la corriente másica de gas de reacción que contiene silicio asciende preferentemente a 200 hasta 600 kg/h. La corriente volumétrica de hidrógeno asciende preferentemente a 100 hasta 300 Nm^3/h . Para reactores mayores son preferentes cantidades más elevadas de gas de reacción que contiene silicio y H_2 .

- 30 Para el especialista es obvio que algunos parámetros del proceso se seleccionan idealmente en función del tamaño del reactor. Por lo tanto, a continuación se citan datos de operación normalizados a la superficie de sección transversal del reactor, en los que se aplica preferentemente el procedimiento según la invención.

La corriente másica específica de gas de reacción que contiene silicio asciende preferentemente a 1600-5500 $\text{kg}/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$.

- 35 La corriente volumétrica de hidrógeno específica asciende preferentemente a 800-4000 $\text{Nm}^3/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$.

El peso de lecho específico asciende preferentemente a 700-2000 kg/m^2 .

La tasa de dosificación de partículas de germinación específica asciende preferentemente a 7-25 $\text{kg}/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$.

La potencia calefactora de reactor específica asciende preferentemente a 800-3000 kW/m^2 .

- 40 El tiempo de residencia del gas de reacción en el lecho turbulento asciende preferentemente a 0,1 hasta 10 s, de modo especialmente preferente a 0,2 hasta 5 s.

Las características indicadas respecto a las formas indicadas anteriormente de realización del procedimiento según la invención/del empleo según la invención se pueden transferir correspondientemente al dispositivo según la invención. Por el contrario, las características indicadas respecto a las formas indicadas anteriormente de realización del dispositivo según la invención se pueden transferir correspondientemente al procedimiento según la invención/el

empleo según la invención. Ésta y otras características de las formas de realización según la invención se explican en la descripción de figuras y en las reivindicaciones. Las características aisladas se pueden realizar por separado o en combinación como formas de realización de la invención. Además, éstas pueden describir realizaciones ventajosas, que son patentables independientemente.

5 Breve descripción de la figura

La Fig. 1 muestra la estructura esquemática de un reactor de lecho turbulento.

La Fig. 2 muestra una forma de realización de una junta.

Lista de signos de referencia

	1	Gas de reacción
10	2	Gas de fluidización
	3	Tubo de reactor
	4	Alimentación de simiente
	5	Conducto de extracción de producto
	6	Gas de escape
15	7	Junta
	8	Junta/empaquetadura
	9	Fondo de reactor
	10	Cabeza del reactor
	11	Material de junta
20	12	Reborde externo
	13	Reborde interno
	14	Chapa soporte

El reactor de lecho turbulento está constituido por un depósito de reactor, en el que se introduce un tubo de reactor 3, y se limita hacia arriba mediante la cabeza del reactor 10 y hacia abajo mediante el fondo de reactor 9.

25 Entre una pared interna del depósito de reactor y la pared externa del tubo de reactor 3 se puede encontrar una camisa intermedia. Tal camisa intermedia contiene material aislante y está cargada con un gas inerte, o bien se lava con un gas inerte. La presión en la camisa intermedia puede ser más elevada que en el espacio de reacción, que se limita mediante las paredes del tubo de reactor 3.

En el interior del tubo de reactor 3 se encuentra el lecho turbulento de granulado de polisilicio.

30 Como gases de alimentación se añaden al reactor el gas de fluidización 2 y la mezcla de gases de reacción 1.

El gas de fluidización 2 se alimenta a través de toberas de gas de fondo y la mezcla de gases de reacción 1 se alimenta a través de las denominadas toberas de gas secundario (toberas de gas de reacción).

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

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

La cabeza del reactor 10 puede tener una sección transversal mayor que el lecho turbulento.

A través de una instalación de alimentación de germen 4 se añade germen al reactor en la cabeza del reactor 10.

El granulado de silicio policristalino se extrae en el fondo del reactor 9 a través de un conducto de extracción de producto 5.

40 En la cabeza del reactor 10 se extrae el gas de escape del reactor 6.

Las toberas de gas de fondo, las toberas de gas secundario, así como el conducto de extracción de producto 5 para granulado de silicio policristalino, están selladas por medio de juntas/empaquetaduras 8 frente al fondo del reactor 9. En este caso se trata preferentemente de anillos de empaquetadura.

45 El tubo de reactor 3 está sellado frente a la cabeza del reactor 10 y el fondo del reactor 9 por medio de juntas 7. En este caso se trata preferentemente de juntas planas.

Las juntas/empaquetaduras 7, 8 están constituidas por grafito, y contienen menos de 500 ppmw de fósforo.

La Fig. 2 muestra una realización de una junta plana con material de junta 11, reborde externo 12, reborde interno 13 y chapa soporte 14.

El reborde externo 12 y el reborde interno 13 están constituidos por acero refinado.

- 5 El material de junta 11 es grafito, que contiene menos de 500 ppm de fósforo.

Ejemplos

Se investigó qué influencia tienen las juntas y anillos de empaquetadura pobres en silicio sobre la calidad del producto. A tal efecto se emplearon comparativamente juntas y anillos de empaquetadura constituidos por grafito estándar con contenido en P fluctuante hasta 1000 ppm.

- 10 En primer lugar se investigan las juntas para conductos tubulares.

En un conducto tubular para el transporte de hidrógeno caliente a 500°C a un reactor de precipitación para polisilicio se sustituyeron las juntas de grafito estándar con reborde interno y externo de acero refinado por juntas de grafito pobre en fósforo altamente puro (contenido en P menos de 500 ppmw) con reborde interno de acero refinado y reborde externo de acero refinado.

- 15 En un segundo conducto tubular para el transporte de triclorosilano caliente a 300°C a un reactor de precipitación para polisilicio se sustituyeron las juntas de grafito estándar con reborde interno de acero refinado por juntas de grafito pobre en fósforo con reborde interno de acero refinado.

Mediante la sustitución de las juntas estándar por juntas de grafito pobres en fósforo se pudo mejorar la calidad de producto del granulado de polisilicio, ya que se redujo el contenido en P en un 12 %.

- 20 Finalmente, en el segundo paso se investigaron las juntas para el sellado del tubo de reactor frente al fondo del reactor y la cabeza del reactor.

- 25 Para el sellado de un tubo de reacción de lecho turbulento para la precipitación de granulado de polisilicio se emplean juntas de grafito estándar resistentes a altas temperaturas. Después de realizar estas juntas con el grafito especial pobre en fósforo (contenido en P menos de 500 ppmw), se pudo reducir el contenido en P en el granulado de polisilicio en un 12 % adicional.

En el tercer paso se investigaron los anillos de junta para los sellados de las toberas, o bien de los pasos de gas a través del fondo del reactor.

- 30 Para el sellado de pasos de gas en un reactor de lecho turbulento para la producción de granulado de Si altamente puro se emplean empaquetaduras de grafito estándar. Mediante el empleo de anillos de empaquetadura de grafito especial, con contenido en P especialmente reducido (< 1 ppmw), se pudo reducir el contenido en P en un 10 %.

- 35 La anterior descripción de formas de realización ejemplares se debe entender a modo de ejemplo. La manifestación efectuada de este modo posibilita al especialista entender por una parte la presente invención y las ventajas vinculadas a la misma, y por otra parte comprende también variaciones y modificaciones de las estructuras y procedimientos descritos también evidentes en el conocimiento del especialista. Por lo tanto, tales variaciones y modificaciones, así como sus equivalentes, deben estar cubiertos por el ámbito de protección de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 1.- Reactor de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino, que comprende un reactor de cabeza (10), un reactor tubular (3) y un fondo de reactor (9), que comprende además un dispositivo de calefacción, al menos una tobera de gas de fondo para la alimentación de gas de fluidización (2), así como al menos una tobera de gas secundario para la alimentación de gas de reacción (1), una instalación de alimentación de simiente (4) para alimentar partículas de germinación de silicio, un conducto de extracción de producto (5) para granulado de silicio policristalino, así como una instalación para la descarga de gas de escape (6), caracterizado por que la tobera de gas de fondo, la tobera de gas secundario, al menos una, así como el conducto de extracción de productos (5) para granulado de silicio policristalino, están sellados por medio de juntas/empaquetaduras (8) frente al fondo del reactor (9), y por que el tubo de reactor (3) está sellado frente a la cabeza del reactor (10) y el fondo de reactor (9) por medio de juntas (7), estando constituidas las juntas/empaquetaduras (7, 8) por grafito y conteniendo éstas menos de 500 ppmw de fósforo.
- 2.- Reactor de lecho turbulento según la reivindicación 1, conteniendo las juntas/empaquetaduras (7,8) menos de 5 ppmw de boro, arsénico y antimonio en suma.
- 3.- Reactor de lecho turbulento según la reivindicación 1 o según la reivindicación 2, conteniendo las juntas/empaquetaduras (7,8) menos de 1400 ppmw de azufre.
- 4.- Reactor de lecho turbulento según una de las reivindicaciones 1 a 3, presentando las juntas/empaquetaduras (7,8) un contenido en ceniza de menos de un 0,3 % en peso.
- 5.- Reactor de lecho turbulento según la reivindicación 4, conteniendo las juntas/empaquetaduras (7,8) menos de 100 ppmw de fósforo, menos de 1000 ppmw de azufre, menos de 1 ppmw de boro, arsénico y antimonio en suma, y presentando un contenido en ceniza de menos de un 0,1 % en peso.
- 6.- Reactor de lecho turbulento según una de las reivindicaciones 1 a 5, conteniendo las juntas/empaquetaduras (7,8) menos de 1 ppmw de fósforo y menos de 5 ppmw de impurezas con Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, S, Sb, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn en suma.
- 7.- Procedimiento para la producción de granulado de silicio policristalino que se lleva a cabo en un reactor de lecho turbulento según una de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende fluidización de partículas de germinación de silicio por medio de una corriente gaseosa en un lecho turbulento, que se calienta por medio de un dispositivo de calefacción, precipitándose silicio policristalino en las superficies calientes de las partículas de germinación de silicio mediante adición de un gas de reacción que contiene silicio, con lo cual se produce el granulado de silicio policristalino.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, empleándose triclorosilano como gas que contiene silicio, y calentándose el lecho turbulento a una temperatura de 850-1400°C.
- 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, empleándose silano como gas que contiene silicio, y calentándose el lecho turbulento a una temperatura de 550-850°C.
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 7, empleándose diclorosilano como gas que contiene silicio, y calentándose el lecho turbulento a una temperatura de 600-1000°C.
- 11.- Empleo de juntas y/o empaquetaduras de grafito, que contienen menos de 500 ppmw de fósforo, en reactores de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino en el abastecimiento de medio y la eliminación de gas de escape de reactores de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino.
- 12.- Empleo de juntas y/o empaquetaduras de grafito, que contienen menos de 500 ppmw de fósforo, en el abastecimiento de medio y la eliminación de gas de escape de reactores de lecho turbulento para la producción de granulado de silicio policristalino.

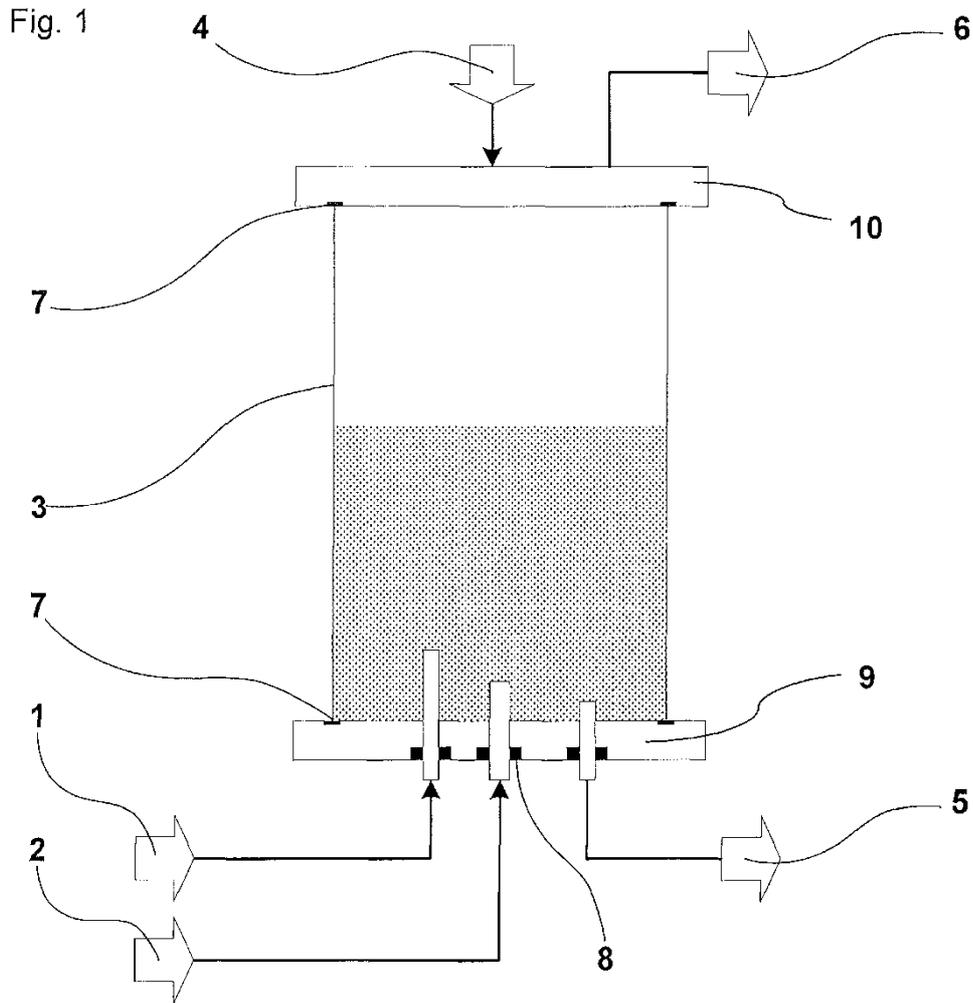


Fig. 2

