



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105797656 A

(43)申请公布日 2016.07.27

(21)申请号 201610149976.4

B01J 8/30(2006.01)

(22)申请日 2013.05.09

C01B 33/029(2006.01)

(30)优先权数据

G23C 16/442(2006.01)

13/481,548 2012.05.25 US

G23C 16/24(2006.01)

(62)分案原申请数据

201380036496.1 2013.05.09

(71)申请人 罗克斯达技术有限责任公司

地址 美国华盛顿

(72)发明人 马克·W·达瑟尔

大卫·A·布雷斯勒

(74)专利代理机构 北京鸿德海业知识产权代理

事务所(普通合伙) 11412

代理人 袁媛

(51)Int.Cl.

B01J 8/40(2006.01)

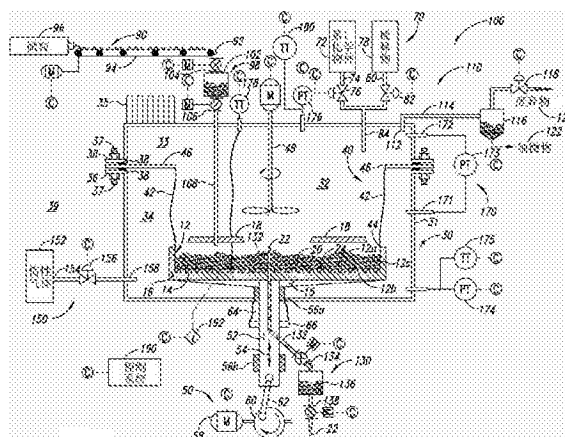
权利要求书6页 说明书27页 附图4页

(54)发明名称

机械地流体化的硅沉积系统和方法

(57)摘要

机械地流体化的系统和工艺允许高效、成本有效的硅生产。可以向受热盘或者锅提供粒子，该受热盘或者锅被振荡或者振动以提供反应表面。粒子在盘或者锅中向下迁移，并且在反应物产品达到希望的状态时，反应物产品在盘或者锅中向上迁移。可以回收废气。



1. 一种机械地流体化的反应器,包括:

其中具有室的壳,所述室具有上部分和下部分;

在所述壳的所述室中接收的用于在其中移动的锅,所述锅具有下表面、上表面、周界和至少部分绕着所述锅的所述周界相对于所述上表面上延伸的周界壁,所述锅的所述上表面暴露于所述室的所述上部分,所述锅的所述下表面暴露于所述室的下部分;

气体入口,活动地耦合到所述室的所述上部分以向所述室的所述上部分中接收包括至少第一化学物种的气体。

包括至少一个振动传输构件的传输装置,所述至少一个振动传输构件被耦合为振动所述锅以机械地使所述锅的所述上表面承载的微粒床流体化;

具有通道的至少一个套管,所述至少一个传输构件穿过所述通道,并且所述通道约束所述至少一个传输构件为沿着单个轴的振荡轴向移动;以及

加热器,热传导地耦合为向所述锅的所述上表面提供热以向所述微粒床传导地传送热能以在维持所述室的所述上部分的温度低于所述第一化学物种的分解温度时将所述微粒床的温度提高到至少所述第一化学物种的分解温度。

2. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器,其中所述单个轴被与所述锅的所述上表面正交地定向。

3. 根据权利要求2所述的机械地流体化的反应器,其中所述至少一个套管包括具有第一套管通道的第一套管和具有第二套管通道的第二套管,所述第二套管通道与所述第一套管通道轴向地对准,并且所述第二套管从所述第一套管相对地隔开。

4. 根据权利要求3所述的机械地流体化的反应器,还包括:

包围所述第一套管或者所述第二套管中的至少一个套管的靴。

5. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器,其中所述锅包括以下各项中的至少一项:不锈钢合金、镍合金和石墨合金;并且还包括:

在所述锅的所述上表面的至少部分上的层,所述层包括以下各项中的至少一项:石英、硅化物和碳化硅。

6. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器,其中所述锅包括316钢合金并且还包括在所述锅的所述上表面的至少部分上的碳化硅层。

7. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器,还包括电耦合到所述锅以在所述锅上产生静电电荷的电荷生成器,所述静电电荷足以吸引在所述微粒床中的具有比形成所述微粒床的所述粒子的算术平均粒子直径更小的直径的所述粒子的至少部分。

8. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器,还包括:

柔性膜,将所述室划分成所述锅的所述上表面被暴露于的上部分和所述锅的所述下表面被暴露于的下部分;

惰性气体入口,活动地耦合到所述室的所述下部分以向所述室的所述下部分中接收惰性气体;

微粒入口,活动地耦合到所述室的所述上部分以在所述锅的上表面上接收和沉积微粒的深度以在其上形成所述微粒床。

9. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,其中所述柔性膜包括金属风箱。

10. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,其中包括所述第一化学物种的所述

气体和稀释物被添加到所述室的所述上部分以在其中提供整体气体混合物;以及其中所述整体气体混合物在小于600℃的温度。

11.根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,还包括活动地耦合到所述室的所述上部分的至少一个分析器;

其中所述至少一个分析器提供指示以下各项中的至少一项的至少一个输出:在所述室的所述上部分中的所述第一化学物种的浓度;以及在所述室的所述上部分中的稀释物的浓度。

12.根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,还包括:

至少一个风扇,至少部分地设置于所述室的所述上部分内,以在所述室的所述上部分内循环至少包括所述第一化学物种的所述气体。

13.根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,还包括:

至少一个表面特征,设置于所述壳的外表面上并且与所述室的所述上部分邻近热传导地耦合到所述壳,以从所述室的所述上部分向与所述壳的所述外表面邻近的冷却剂传递热能。

14.根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,其中所述微粒床包括多个粒子,每个粒子具有相应粒子表面积,形成所述微粒床的所述粒子的所述粒子表面积之和定义合计床表面积,所述锅的所述上表面定义锅表面积;以及所述合计床表面积与所述锅表面积之比大于10:1。

15.根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器,其中所述加热器升高所述微粒床的温度至至少400℃。

16.根据权利要求15所述的机械地流体化的反应器,其中包括所述第一化学物种的所述气体被半批量式添加到所述室的所述上部分并且与所述微粒床接触;

其中所述第一化学物种的至少部分热分解以在所述微粒床中的所述粒子的至少部分上沉积多晶硅层;以及

其中在所述微粒床中的所述粒子的具有所述多晶硅层的所述部分从所述锅被半连续地或者连续地去除。

17.根据权利要求16所述的机械地流体化的反应器,其中所述第一化学物种的转换率至少为80%;以及

其中所述第一化学物种的所述转换率被测量为在所述粒子上的所述多晶硅层中沉积的硅质量与在所述室的所述上部分中接收的所述第一化学物种中存在的硅质量的百分比。

18.根据权利要求15所述的机械地流体化的反应器,其中包括所述第一化学物种的气体和—一个或者多个稀释物被连续地添加到所述室的所述上部分并且与所述微粒床接触;

其中所述第一化学物种的至少部分热分解以在所述粒子的至少部分上沉积多晶硅层,以在所述微粒床中形成基本上高斯粒子尺寸分布;

其中从所述室的所述上部分去除废气,以在所述室的所述上部分中维持工艺条件,所述工艺条件包括以下各项中的至少—项:

在所述废气中的第一化学物种的摩尔分数;

所述室的所述上部分接收的所述第一化学物种的分数转换率;以及

在所述室的所述上部分中的第一化学物种的部分压强;以及

其中在所述微粒床中的所述粒子的具有所述多晶硅层的所述部分从所述锅被连续地去除。

19. 根据权利要求18所述的机械地流体化的反应器, 其中所述第一化学物种的所述转换率至少为40%; 以及

其中所述第一化学物种的所述转换率被测量为在所述粒子上的所述多晶硅层中沉积的硅质量与在所述室的所述上部分中接收的所述第一化学物种中存在的硅质量的百分比。

20. 根据权利要求18所述的机械地流体化的反应器, 其中从所述微粒床连续地去除的具有所述多晶硅层的所述粒子部分从基本上高斯粒子尺寸分布的最高50%被抽取; 以及

其中从所述微粒床连续地去除的所述粒子部分通过调整所述微粒床的深度来调整。

21. 根据权利要求20所述的机械地流体化的反应器, 还包括经过所述锅向其中包含的所述微粒床中竖直地突出的空心构件;

其中所述微粒床的所述深度至少部分基于所述空心构件向所述微粒床中的所述竖直突出。

22. 根据权利要求18所述的机械地流体化的反应器, 其中体积传送速率在所述锅的所述上表面的0.04升每分钟每平方英寸表面积($l/min-in^2$)与 $1.00l/min-in^2$ 之间。

23. 根据权利要求22所述的机械地流体化的反应器, 其中所述体积传送速率使用以下各项中的至少一项来调整:

至少一个风扇的速度改变, 所述至少一个风扇至少部分地设置于所述室的所述上部分内;

在所述至少一个风扇和与所述微粒床邻近设置的至少一个热反射构件之间的距离改变, 所述至少一个热反射构件包括至少一个孔;

在所述室的所述上部分中的总压强; 以及

所述至少一个孔的尺寸改变。

24. 根据权利要求18所述的机械地流体化的反应器, 其中微粒在从所述锅的所述上表面的10个粒子每分钟每平方英寸表面积($p/min-in^2$)到 $200p/min-in^2$ 的速率被添加到所述微粒床。

25. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 还包括:

热反射构件, 设置于所述室的所述上部分中并且与所述微粒床邻近, 所述热反射构件用于向所述微粒床返回所述微粒床辐射的所述热能的至少部分。

26. 根据权利要求25所述的机械地流体化的反应器, 其中向所述室的所述上部分中接收的包括所述第一化学物种的所述气体的至少部分在所述热反射构件的至少部分之上通过, 以维持所述热反射构件在小于 $400^{\circ}C$ 的温度。

27. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 其中所述室的所述下部分接收的所述惰性气体在小于 $400^{\circ}C$ 的温度。

28. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 其中所述室的所述下部分被维持在比在所述室的所述上部分中维持的压强更大的压强。

29. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 还包括:

检测器, 响应于在所述室的所述下部分中的所述惰性气体来检测所述惰性气体从所述室的所述下部分泄漏。

30. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 其中所述室的所述下部分接收的所述惰性气体包括以下各项中的至少一项: 氮、氦和氩。

31. 根据权利要求8所述的机械地流体化的反应器, 其中所述室的所述上部分接收的所述第一化学物种包括以下各项中的至少一项: 硅烷、二氯硅烷、三氯硅烷或者四氯硅烷。

32. 根据权利要求1所述的机械地流体化的反应器, 还包括用于控制所述锅的所述振荡运动的至少一个控制器;

其中所述控制器相继地使致动器操作以机械地使所述微粒床流体化第一时间段并且使所述致动器操作以使所述微粒床调稳第二时间段; 以及

其中所述第一时间段与所述第二时间段之比大于1:1。

33. 一种机械地流体化的反应器, 包括:

其中具有室的壳;

在所述壳的所述室中接收的用于在其中移动的锅, 所述锅具有下表面、上表面、周界和至少部分绕着所述锅的所述周界相对于所述上表面上延伸的周界壁, 以及开放的上部分;

包括至少一个振动传输构件的传输装置, 所述至少一个振动传输构件被耦合为振动所述锅, 以机械地使所述锅的所述上表面承载的微粒床流体化;

柔性膜, 将所述室划分成所述锅的所述上表面被暴露于的上部分和所述锅的所述下表面被暴露于的下部分;

压强设备, 响应于在所述室的所述上部分中的压强与在所述室的所述下部分中的压强之间的压强差;

惰性气体入口, 活动地耦合到所述室的所述下部分以向所述室的所述下部分中接收惰性气体;

微粒入口, 活动地耦合到所述室的所述上部分, 以在所述锅的所述上表面上接收和沉积微粒的深度以在其上形成所述微粒床;

气体入口, 活动地耦合到所述室的所述上部分以向所述室的所述上部分中接收至少包括第一化学物种的气体; 以及

加热器, 热传导地耦合到开放顶锅以向所述微粒床传导地传送热能以在维持所述室的所述上部分的温度低于所述第一化学物种的分解温度时将所述微粒床的温度提高到至少所述第一化学物种的分解温度。

34. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器, 其中包括所述第一化学物种的所述气体和稀释物被添加到所述室的所述上部分以在其中提供整体气体混合物; 以及

其中所述整体气体混合物被维持在小于600°C的温度。

35. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器, 其中所述压强设备还维持在所述室的所述上部分中的测量的压强与在所述室的所述下部分中的测量的压强之间的小于5英镑每平方英寸(psi)的压强差。

36. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器, 还包括:

至少一个气体循环设备, 至少部分地设置于所述室的所述上部分内并且可操作用于在所述室的所述上部分内循环至少包括所述第一化学物种的所述气体。

37. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器, 其中所述微粒床包括多个粒子, 所

述多个粒子中的每个粒子具有相应粒子表面积；

其中所述粒子表面积之和定义合计床表面积；

其中所述锅的所述上表面定义锅表面积；以及

其中所述合计床表面积与所述锅表面积之比大于10:1。

38. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器，其中所述柔性膜包括金属风箱。

39. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器，其中形成所述微粒床的所述粒子的温度使用所述加热器来增加至至少400℃。

40. 根据权利要求39所述的机械地流体化的反应器，其中包括所述第一化学物种的气体被连续地添加到所述室的所述上部分并且与所述微粒床接触；

其中所述第一化学物种的至少部分热分解以在形成所述微粒床的所述粒子的至少部分上沉积多晶硅层；

其中废气从所述室的所述上部分被去除以在所述室的所述上部分中维持工艺条件，所述工艺条件包括以下各项中的至少一项：

在所述废气中的第一化学物种的摩尔分数；

所述上室接收的所述第一化学物种的分数转换率；以及

在所述室的所述上部分中的第一化学物种的部分压强；以及

其中在所述微粒床中的所述粒子的具有所述多晶硅层的所述部分从所述锅被连续地去除。

41. 根据权利要求40所述的机械地流体化的反应器，其中所述第一化学物种的所述转换率至少为50%，所述第一化学物种的所述转换率被测量为在所述室的所述上部分中接收的所述第一化学物种中的硅质量与在所述粒子上的所述多晶硅层中沉积的硅质量的百分比。

42. 根据权利要求40所述的机械地流体化的反应器，其中从所述微粒床连续地去除的具有所述多晶硅层的所述粒子部分通过调整所述微粒床的深度来调整。

43. 根据权利要求42所述的机械地流体化的反应器，还包括经过所述锅向其中包含的所述微粒床中竖直地突出的空心构件；

其中所述微粒床的所述深度至少部分基于所述空心构件向所述微粒床中的所述竖直突出。

44. 根据权利要求40所述的机械地流体化的反应器，其中包括所述第一化学物种的所述气体和一个或者多个稀释物在从所述锅的所述上表面的0.04升每分钟每平方英寸表面积($l/min-in^2$)到1.001/min- in^2 的体积传送速率被添加。

45. 根据权利要求40所述的机械地流体化的反应器，其中微粒在从所述锅的所述上表面的10个粒子升每分钟每平方英寸表面积($p/min-in^2$)到80p/min- in^2 的速率被添加到所述微粒床。

46. 根据权利要求33所述的机械地流体化的反应器，还包括：

热构件，设置于所述室的所述上部分中并且与所述微粒床邻近，以向所述微粒床中反射回所述微粒床辐射的所述热能的至少部分。

47. 一种操作机械地流体化的反应器的方法，所述方法包括：

经由传输装置物理地使锅移位，所述锅具有下表面、上表面、周界和至少部分绕着所述

锅的所述周界相对于所述上表面向上延伸的周界壁,所述传输装置包括可操作地耦合到所述锅的至少一个传输构件,致动器用于沿着由沿着与所述锅的所述上表面的至少部分正交的单个轴的双向运动定义的振荡运动路径物理地使所述开放顶锅移位;

向所述锅添加粒子以提供包括与所述锅的所述上表面接触的多个粒子的机械地流体化的微粒床;

在室的上部分中接收包括第一化学物种的气体,所述室被柔性膜划分成所述锅的所述上表面被暴露于的所述上部分和所述锅的所述下表面被暴露于的下部分,其中向所述室的所述上部分中接收的所述气体被维持在小于所述第一化学物种的分解温度;

加热所述微粒床至至少所述第一化学物种的分解温度;

使用至少一个气体循环设备在所述室的所述上部分内并且经过所述机械地流体化的微粒床的至少部分循环所述气体;

热分解所述第一化学物种的至少部分以在所述加热的机械地流体化的微粒床内形成第二化学物种;以及

在形成所述机械地流体化的微粒床的所述粒子的至少部分的外表面上沉积所述第二化学物种,其中所述第二化学物种的所述沉积增加形成所述机械地流体化的微粒床的所述粒子的所述相应部分的直径。

48. 根据权利要求47所述的操作机械地流体化的反应器的方法,还包括:

在所述室的所述下部分中接收惰性气体;

其中在所述室的所述下部分中的所述惰性气体施加的压强超过在所述室的所述上部分中的所述气体施加的压强。

49. 根据权利要求48所述的操作机械地流体化的反应器的方法,还包括:

控制在所述室的所述下部分与所述室的所述上部分之间的压强差为小于5psi。

50. 根据权利要求47所述的操作机械地流体化的反应器的方法,还包括:

机械地使所述微粒床流体化第一时间段;以及

使所述微粒床的所述机械流体化暂停第二时间段;

其中所述第一时间段与所述第二时间段之比大于1:1。

51. 根据权利要求48所述的操作机械地流体化的反应器的方法,还包括:

控制在所述室的所述下部分内的温度以维持在所述室的所述下部分内的从25°C到400°C的所述温度。

52. 根据权利要求47所述的操作机械地流体化的反应器的方法,其中加热所述微粒床至至少所述第一化学物种的分解温度包括:

控制向热传导地耦合到所述锅的一个或者多个电加热元件的电流量。

53. 根据权利要求47所述的操作机械地流体化的反应器的方法,还包括:

向所述锅静电地吸引比形成所述机械地流体化的微粒床的所述粒子的算术平均粒子直径更小的直径的所述粒子的至少部分。

机械地流体化的硅沉积系统和方法

[0001] 本申请是申请号201380036496.1,申请日2013年5月9日,发明名称:机械地流体化的硅沉积系统和方法的分案申请。

技术领域

[0002] 本公开一般地涉及可以适合用于例如经由化学气相沉积生产硅、例如多晶硅的机械地流体化的反应器。

背景技术

[0003] 硅、具体为多晶硅是从其制成大量多种半导体产品的基材。硅形成许多集成电路技术以及光伏换能器的基础。高纯度硅是业界特别感兴趣的。

[0004] 在包括化学气相沉积反应器和流体化的床反应器的不同类型的反应设备中执行用于生产多晶硅的工艺。已经例如在多种美国专利或者公开的申请(例如参见美国专利号3,011,877;3,099,534;3,147,141;4,150,168;4,179,530;4,311,545;以及5,118,485)中描述化学气相沉积(CVD)工艺、具体为西门子或者“热接线”工艺的各种方面。

[0005] 硅烷和三氯硅烷均用作为用于生产多晶硅的馈给材料。硅烷更容易可用作高纯度给料,因为比三氯硅烷更易于提纯。三氯硅烷的生产引入硼和磷杂质,这些杂质由于它们往往具有与三氯硅烷本身的沸点接近的沸点而难以去除。虽然硅烷和三氯硅烷二者用作西门子型化学气相沉积反应器中的给料,但是三氯硅烷在这样的反应器中被更常用。在另一方面,硅烷是用于在流体化的床反应器中生产多晶硅的更常用给料。

[0006] 硅烷在用作为用于化学气相沉积或者流体化的床反应器的给料时具有缺点。在西门子型化学气相沉积反应器中从硅烷生产多晶硅与在这样的反应器中从三氯硅烷生产多晶硅比较可能需要两倍的电能。另外,资金成本高,因为西门子型化学气相沉积反应器从硅烷产出仅约为从三氯硅烷产出多晶硅的一半之多。因此,从更高硅纯度产生的任何优点被在西门子型化学气相沉积反应器中从硅烷生产多晶硅时的更高资金和操作成本抵消。这已经造成常用三氯硅烷作为用于在这样的反应器中生产多晶硅的馈给材料。

[0007] 作为用于在流体化的床反应器中生产多晶硅的给料的硅烷与在西门子型化学气相沉积反应器中的生产比较而言具有关于电能使用的优点。然而有抵消操作成本优点的缺点。在使用流体化的床反应器时,即使给料的纯度高,工艺本身仍然可能造成更低质量多晶硅产品。例如,在流体化的床反应器中生产的多晶硅也可能由于在流体化的床内发现的通常研磨条件而包括来自在提供流体化的床时使用的设备的金属杂质。另外,可能形成多晶硅尘埃,这些多晶硅尘埃可能通过在反应器内形成超细微粒子材料来干扰操作并且也可能减少总产出。另外,在流体化的床反应器中生产的多晶硅可能包含必须通过后续加工而去除的残留氢气。因此,虽然高纯度硅烷可以获得,但是使用高纯度硅烷作为用于在任一类型的反应器中生产多晶硅的给料可能被指出的缺点限制。

[0008] 化学气相沉积反应器可以用来将以蒸汽或者气态形式存在的第一化学物种转换成固体材料。该沉积可以并且普遍地确实涉及到将第一化学物种转换或者分解成一个或者

多个第二化学物种,这些第二化学物种之一是基本上非挥发性物种。

[0009] 通过将衬底加热至如下温度来引起在衬底上分解和沉积第二化学物种,第一化学物种在该温度在与衬底接触时分解以提供前述第二化学物种中的一个或者多个第二化学物种,这些第二化学物种之一是基本上非挥发性物种。这样形成和沉积的固体可以是在整体形式、比如非移动杆上沉积的或者在移动衬底、比如珠、颗粒或者在化学上和在结构上适合用作衬底的其它相似粒子物质上沉积的相继环形层的形式。

[0010] 当前在流体化的床反应器中生产或者生长珠,其中在穿过流体化的床反应器的气流中悬浮积聚由分解反应的充当用于附加生长的种子的希望产品和预形成的珠组成的尘埃积聚。由于为了在流体化的床反应器内使床流体化而需要的高气体体积,其中包含第一化学物种的气体的体积不足以在反应器内使床流体化,补充流体化气体、比如惰性或者边际反应气体用来提供为了使床流体化而必需的气体体积。作为惰性或者仅边际反应气体,包含第一化学物种的气体与补充流体化气体之比可以用来控制或者以别的方式限制在流体化的床反应器内的反应速率或者流体化的床反应器提供的产品基质。

[0011] 然而,使用补充流体化气体可能增加工艺设备的尺寸并且也增加用于从在流体化的床反应器内使用的补充气体分离在退出流体化的床反应器的气体中存在的任何未反应或者分解的第一化学物种的分离和处理成本。

[0012] 在常规流体化的床反应器中,硅烷和一个特或者多个稀释物、比如氢可以用来使床流体化。由于流体化的床反应器温度被维持在足以热分解硅烷的水平,所以用来使床流体化的气体由于与床的紧密接触而必然地被加热至相同床温度。例如,向在超过500℃的温度操作的流体化的床反应器馈给的硅烷气体本身被加热至它的自动分解温度。这一加热使硅烷气体中的一些硅烷气体经历自发热分解,该自发热分解产生经常称为“非晶尘埃”或者“多晶粉末”的极细微(例如具有0.1微米或者更小的粒子直径)硅粉末。硅烷在衬底上形成多晶粉末而不是优选的多晶硅沉积代表损失的产出并且不利地影响生产经济。很细微多晶粉末有静电并且相当难以从产品粒子分离用于从系统去除。此外,如果未分离多晶粉末,则形成规格外多晶颗粒(即具有比约1.5mm的希望直径更小的粒子尺寸的多晶颗粒)从而进步破坏产出并且进一步不利地影响生产经济。

[0013] 在一些实例中,硅烷产出损失成多晶粉末在约1%的级别、但是可以范围从约0.5%到约5%。平均多晶粉末粒子尺寸通常约为0.1微米、但是可以范围从约0.05微米到约1微米。1%产出损失因此可能产生约 1×10^{16} 个多晶粉末粒子。除非从流体化的床去除这些细微多晶粉末粒子,多晶粉末将提供仅有业界希望直径1.5的1/3,000的粒子。因此,用于从流体化的床或者从气体外流体床反应器高效地去除超细微粒子的能力是重要的。然而,静电力经常妨碍从气体外成品或者流体床反应器过滤超细微多晶粉末。因此,最小化或者理想地避免形成超细微多晶粉末的工艺很有利。

发明内容

[0014] 可以概括一种机械地流体化的反应器为包括:其中具有室的壳;在壳的室中接收的用于在其中移动的锅(“pan”),锅具有下表面面、上表面、周界和至少部分绕着锅的周界相对于上表面向上延伸的周界壁;包括至少一个振动传输构件的传输装置,至少一个振动传输构件被耦合为振动锅以机械地使锅的上表面承载的微粒床流体化;具有通道的至少一

个套管,至少一个传输构件穿过通道,并且通道约束至少一个传输构件为沿着单个轴的振荡轴向移动;以及加热器,热传导地耦合为向锅的上表面提供热以向微粒床传导地传送热能。

[0015] 单个轴可以被与锅的上表面正交地定向(“oriented normally”)。至少一个套管可以包括具有第一套管通道的第一套管和具有第二套管通道的第二套管,第二套管通道与第一套管通道轴向地对准,并且第二套管从第一套管相对地隔开。机械地流体化的反应器还可以包括包围第一套管或者第二套管中的至少一个套管以保持至少一个传输构件的振荡运动所产生的任何细微物或者污染物的靴(“boot”)。锅可以包括以下合金中的至少一个合金:钢合金、不锈钢合金、镍合金和石墨合金;并且还可以包括层,层包括以下各项中的至少一项:石英、硅化物、碳化硅等。碳化硅例如耐用并且减少金属离子、比如镍、铬和铁从锅向多晶硅涂覆的粒子迁移的倾向。锅可以包括316钢合金并且还可以包括在锅的上表面的至少部分上的碳化硅层。机械地流体化的反应器还可以包括电耦合到锅以在锅上产生静电电荷的电荷生成器,静电电荷足以吸引在机械地流体化的微粒床中的具有比形成机械地流体化的微粒床的粒子的算术平均粒子直径更小的直径的粒子的至少部分。机械地流体化的反应器还可以包括:柔性膜,将室划分成锅的上表面被暴露于的上部分和锅的下表面被暴露于的下部分;惰性气体入口,活动地(“fluidly”)耦合到室的下部分以向室的下部分中接收惰性气体;微粒入口,活动地耦合到室的上部分以在锅的内表面上接收和沉积微粒的深度以在其上形成微粒床;以及气体入口,活动地耦合到室的上部分以向室的上部分中接收至少包括第一化学物种的气体。包括第一化学物种的气体和稀释物被添加到室的上部分以形成整体气体混合物(“bulk gas mixture”),整体气体混合物具有比第一化学物种的自动分解温度更小、例如小于约600℃的温度。机械地流体化的反应器还可以包括:至少一个风扇,至少部分地设置于室的上部分内以在室的上部分内循环至少包括第一化学物种的气体。机械地流体化的反应器还可以包括:至少一个表面特征,设置于壳的外表面上并且与室的上部分邻近热传导地耦合到壳以从室的上部分向与壳的外表面邻近的冷却剂传送热能。微粒床可以包括多个粒子,每个粒子具有相应粒子表面积,形成微粒床的粒子的粒子表面积之和定义合计床表面积,锅的上表面定义锅表面积;以及合计床表面积与锅表面积之比大于约10:1。加热器可以升高机械地流体化的微粒床的温度至至少400℃。包括第一化学物种的气体可以被间歇地添加到室的上部分并且与机械地流体化的微粒床接触;其中第一化学物种的至少部分热分解以在机械地流体化的微粒床中的粒子的至少部分上沉积多晶硅层;以及其中在机械地流体化的微粒床中的粒子的具有多晶硅层的部分从锅被间歇地去除。在间歇气体添加的情况下,第一化学物种的转换率可以至少约为95%;以及其中第一化学物种的转换率可以被测量为在粒子上的多晶硅层中沉积的硅质量与在室的上部分中接收的第一化学物种中存在的硅质量的百分比。包括第一化学物种的气体可以被连续地添加到室的上部分并且与机械地流体化的微粒床接触;其中第一化学物种的至少部分热分解以在形成机械地流体化的微粒床的粒子的至少部分上沉积多晶硅层;以及其中在机械地流体化的微粒床中的粒子的具有多晶硅层的部分从锅被连续地去除。在连续气体添加的情况下,第一化学物种的转换率可以至少约为70%;以及其中第一化学物种的转换率可以被测量为在粒子上的多晶硅层中沉积的硅质量与在室的上部分中接收的第一化学物种中存在的硅质量的百分比。在微粒床内,通常形成高斯粒子尺寸分布。微粒床的振荡或者振动运动

辅助按尺寸对粒子进行分类。更大直径粒子将往往朝着微粒床的表面上升或者“漂浮”，而更小直径粒子将往往朝着微粒床的底部落下或者“下沉”。从微粒床连续地去除的具有多晶硅层的粒子部分可以通过调整机械地流体化的微粒床的深度来调整。机械地流体化的反应器还可以包括经过锅向其中包含的机械地流体化的微粒床中竖直地突出的空心构件；其中机械地流体化的微粒床的深度至少部分基于空心构件向机械地流体化的微粒床中的竖直突出。机械地流体化的反应器还可以包括在室的上部分中并且与机械地流体化的微粒床邻近设置的热反射构件，热反射构件用于向机械地流体化的微粒床返回机械地流体化的微粒床辐射的热能的至少部分。向室的上部分中接收的包括第一化学物种的气体的至少部分可以在热反射构件的至少部分之上通过以维持热反射构件在小于400℃的温度。室的下部分接收的惰性气体可以在小于400℃的温度。室的下部分可以被维持在比在室的上部分中维持的压强更大的压强。机械地流体化的反应器还可以包括：检测器，响应于在室的下部分中的惰性气体检测惰性气体从室的下部分泄漏。在至少一些实例中，检测器可以放置在容器的上室以内。室的下部分接收的惰性气体可以包括以下各项中的至少一项：氮、氦和氩。室的上部分接收的第一化学物种可以包括以下各项中的至少一项：硅烷、二氯硅烷、三氯硅烷或者四氯硅烷。机械地流体化的反应器还可以包括用于控制锅的振荡运动的至少一个控制器；其中控制器相继地使致动器操作以机械地使微粒床流体化第一时间段并且使致动器停止操作以使微粒床调稳第二时间段；以及其中第一时间段与第二时间段之比大于约1:1。

[0016] 可以概括一种机械地流体化的反应器为包括：其中具有室的壳；在壳的室中接收的用于在其中移动的锅，锅具有下表面、上表面、周界和至少部分绕着锅的周界相对于上表面向上延伸的周界壁；包括至少一个振动传输构件的传输装置，至少一个振动传输构件被耦合为振动锅以机械地使锅的上表面承载的微粒床流体化；柔性膜，将室划分成锅的上表面被暴露于的上部分和锅的下表面被暴露于的下部分；压强设备，响应于在室的上部分中的压强与在室的下部分中的压强之间的压强差；惰性气体入口，活动地耦合到室的下部分以向室的下部分中接收惰性气体；微粒入口，活动地耦合到室的上部分以在锅的上表面上接收和沉积微粒的深度以在其上形成微粒床；气体入口，活动地耦合到室的上部分以向室的上部分中接收至少包括第一化学物种的气体；以及加热器，热传导地耦合到开放顶锅以向机械地流体化的微粒床传导地传送热能。

[0017] 压强设备还可以维持在室的上部分中的测量的压强与在室的下部分中的测量的压强之间的小于约5英镑每平方英寸规格(psi)的压强差。机械地流体化的反应器还可以包括：至少一个气体循环设备，至少部分地设置于室的上部分内并且可操作用于在室的上部分内循环至少包括第一化学物种的气体。微粒床可以包括多个粒子，多个粒子中的每个粒子具有相应粒子表面积；其中粒子表面积之和定义合计床表面积；其中锅的上表面定义锅表面积；以及其中合计床表面积与锅表面积之比大于约10:1。形成机械地流体化的微粒床的粒子的温度可以使用加热器来增加至至少400℃。包括第一化学物种的气体可以被连续地添加到室的上部分并且与机械地流体化的微粒床接触；其中第一化学物种的至少部分热分解以在形成机械地流体化的微粒床的粒子的至少部分上沉积多晶硅层；以及其中在机械地流体化的微粒床中的粒子的具有多晶硅层的部分从锅被连续地去除。第一化学物种的转换率可以至少约为95%，第一化学物种的转换率被测量为在室的上部分中接收的第一化学物种中的硅质量与在粒子上的多晶硅层中沉积的硅质量的百分比。从微粒床连续地去除的

具有多晶硅层的粒子部分可以通过调整机械地流体化的微粒床的深度来调整。机械地流体化的反应器还可以包括经过锅向其中包含的机械地流体化的微粒床中竖直地突出的空心构件；以及其中机械地流体化的微粒床的深度至少部分基于空心构件向机械地流体化的微粒床中的竖直突出。机械地流体化的反应器还可以包括在室的上部分中并且与机械地流体化的微粒床邻近设置为向机械地流体化的微粒床反射回机械地流体化的微粒床辐射的热能的至少部分的热构件。

[0018] 可以概括一种操作机械地流体化的反应器的方法为包括：经由传输装置物理地使锅移位，锅具有下表面、上表面、周界和至少部分绕着锅的周界相对于上表面向上延伸的周界壁，传输装置包括可操作地耦合到锅的至少一个传输构件，致动器用于沿着由沿着与锅的上表面的至少部分正交的单个轴的双向运动定义的振荡运动路径物理地使开放顶锅移位；使粒子向锅流动以提供包括与锅的上表面接触的多个粒子的机械地流体化的微粒床；加热机械地流体化的微粒床至大于400℃的温度；在室的上部分中接收包括第一化学物种的气体，室被柔性膜划分成锅的上表面被暴露于的上部分和锅的下表面被暴露于的下部分；使用至少一个气体循环设备在室的上部分内并且经过机械地流体化的微粒床的至少部分循环气体；热分解第一化学物种的至少部分以在加热的机械地流体化的微粒床内形成第二化学物种；以及在形成机械地流体化的微粒床的粒子的至少部分的外表面上沉积第二化学物种，其中第二化学物种的沉积增加形成机械地流体化的微粒床的粒子的相应部分的直径；以及从机械地流体化的微粒床有选择地至少分离粒子的具有超过阈值的直径的部分。

[0019] 操作机械地流体化的反应器的方法还可以包括在室的下部分中接收惰性气体；其中在室的下部分中的惰性气体施加的压强超过在室的上部分中的气体施加的压强。操作机械地流体化的反应器的方法还可以包括控制在室的下部分与室的上部分之间的压强差值为小于约5psig。操作机械地流体化的反应器的方法还可以包括：机械地使微粒床流体化第一时间段；以及使微粒床的机械流体化暂停第二时间段；其中第一时间段与第二时间段之比大于约1:1。操作机械地流体化的反应器的方法还可以包括：控制在室的下部分内的温度以维持在室的下部分内的从约25℃到约375℃的温度。加热机械地流体化的微粒床至大于400℃的温度可以包括控制向热传导地耦合到锅的下表面的一个或者多个电加热元件的电流。操作机械地流体化的反应器的方法还可以包括向锅静电地吸引比形成机械地流体化的微粒床的粒子的算术平均粒子直径更小的直径的粒子的至少部分。

附图说明

[0020] 在附图中，相同标号标识相似单元或者动作。附图中的单元的尺寸和相对定位未必按比例绘制。例如，各种单元和角度的形状未按比例绘制，并且这些单元中的一些单元被任意地放大和定位以提高附图可理解性。另外，单元的特定形状如绘制的那样未旨在于传达关于特定单元的实际形状的任何信息而仅已经被选择用于在附图中易于识别。

[0021] 图1是根据一个所示实施例的示例半批量机械地流体化的沉积系统的部分截面图，该沉积系统包括壳、位于在壳内形成的室的上部分中的粒子床、耦合到粒子床以沿着单个运动轴经由振荡或者振动机械地使床流体化的传输系统、用于向与机械地流体化的粒子床邻近的室的上部分递送包括第一化学物种和一个或者多个稀释物的整体气体混合物的气体供应子系统以及各种供应线和输出线。

[0022] 图2是根据一个所示实施例的示例连续机械地流体化的沉积系统的部分截面图,该沉积系统包括壳、位于在壳内形成的室的上部分中的粒子床、耦合到粒子床以沿着单个运动轴经由振荡或者振动机械地使床流体化的传输系统、用于向与机械地流体化的粒子床邻近的室的上部分个别地递送第一化学物种和一个或者多个稀释物的气体供应子系统以及各种供应线和输出线。

[0023] 图3是包括三个串行地耦合的半批量反应容器的示例半批量生产工艺的示意图,这些反应容器适合用于使用图1中所示示例半批量机械地流体化的沉积系统来生产第二化学物种涂覆的粒子。

[0024] 图4是包括三个串行地耦合的连续反应容器的示例连续生产工艺的示意图,这些反应容器适合用于使用图2中所示示例连续机械地流体化的沉积系统来生产第二化学物种涂覆的粒子。

具体实施方式

[0025] 在以下描述中,包括某些具体细节以提供对各种公开的实施例的透彻理解。然而,本领域技术人员将认识无这些具体细节中的一个或者多个具体细节或者用其它方法、部件、材料等仍然可以实现实施例。在其它实例中,尚未具体示出或者描述与用于制成硅的系统关联的熟知结构、包括但不限于容器设计和构造细节、冶金性质、管道、控制系统设计、混合器设计、分离器、蒸发器、阀、控制器或者最终控制单元以免不必要地模糊对实施例的描述。

[0026] 除非上下文另有需要,贯穿说明书和所附权利要求,字眼“包括”及其变化、比如“包括”将在开放、包含意义上解释、也就是解释为“包括但不限于”。

[0027] 贯穿本说明书对“一个实施例”或者“实施例”或者“另一实施例”或者“一些实施例”或者“某些实施例”的引用意味着结合该实施例描述的特定引用物特征、结构或者特性被包括在至少一个实施例中。因此,短语“在一个实施例中”或者“在实施例中”或者“在另一实施例中”或者“在一些实施例中”或者“在某些实施例中”在贯穿本说明书的各处出现未必都指代相同实施例。另外,可以在一个或者多个实施例中以任何适当方式组合特定特征、结构或者特性。

[0028] 应当指出,如在本说明书和所附权利要求中使用的那样,单数形式“一个/一种”和“该”除非上下文另有明示则包括复数引用物。因此,例如,对氯硅烷的引用包括单个氯硅烷物种、但是也可以包括多个氯硅烷类物种。也应当注意术语“或者”除非上下文另有明示则一般用作包括“和/或”。

[0029] 如这里所用,术语“硅烷”是指 SiH_4 。如这里所用,术语“硅烷类”一般用来指代硅烷和/或其任何衍生物。如这里所用,术语“氯硅烷”是指硅烷衍生物,其中一个或者多个氢已经被氯取代。术语“氯氯硅烷类”是指一个或者多个氯硅烷物种。氯硅烷类以单氯硅烷(SiH_3Cl 或者MCS);双氯硅烷(SiH_2Cl_2 或者DCS);三氯硅烷(SiHCl_3 或者TCS);或者四氯硅烷、也称为四氯化硅(SiCl_4 或者STC)微粒。硅烷类的熔点和沸点随着分子中的氯数目增加。因此,例如,硅烷在标准温度和压强($0^\circ\text{C}/273\text{K}$ 和 100kPa)是气体,而四氯化硅是液体。如这里所用,术语“硅”是指原子硅、即具有分子式 Si 的硅。除非另有指定,在指代这里公开的方法和系统的硅产品时这里可互换地使用术语“硅”和“多晶硅”。除非另有指定,这里表达为百

分比的浓度应当被理解为意味着浓度按照摩尔百分比。

[0030] 这里提供的标题仅为了方便而未解释实施例的范围或者含义。

[0031] 图1示出根据一个所示实施例的半批量机械地流体化的床反应器系统100。在半批量机械地流体化的床反应器系统100中,向在反应容器30内的室32的上部分33间歇地引入新鲜粒子92以及包括受控数量的第一化学物种和一个或者多个稀释物的整体气体混合物。粒子形成经由加热器14加热至如下温度的机械地流体化的微粒床20,该温度超过第一化学物种的热分解温度。随着整体气体混合物渗透机械地流体化的微粒床20,在微粒床20内的第一化学物种的热分解在床中的粒子上沉积第二化学物种以形成涂覆的粒子22。经由涂覆的粒子收集子系统130从反应容器30间歇地去除涂覆的粒子22。

[0032] 机械地流体化的床反应器系统100包括在机械地使粒子、种子、尘埃、颗粒、细粒、珠等(为了清楚和间接,下文统称为“粒子”或者“微粒”)流体化时和在经由加热器14向机械地流体化的微粒床20提供热时有用的机械地流体化的床装置10。微粒床20中的加热、机械地流体化的粒子在提供物理衬底时有用,第二化学物种、比如多晶硅通过热分解第一化学物种、比如硅烷、氯硅烷或者其组合而沉积在该物理衬底上。机械地流体化的床反应器系统100也可以包括反应容器30中的室32,其中第二化学物种的分解经常在提高的温度和压强(例如相对于大气)出现在该室中。一个或者多个容器壁31从容器外界39分离室32。反应容器30可以以整体或者多件式设计为特征。在图1中所示一个示例中,示出反应容器30为使用一个或者多个紧固器系统、比如一个或者多个法兰36、螺纹紧固器37和密封构件38而组装的多件式容器。

[0033] 机械地流体化的床装置10可以被定位在反应容器30中的室32中。系统100还包括传输子系统50、气体供应子系统70、微粒供应子系统90、气体恢复子系统110、涂覆的粒子收集子系统130、惰性气体馈送子系统150和压强子系统170。系统100也可以包括连通地耦合到形成该系统的各种部件和子系统的自动化或者半自动化的控制系统190。为了清楚,使用虚线和“©”符号来描绘各种部件到控制系统190的连通耦合。以下随后具体讨论这些结构、系统或者子系统。每个结构、系统或者子系统。

[0034] 在反应容器30内的室32可以被升高至或者维持在相对于容器外界环境39的升高的温度或者压强。因此,容器壁31为适当材料、设计和构造,该材料、设计和构造具有充分安全裕度以耐受在室32内的预计工作压强和温度,这些工作压强和温度可以包括反应容器30的反复的压强和热循环。此外,反应容器30的总形状可以被选择或者设计为耐受这样的预计工作压强或者适应优选粒子床20配置或者几何形状。在至少一些实例中,反应容器30可以按照覆盖压强容器构造的美国机械工程师协会(ASME)第VIII节代码(最新版本)来制作。在一些实例中,反应容器30的设计和构造可以适应容器的部分或者完全拆卸用于操作、检查、维护或者修理。可以通过使用反应容器30本身上的螺纹式或者法兰式连接或者产生的与反应容器30的活动连接来有助于这样的拆卸。

[0035] 反应容器30可以可选地包括容器壁31的外表面的全部或者部分上的一个或者多个表面特征35。表面特征35可以与容器壁31一体或者可以热传导地耦合到容器壁31。热能可以从室32被去除并且在一些实例中经由从室32经过容器壁31向一个或者多个表面特征35传导传送热能而向外界环境39耗散。虽然在图1中描绘为系列冷却鳍(仅示出数个)提供用于向外界环境39对流热耗散的延伸的表面区域,但是这样的表面特征35也可以包括其它表面

特征、具有在其中循环的一个或者多个冷却剂的冷却护套(为了清楚而在图1中未示出)或者表面特征和冷却护套的各种组合的类型、配置或者组合。在一些实例中,表面特征35可以有选择地被设置在室32或者反应容器30的易于局部化聚集热能的部分上以辅助耗散或者分布这样的热能。

[0036] 机械地流体化的床装置10包括至少一个锅12,该至少一个锅具有上表面12a、下表面12b和至少部分地绕着上表面12a延伸的周界壁12c。加热器14经由与锅12的热传导耦合向锅12b的至少底表面的部分提供热能。传输子系统50经由振荡传输构件52物理地和可操作地耦合到锅12。虽然在图1中示出振荡传输构件52附着到锅12b的底表面,但是振荡传输构件52可以可操作地耦合到锅12的任何表面。一个或者多个加强构件15可以被设置在锅12的下表面12b周围或者其它表面周围以增加锅12的硬度和减少锅12的操作挠曲。在一些实例中,一个或者多个加强构件15可以被设置在锅12a的上表面上以提高锅12的硬度或者提高机械地流体化的粒子床20的流体化或者流动特性。

[0037] 如这里和在权利要求中使用的术语“机械地流体化”是指例如通过以如下方式振荡或者振动微粒床20来使形成微粒床20的粒子机械悬浮或者流体化,该方式促进粒子的流动和循环(即“机械流体化”)。例如,如通过锅12的物理移位(例如振动或者振荡)而生成的机械流体化因此不同于通过使气体穿过微粒床而生成的气态床流体化。这里和在权利要求中可互换地使用术语“振动”和“振荡”及其变化(例如振动、振荡)。

[0038] 尽管锅12可以具有任何形状或者配置,但是在至少一些情形中,锅12具有大体地圆形形状,该大体地圆形形状具有从约1英寸到约120英寸;从约1英寸到约96英寸;从约1英寸到约72英寸;从约1英寸到约48英寸;从约1英寸到约24英寸;或者从约1英寸到约12英寸的直径。锅12c的周界壁可以从锅12a的上表面大体地垂直地延伸至比机械地流体化的微粒床20的深度更大的高度以在操作期间在锅12的上表面12a上保持床。在一些实例中,周界壁12c的高度可以被设置在从锅12a的上表面的一段距离,从而形成微粒床20的微粒的部分在周界壁的顶部之上流动用于由涂覆的粒子去除子系统130捕获。周界壁12c可以在锅12a的上表面以上延伸从约0.25英寸到约12英寸;从约0.5英寸到约10英寸;从约0.75英寸到约8英寸;从约1英寸到约6英寸;或者从约1英寸到约3英寸的距离。

[0039] 锅12的接触机械地流体化的微粒床20的部分由也抵抗微粒床20中的第一化学物种、稀释物和涂覆的粒子的化学降解的抗研磨或者腐蚀材料形成。使用具有适当物理和化学抗性的锅12减少流体化的微粒床20被从锅12释放的污染物污染的可能性。在至少一些实例中,锅12可以包括合金、比如石墨合金、镍合金、不锈钢合金或者其组合。抵抗研磨或者腐蚀的弹性材料层或者涂层减少不想要的产品堆积或者减少机械地流体化的微粒床20的污染可能被沉积在锅12的全部或者部分上的可能性。在一些实例中,层或者涂层可以包括但不限于:石英层、硅化物层或者碳化硅层。硅化物层例如耐用并且减少来自组成锅的金属的金属离子、比如镍、铬和铁向锅12中的多晶硅涂覆的粒子中迁移的倾向。在一个实例中,锅12包括316不锈钢而硅化物层被沉积在上表面12a和周界壁12c的与机械地流体化的微粒床20接触的至少部分上。

[0040] 为了提高包括第一化学物种的整体气体混合物向微粒床20中渗透,微粒床20被机械地流体化以增加在形成床的粒子之间的隙间空隙的数目或者尺寸。此外,微粒床20的机械流体化使在床内的粒子流动和贯穿床循环、由此向床中汲取第一化学物种以及加速第一

化学物种贯穿机械地流体化的微粒床20的渗透和混合。在机械地流体化的微粒床20内的在第一化学物种与加热的粒子之间实现的紧密接触造成热分解第一化学物种的至少部分以提供在形成在机械地流体化的微粒床20的粒子的外表面中沉积的第二化学物种。

[0041] 在操作中,初始地形成微粒床20的新鲜粒子92和向微粒床20添加的粒子可以是相似尺寸(例如,0.25mm)。然而,由于第二化学物种被沉积在粒子的外表面上,所以粒子直径(例如0.25mm到

[0042] 2.5mm)的分布在微粒床20中形成。附加细微粒子或者“细微物”可以通过微粒床20中的粒子的研磨和断裂或者通过第二化学物种的自成核而形成在微粒床20内。有时可以有利的保持机械地流体化的微粒床20内的细微物以提供附加第二化学物种沉积部位或者减少在壳30内的尘埃形成。有时可以有利的从系统100去除细微物。这样的去除可以至少部分地例如通过过滤在室33的上部分中存在的整体气体混合物的至少部分来实现。这样的去除也可以至少部分地例如通过过滤从室33的上部分去除的废气的至少部分来实现。这样的通过过滤除整体气体混合物或者废气来从系统100去除细微物是可能的,因为机械地流体化的微粒床20生成的气态对流气流将自然地往往将掩模形成的这些粒子一如在床以上的整体气体混合物中。也有利的是去除通过沉积第二化学物种而形成的更大涂覆的粒子。在机械地流体化的微粒床20内,具有更大直径的涂覆的粒子22(即具有第二化学物种的更大沉淀物的粒子)将往往在床20内“上升”并且“漂浮”在床20的表面上而具有更小直径的粒子24(即具有第二化学物种的更少沉淀物的粒子)将往往在床20内“下沉”。在一些实例中,这一效果可以通过将静电电荷放置在与锅12的全部或者部分上以朝着锅12并且因此向床20的底部静电地吸引更小粒子、由此在床20内保持更小粒子并且减少在室33的上部分内形成尘埃来增强。

[0043] 在系统100内,室32已经使用分割子系统40而划分成上部分33和下部分34,该分割子系统包括柔性膜42,该柔性膜被物理地粘附、附着或者耦合44到锅12并且物理地耦合46到反应容器30。柔性膜42划分室32,从而锅12a的上表面向室33的上部分暴露并且锅12b的下表面向室34的下部分暴露。

[0044] 为了适应在锅12与反应容器30之间的在系统100的操作期间出现的相对运动,柔性膜42可以包括如下材料或者是如下构造,该材料或者构造能够耐受锅12沿着单个运动轴54的潜在地延伸和反复的振荡或者振动。在一些实例中,柔性膜42可以是风箱型构造,该构造适应锅12沿着单个运动轴54的移位。在其它实例中,柔性膜42可以包括“靴”或者相似柔性耦合或者膜,该“靴”或者相似柔性耦合或者膜结合或者包括弹性材料,该弹性材料既化学地又热抵抗室32的上部分33和下部分34二者中的物理和化学环境。在至少一些实例中,柔性膜42可以全部或者部分是柔性金属构件、例如柔性316SS构件。在至少一些实施例中,柔性构件44到反应容器30的物理耦合46可以包括法兰或者相似结构,该法兰或者相似结构被适配用于在两个或者更多反应容器30配对表面之间、例如如图1中所示在法兰36之间插入。可以沿着以下各项中的一项或者多项制作在柔性膜42与锅12之间的物理耦合44:锅12a的上表面、锅12b的下表面或者锅12c的周界壁。在一些实例中,柔性膜42的全部或者部分可以与锅12的至少部分或者反应容器30的至少部分一体地形成。在一些实例中,在柔性膜42中的一些或者所有柔性膜包括金属构件时,柔性膜42可以被焊接或者相似地热键合到锅12、容器30或者锅12和容器30二者。

[0045] 包括第一化学物种和可选地包括一个或者多个稀释物的气体被混合并且作为整体气体混合物被气体供应子系统70经由单个入口84供应到室33的上部分。向室33的上部分供应的整体气体混合物例如使用压强传输器176来产生可测量的压强。如果允许压强仅在室33的上部分内堆积,则为了沿着单个运动轴54振荡或者振动锅12而需要的来自传输子系统50的力的数量将随着由于整体气体混合物在锅12a的上表面上施加的压强造成增加在室33的上部分中的整体气体混合物的压强而增加。为了减少为了振荡或者振动锅12而需要的力,可以使用惰性气体供应子系统150来向室34的下部分引入惰性气体或者惰性气体混合物。向室34的下部分中引入惰性气体可以减少在室33的上部分与室34的下部分中的压强差。减少在室33的上部分与室34的下部分之间的压强差减少为了振荡或者振动锅12而需要的来自传输子系统50的输出力。

[0046] 传输子系统50用来沿着单个运动轴54振荡或者振动锅12。传输子系统50包括能够提供锅12沿着单个运动轴54的振荡或者振动移位的任何系统、设备或者系统和设备的任何组合。在至少一些实例中,单个运动轴54可以与锅12a的上表面正交(即垂直)。传输子系统50可以包括能够沿着单个运动轴54振荡或者振动锅12的至少一个电系统、机械系统、机电系统或者其组合。一个或者多个套管56a、56b(统称为“套管56”)基本上对准锅12沿着单个运动轴54的振动或者振荡运动。

[0047] 套管56也横向地或者在未与单个运动轴54对准的其它方向上局限、约束或者以别的方式限制锅12的失控或者非既定移位。维持锅12的振动或者振荡运动与单个运动轴54基本上对准有利地减少在机械地流体化的微粒床20内形成“细微物”的可能性并且有利地增加锅12中的涂覆的粒子分布的均匀性、由此提高在微粒床20内的总体转换、产出或者粒子尺寸分布。限制“细微物”在微粒床20内的形成可以通过增加在形成微粒床20的粒子上沉积的第二化学物种的数量来增加第二化学物种的总产出。

[0048] 第一套管56a被设置在振荡传输构件52周围并且包括振荡传输构件52穿过的孔。在一些实例中,第一套管56a可以与容器壁31邻近被设置在振荡传输构件52周围。在其它实例中,第一套管56a可以从容器壁31远离被设置在振荡传输构件52周围。在一些实例中,第二套管56b在从第一套管56a远离的位置被沿着单个运动轴54设置并且也包括振荡传输构件52穿过的孔。套管56的这样的间隔式布置而通道被沿着单个运动轴对准辅助维持沿着单个运动轴54对准振荡传输构件52。另外,套管56的间隔式布置也有利地限制或者约束振荡传输构件52在未与单个运动轴54对准的方向上的运动或者移位。

[0049] 振荡传输构件52可以使用任何数目的电、机械或者机电驱动器来驱动。在至少一些情形中,驱动器可以包括机电系统,该机电系统包括耦合到凸轮60或者相似设备的原动机、比如马达58,该凸轮或者相似设备能够经由联接62向振荡传输构件52提供又向锅12传输的规律、可重复、振荡或者振动运动。锅12沿着单个运动轴54的振荡或者振动可以在一个频率或者在任何数目的频率出现。例如,锅12可以在第一频率被振荡或者振动第一时间段和在与第一频率不同并且可以是0Hz的第二频率被振荡或者振动第二时间段。在至少一些实例中,锅12可以具有从约1周期每秒(Hz)到约4,000Hz;约500Hz到约3,500Hz;或者约1,000Hz到约3,000Hz的振荡或者振动频率。

[0050] 另外,可以固定或者至少部分基于涂覆机械地流体化的微粒床20中的粒子的第二化学物种的希望性质来变化锅12沿着单个运动轴54的振荡或者振动移位的量值。在至少一

些实例中,锅12可以具有从约0.01英寸至约0.5英寸;或者从约0.015英寸至约0.25英寸;或者从约0.03英寸至约0.125英寸的振荡或者振动移位。在至少一些实例中,锅12的振荡或者振动的频率或者锅12的振荡或者振动移位中的任一项或者二者可以例如使用控制系统190在一个或者多个值范围内连续地可调整。变更或者调整锅12的振荡或者振动的频率或者移位可以提供有利于在机械地流体化的微粒床20中的粒子的表面上沉积具有优选深度、结构、组成或者其它物理或者化学性质的第二化学物种的条件。

[0051] 在一些实例中,靴64被设置在振荡传输构件52周围。靴64可以例如在容器壁31、振荡传输构件52或者容器30和振荡传输构件52二者活动地耦合到容器30。靴64从在容器30周围的外部环境39隔离室34的下部分。在一些实例中,靴64可以使用轴杆密封来替换或者扩充以防止气体从室34的下部分向外部环境39排放。靴64(除了柔性膜42之外还)提供防止包含第一化学物种的气体向外部环境39逃逸的次密封构件。在一些实例中,第一化学物种可以包括可以在外部环境39中通常发现的条件之下引火的硅烷。在这样的实例中,靴64提供的第二密封即使在柔性膜42故障的情况下仍然可以最小化向外部环境泄漏的可能性。

[0052] 在一些实例中,靴64包括风箱型密封或者相似柔性地折叠的膜状结构。在其它实例中,靴64可以包括弹性柔性型耦合或者相似弹性膜状结构。靴64的第一端可以暂时地或者持久地粘附、附着或者以别的方式键合到容器壁31的外表面,并且靴64的第二端可以相似地暂时地或者持久地粘附、附着或者以别的方式键合到振荡传输构件52上的环66或者相似结构。在至少一些实例中,响应于在室32内的第一化学物种、一个或者多个稀释物或者惰性气体的气体检测器(图1中未示出)可以设置于在室34的下部内部或者在靴64外部的的位置以检测从反应容器30泄漏。

[0053] 锅12振荡或者振动以机械地使微粒床20流体化。振荡传输构件52经过套管56a的运动可能在正常操作期间产生污染物。这样的污染物可以包括可以向室32中排入的来自套管56a的零件的削片、来自振荡传输构件52的金属削片等以及其它污染物。在无柔性构件44时,向室32中排入的这样的污染物可以进入机械地流体化的微粒床20从而潜在地污染其中包含的涂覆的粒子22的全部或者部分。柔性构件44的存在因此减少在机械地流体化的微粒床20内的来自金属或者塑料削片、润滑物或者由于传输子系统50的例行操作而生成的相似残骸或者材料的污染可能性。

[0054] 活动地耦合到室34的下部分的惰性气体供应子系统150可以包括惰性气体贮存器152、管道154和一个或者多个惰性气体最终控制元件156、比如一个或者多个流量或者压强控制阀。一个或者多个惰性气体最终控制元件156可以调制、调节或者以别的方式控制室34的下部分中的惰性气体的准入速率或者压强。从惰性气体贮存器152提供的惰性气体可以包括在存在第一化学物种时表现非反应性质的一个或者多个气体。在一些实例中,惰性气体可以包括但不限于以下各项中的至少一项:氩、氮或者氦。

[0055] 在室34的下部分中的惰性气体可以被维持在比在室33的上部分中的整体气体混合物的压强更大的压强。通过维持室34的下部分中的压强在比在室33的上部分中的压强更大的水平,柔性膜42的任何破裂或者经过柔性膜42的泄漏将造成惰性气体从室34的下部分传向室33的上部分。在一些实例中,至少响应于在室34的下部分中的惰性气体的分析器或者检测器可以放置在室33的上部分中。检测到这样的惰性气体向室33的上部分的泄漏可以指示柔性膜32的故障而在上室33内安全地保持第一化学物种。在一些实例中,响应于在室

34的下部分中的惰性气体的分析器或者检测器可以放置在容器10周围的外界环境39中以检测非反应气体从室34的下部分向外泄漏。向室34的下部分引入的惰性气体可以在从约5psig到约300psig;从约5psig到约250psig;从约5psig到约200psig;从约5psig到约150psig;从约5psig到约100psig;从约5psig到约50psig的压强。

[0056] 如使用一个或者多个温度发送器175测量的在室34的下部分中的惰性气体的温度可以被维持在第一化学物种的热分解温度以下。维持惰性气体的温度在第一化学物种的热分解温度以下有利地减少第二化学物种在柔性膜44上沉积的可能性,因为相对冷的惰性气体将往往限制在系统100的例行操作期间在柔性膜44内的热堆积。向室44的下部分引入的惰性气体可以在从约25℃到约375℃;从约25℃到约300℃;从约25℃到约225℃;从约25℃到约150℃;或者从约25℃到约75℃的温度。

[0057] 一个或者多个差动压强系统170用来监视并且如果必需则控制在室33的上部分与室34的下部分之间的压强差。如以上讨论的那样,在室32的上部分33与下部分34之间的过量差动压强可能增加为了振荡或者振动锅12而需要的力并且因而增加为了振荡或者振动锅12而需要的功率。包括耦合到差动压强发送器173的下室压强传感器171和上室压强传感器172的差动压强系统170可以用来提供指示在室32的上部分33与下部分34之间的压强差的工艺变量信号。在室32的上部分33与下部分34之间的差动压强可以由控制系统190控制或者调整。例如,控制系统190可以通过分别调制或者控制最终控制元件76或者82或者通过调制或者控制排气阀118调整向室33的上部分引入的整体气体混合物的流量或者压强来调整室33的上部分中的压强。

[0058] 控制系统190可以通过调制或者控制最终控制元件156调整从惰性气体贮存器152向室34的下部分引入的惰性气体的流量或者压强来调整室34的下部分中的压强。在室33的上部分与室34的下部分之间的差动压强可以被维持在少于约25psig;少于约10psig;少于约5psig;少于约1psig;少于约20英寸水;或者少于约10英寸水。

[0059] 与锅12邻近的加热器14可以采用多种形式、例如响应于由源192提供的电流通过而以热的形式产生热能的一个或者多个辐射或者电阻元件。加热器14经由由加热器14提供的热能经过锅12的传导和辐射传送来增加锅12和其中包含的机械地流体化的微粒床20的温度。加热器14可以例如与在电锅顶炉或者浸没加热器中普遍发现的镍/铬/铁(“镍铬铁合金”或者Calrod®)相似。可以使用一个或者多个温度发送器178来测量微粒床20的温度。在一些实例中,控制系统190可以响应于机械地流体化的微粒床20的测量的温度可变地调整源192的电流输出以维持特定床温度。控制系统190可以维持机械地流体化的微粒床20在比第一化学物种在室33的上部分中的测量的工艺条件(例如压强、整体气体组成等)的热分解温度或者以上。

[0060] 例如,在第一化学物种包括硅烷并且在反应容器内的测量的规格压强约为175磅每平方英寸(psig)时,约550℃的温度将造成硅烷的热分解和多晶硅(即第二化学物种)在微粒床20中的粒子上的沉积。在氯硅烷形成机械地流体化的微粒床20中的第一化学物种的至少部分时,使用与特定氯硅烷或者氯硅烷混合物的分解温度相当的温度。依赖于在室33的上部分内的测量的压强和第一化学物种的组成,机械地流体化的微粒床20可以具有从约100℃到约900℃的;从约200℃到约700℃的;或者从约300℃到约600℃的平均或者整体温度。在至少一些实例中,机械地流体化的微粒床20的温度可以例如使用控制系统190在一个

或者多个范围或值内半自动地或者自动地可调整以在微粒床20内提供有利于在机械地流体化的微粒床20中的粒子的表面上沉积具有优选厚度、结构或者组成的第二化学物种的热环境。

[0061] 加热器14可以装入密封的容器中。热绝缘材料16可以被沉积在辐射或者电阻元件的除了形成锅12b的底表面的部分或者与锅12b的底表面邻近的辐射或者电阻元件的部分之外的所有侧周围。热绝缘材料16可以例如是在“玻璃顶”炉中使用的玻璃陶瓷材料(例如 $\text{Li}_2\text{O} \cdot x \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n \text{SiO}_2$ 系统或者LAS系统)等,其中电加热元件定位于玻璃陶瓷蒸煮表面以下。在一些情形中,热绝缘材料16可以包括一个或者多个硬或者半硬难熔型材料、比如硅酸钙。在一些实例中,可以在热绝缘材料16中包括热反射材料以朝着锅12b的下表面反射加热器14发射的热能的至少部分。

[0062] 在至少一些实例中,至少一个热反射构件18可以位于室33的上部分内并且定位为向床返回机械地流体化的微粒床20辐射的热能的至少部分。这样的热反射构件18可以有利地辅助在维持机械地流体化的微粒床20的温度时减少加热器14消耗的能量数量。此外,至少一个热反射构件18也可以有利地辅助通过限制从机械地流体化的微粒床20向室33的上部分辐射的热能数量来维持在室33的上部分中的在第一化学物种的热分解温度以下的温度。在至少一些实例中,热反射构件18可以是抛光的热反射不锈钢或者镍合金构件。在其它实例中,热反射构件18可以是具有抛光的热反射涂层的构件,该热反射涂层包括一个或者多个稀有金属、比如银或者金。

[0063] 在半批量操作中,包含第一化学物种(例如硅烷或者一个或者多个氯硅烷)的气体从第一化学物种贮存器72被传送并且与从稀释物贮存器78传送的一个或者多个稀释物(例如氢)混合以形成整体气体混合物。整体气体混合物被引入到室33的上部分。在室33的上部分内,在超过第一化学物种的热分解温度以上的温度的表面促进第一化学物种的热分解和第二化学物种(例如多晶硅)在那些表面上的沉积。因此,通过维持机械地流体化的微粒床20中的粒子在比第一化学物种的热分解温度更大的温度,第一化学物种在机械地流体化的微粒床20内热分解并且在其中包含的粒子的外表面上沉积第二化学物种。

[0064] 如果室33的上部分和在室33的上部分内的各种部件的温度被维持在第一化学物种的热分解温度以下,则减少第二化学物种在那些表面上沉积的可能性。有利地,如果机械地流体化的微粒床20的温度是在室33的上部分内的维持在第一化学物种的分解温度以上的仅有位置,则增加第二化学物种在机械地流体化的微粒床20内沉积的可能性而减少第二化学物种在微粒床20以外沉积的可能性。

[0065] 在至少一些实例中,控制系统190可以变化或者调整机械地流体化的微粒床20的操作以有利地变更或者影响在形成微粒床20的粒子上沉积的第二化学物种的产出、组成或者结构。例如在一些实例中,控制器可以在第一频率将机械地流体化的微粒床20振荡或者振动第一时间段、继而将床的振荡或者振动停止或者暂停第二时间段。交替床循环时段与床无循环时段可以有利地促进在机械地流体化的微粒床20被流体化之时向在床内的隙间空间中渗透第一化学物种。在暂停微粒床20的振荡或者振动时,可以在调稳的床内俘获第一化学物种的全部或者部分。第一时间(即床被流体化的时间)与第二时间(即床被调稳的时间)之比可以小于约10,000:1;小于约5,000:1;小于约2,500:1;小于约1,000:1;小于约500:1;小于约250:1;小于约100:1;小于约50:1;小于约25:1;小于约10:1;或者小于约1:1。

[0066] 第二化学物种被沉积在形成机械地流体化的微粒床20的粒子的外表面上。具有第二化学物种沉积物的粒子形成可以在半批量模式中操作系统100之时在批量、半连续或者连续基础上从床20去除的涂覆的粒子22。微粒供应子系统90可以在“如需要的”基础上向微粒床20供应新鲜粒子92以在从微粒床20去除涂覆的粒子22时维持希望的床20深度。微粒供应子系统90可以包括用于从微粒贮存器96向微粒床20或者一个或者多个中间系统、比如粒子入口子系统98递送新鲜粒子92的微粒传送器94、例如输送机。在一些实施例中，在粒子入口子系统98中的粒子馈送容器102可以用作用于向微粒床20供应的新鲜粒子92的贮存器。新鲜粒子92可以具有多种形式中的任何形式。例如，可以提供新鲜粒子92为规则地或者不规则地成形的粒子，这些粒子用作用于在机械地流体化的微粒床20中沉积第二化学物种的核子。向微粒床20供应的新鲜粒子92可以具有从约0.1mm到约2mm；从约0.15mm到约1.5mm；从约0.25mm到约1.5mm；从约0.25mm到约1mm；或者从约0.25mm到约0.5mm的直径。有时已经发现锅12的机械振荡或者振动例如通过粒子的物理研磨或者腐蚀来产生附加尘埃，并且因此微粒床20可以变成至少部分地自馈送、由此成比例地减少粒子入口子系统98添加的新鲜粒子92的数量。

[0067] 在微粒床20中的粒子中的每个粒子的表面积之和提供合计床表面积。在至少一些实例中，可以例如使用控制系统190来控制粒子入口子系统98向微粒床20添加的粒子数量以维持合计床表面积与上表面12a表面积的目标比率。合计床表面积与上表面12a表面积之比可以提供从约10:1到约10,000:1；约10:1到约5,000:1；约10:1到约2,500:1；约10:1到约1,000:1；约10:1到约500:1；或者约10:1到约100:1之比。

[0068] 在其它实例中，微粒供应子系统98向微粒床20添加的新鲜粒子92的数目可以基于锅12a的上表面的总面积。已经意外地发现在给定的生产速率操作的机械地流体化的微粒床20中生产的涂覆的粒子22的尺寸是锅12的每单位面积、每单位时间添加的新鲜（即种子）粒子92的数目的强函数。事实上，锅的每单位面积、每单位时间添加的新鲜粒子92的数目是至少一个标识的控制因素，该控制因素确立涂覆的粒子22的尺寸。微粒供应子系统98可以在从约1个粒子/分钟-平方英寸的上表面12a面积($p/m-in^2$)到约1,000 $p/m-in^2$ ；约2 $p/m-in^2$ 到约200 $p/m-in^2$ ；约5 $p/m-in^2$ 到约150 $p/m-in^2$ ；约10 $p/m-in^2$ 到约100 $p/m-in^2$ ；或者约10 $p/m-in^2$ 到约80 $p/m-in^2$ 的速率向微粒床20添加粒子。

[0069] 微粒传送器94可以包括以下各项中的至少一项：气动馈送器（例如送风机）；重量分析馈送器（例如重量带馈送器）；体积馈送器（例如螺杆型馈送器）；或者其组合。在至少一些实例中，可以在一个或者多个范围内连续地调整或者变化微粒传送器94的体积或者重量分析递送速率，例如控制系统190可以连续地控制粒子输送子系统90递送的新鲜粒子92的重量或者体积并且通过与平均涂覆的粒子22的重量相关来控制每单位时间添加的粒子数目。

[0070] 粒子入口子系统98从微粒传送器94接收新鲜粒子92并且包括：粒子入口阀104、粒子馈送容器102和粒子出口阀106。粒子从微粒传送器94经过粒子入口阀104被排放到其中新鲜粒子92聚集的粒子馈送容器102。在粒子馈送容器102中的聚集的新鲜粒子92可以经由粒子出口阀106以批量或者半批量方式被排放到粒子床20。粒子入口阀104和粒子出口阀106可以包括任何类型的流量控制设备、例如一个或者多个马达驱动的可变速旋转阀。在至少一些实例中，流入室33的上部分中的新鲜粒子92使用空心构件108、比如浸管、导管等来

沉积在微粒床20中。控制系统190可以协调或者同步微粒供应子系统90供应的新鲜粒子92的体积或者重量与涂覆的粒子收集子系统130去除的涂覆的粒子22的体积或者重量。使用控制系统190以协调或者同步新鲜粒子92向微粒床20的体积馈送速率与涂覆的粒子22从微粒床20的体积去除速率提供能够在提供涂覆的粒子22从机械地流体化的微粒床20的周期性或者批量排放之时维持相对恒定深度的微粒床20的半批量系统。

[0071] 气体供应子系统70包括活动地耦合到包含一个或者多个稀释物的稀释物贮存器78的包含气体的第一化学物种贮存器72,该气体至少包括第一化学物种。来自贮存器72、78中的每个贮存器的流量被混合并且经由单个入口84进入室的上部分作为整体气体混合物。气体供应子系统70也包括各种管道74、80、第一化学物种最终控制元件76、稀释物最终控制元件82和其它部件,这些部件为了清楚而在图1中未被示出(例如送风机、压缩机、喷射器、阻滞阀、泄放系统、环境控制系统等)、但是可操作用于以受控、安全和有环境意识的方式经由单个入口84向室33的上部分提供包含第一化学物种的整体气体混合物。

[0072] 包含第一化学物种的气体可以包括与第一化学物种混合的一个或者多个稀释物(例如氢)。第一化学物种可以包括以下各项中的至少一项:硅烷、单氯硅烷、二氯硅烷、三氯硅烷或者四氯硅烷。在稀释物贮存器78中存储的一个或者多个稀释物可以与在第一化学物种贮存器72中存储的气体中的稀释物相同或者不同。虽然氢用作示例,但是可以在室33的上部分中使用除了氢之外的稀释物。

[0073] 虽然在图1中示出为在室33的上部分的顶部进入,但是可以全部或者部分在室33的上部分内的任何点引入整体气体混合物。在一些实例中,可以向室33的上部分的侧部引入整体气体混合物的至少部分。在其它实例中,可以通过例如使用与位于锅12a的上表面上的气体分布器的一个或多个灵活连接,经过机械地流体化的微粒床20的全部或者部分喷射整体气体混合物来向室33的上部分添加整体气体混合物的至少部分。可以向室33的上部分间歇地或者连续地添加包括第一化学物种的馈送气体。在至少一些实例中,可以经由在热传导构件18中存在的一个或者多个孔直接向机械地流体化的微粒床20中引入或者由机械地流体化的微粒床20接收从馈送气体和在系统32中的涉及到馈送气体的后续反应得到的整体气体混合物。

[0074] 在室33的上部分内,整体气体混合物的流量或者压强可以由控制系统190连续地调整或者变化以维持如压强发送器176测量的在室33的上部分内的任何压强。在一个示例半批量操作中,向室33的上部分冲入硅烷气体,并且加热和机械地流体化微粒床20。随着硅烷在机械地流体化的微粒床20内热分解,在微粒床20中的粒子的表面上沉积硅从而其中形成涂覆的粒子22。随着涂覆的粒子22直径(和体积)增加,微粒床深度增加并且涂覆的粒子22在或多或少连续基础上落入空心构件132中。在这样的示例中,在室33的上部分中的硅烷的部分压强将在半批量操作开始时最大。在一些实例中,在半批量操作开始时,硅烷可以具有从约0.5atm.到约16atm.的部分压强。在一些实例中,在半批量操作开始时,稀释物(例如氢)可以具有从约0atm.到约32atm.的部分压强。在一些实例中,在半批量操作开始时,稀释物可以具有从约0mol%到约99mol%的摩尔分数。在其中初始部分压强各自为硅烷和氢的2个大气压的示例半批量操作中,最终部分压强将约为硅烷的0个大气压和氢的6个大气压。在其中硅烷的初始部分压强是硅烷的4个大气压和氢的0个大气压的另一示例半批量操作中,最终部分压强将约为硅烷的0个大气压和氢的8个大气压。

[0075] 在一些实例中,室33的上部分可以被维持在从约5psia(0.33atm.)到约600psia(40atm.);从约15psia(1atm.)到约220psia(15atm.);从约30psia(2atm.)到约185psia(12.5atm.);或者从约75psia(5atm.)到约175psia(12atm.)的压强。在室33的上部分内,第一化学物种可以在从约15psi(1atm.)到约220psi(15atm.);从约15psi(1atm.)到约150psi(10atm.);从约15psi(1atm.)到约75psi(5atm.);或者从约15psi(1atm.)到约45psi(3atm.)的部分压强。在室33的上部分内,一个或者多个稀释物可以在从约15psi(1atm.)到约500psi(35atm.);从约15psi(1atm.)到约220psi(15atm.);从约15psi(1atm.)到约150psi(10atm.);从约0.1psi(0.01atm.)到约220psi(15atm.);或者从约45psi(3atm.)到约150psi(10atm.)的部分压强。在连续操作的一个示例中,在室33的上部分内的操作压强被维持在约165psia(11atm.)而硅烷(即第一化学物种)的部分压强被维持在约30psi(2atm.)并且氢(即稀释物)的部分压强被维持在约135psi(9atm.)。稀释物可以作为馈送气体被添加到室33的上部分或者在硅烷分解的情况下可以被生产作为根据分子束 $\text{SiH}_4 \rightarrow \text{Si} + 2\text{H}_2$ 的分解的产品。

[0076] 在室33的上部分内,整体气体混合物的组成可以由控制系统190连续地调整、控制或者以别的方式变化以在室33的上部分内维持任何希望的整体气体混合物组成。在一些实例中,在室33的上部分中的整体气体混合物组成可以使用响应于第一化学物种、稀释物或者第一化学物种和稀释物二者的一个或者多个气体分析器来周期性地或者间歇地采样和分析。在一些实例中,分析器可以包括响应于在室33的上部分中的第一化学物种的浓度而定的联机气体色谱仪。使用这样的分析器可以有利地提供转换和第一反应物正在被转换成第二产品的速率的指示。

[0077] 气体和稀释物中的任一项或者二者的流量或者压强还可以使用控制系统190来连续地调整或者变化以在室33的上部分内维持任何希望的整体气体组成。在一些情形中,在室33的上部分中的整体气体混合物中的第一化学物种的浓度可以范围从约0.1mol%到约100mol%;从约0.5mol%到约50mol%;从约5mol%到约40mol%;从约10mol%到约40mol%;从约10mol%到约30mol%或者从约20mol%到约30mol%。在一些情形中,在室33的上部分中的整体气体混合物中的稀释物的浓度可以范围从约0mol%到约95mol%;从约50mol%到约95mol%;从约60mol%到约95mol%;从约60mol%到约90mol%;从约70mol%到约90mol%;从约70mol%到约80mol%。

[0078] 气体循环器48可以至少部分地设置在室33的上部分内以促进整体气体混合物贯穿室33的上部分流动。气体循环器48可以包括用于贯穿室33的上部分的全部或者部分循环包括第一化学物种和任何稀释物的整体气体混合物的一个或者多个系统或者设备。然而,在一些实例中,气体循环器48是如图1中所示可变速或者定速风扇,可以替换或者添加其它气体循环设备、比如喷射器。

[0079] 体积传送速率是例如按升每分钟每平方英寸风扇表面积表达的如下速率,在室33的上部分中包含的包含第一化学物种的整体气体混合物在该速率渗透机械地流体化的微粒床20。体积传送速率可以由于如下因素控制,这些因素包括在室33的上部分内的总压强、气体循环器48的速度、在热反射构件18中的孔的尺寸和锅12a的上表面的表面积。使用气体循环器48,更高体积传送速率基于气体循环器48提供的增加的气体周转而可实现。机械地流体化的微粒床20可以具有从约0.01升每分钟每平方英寸上表面12a面积($\text{l}/\text{min}\cdot\text{in}^2$)到

约2.00 l/min-in²;从约0.02 l/min-in²到约1.50 l/min-in²;从约0.03 l/min-in²到约1.00 l/min-in²;或者从约0.04 l/min-in²到约0.25 l/min-in²的体积传送速率。气体循环器48可以辅助向在机械地流体化的微粒床20内存在的隙间空间中渗透第一化学物种。增加第一化学物种在机械地流体化的微粒床20内的渗透可以提高体积传送速率为在不存在气体循环器48时实现的可比较速率的五倍。

[0080] 在根据这里包含的教导来设计机械地流体化的微粒床20时,如果第一化学物种(例如在向床20中传送的整体气体混合物中存在的硅烷)的如果并非实质上全部则多数将在机械地流体化的微粒床20中热分解以提供包含第二化学物种(例如多晶硅)的涂覆的粒子22。可以使用包括床的粒子的表面积、体积传送速率和在室33的上部分中的整体气体混合物的第一化学物种的部分压强来计算所需锅12尺寸。体积传送速率是如下因素的函数,这些因素包括风扇速度48和效率以及机械地流体化的微粒床20的振动或者振荡频率和幅度。

[0081] 此外,如果在第一化学物种的分解温度以下的温度引入整体气体混合物,则气体循环器48可以促进相对冷的气体跨越热反射构件18流动、由此有利地降低热反射构件18的温度并且减少第二化学物种在热反射构件18上的不希望沉积的可能性。以相似方式,在室33的上部分内循环整体气体混合物也可以维持在室33的上部分内的结构的表面温度在第一化学物种的分解温度以下、由此减少第二化学物种在那些表面上沉积的可能性。

[0082] 在至少一些实例中,控制系统190可以可连通地耦合到气体循环器48以提供气体循环器48跨越整体气体循环速率范围的操作。例如在批量模式中操作,控制系统190可以使气体循环器48随着批量时间增加而增加整体气体循环速率。在其它实例中,控制系统190可以基于一个或者多个外赋操作参数有选择地操作气体循环器48。例如控制系统190可以在粒子入口子系统90向机械地流体化的微粒床20添加新鲜粒子92以防止在室33的上部分内循环的整体气体混合物中夹带添加的微粒时禁止气体循环器48的操作。

[0083] 在至少一些实例中,在室33的上部分中的包含第一化学物种的整体气体混合物被维持在第一化学物种的分解温度以下的温度。整体气体混合物的温度被维持在如下温度,该温度充分地低以最小化第一化学物种在机械地流体化的微粒床20以外自动分解的可能性而充分地高以最小化为了维持机械地流体化的微粒床20在比第一化学物种的热分解温度更大的温度而对加热器14施加的能量需求。相似地,向室33的上部分添加的馈送气体被控制在如下温度,该温度充分地低以最小化第一化学物种在机械地流体化的微粒床20以外自动分解的可能性而充分地高以最小化为了维持机械地流体化的微粒床20在比第一化学物种的热分解温度更大的温度而对加热器14施加的能量需求。在一些实例中,可以在比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约500℃的温度;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约400℃的温度;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约300℃的温度;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约200℃的温度;或者比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约100℃的温度向室33的上部分添加馈送气体混合物。在其它实例中,在室33的上部分中的整体气体混合物被控制在从约30℃到约550℃;约30℃到约375℃;约30℃到约325℃;约30℃到约275℃;约30℃到约200℃;或者约30℃到约125℃的温度。

[0084] 在至少一些实例中,向室106批量或者半批量添加第一化学物种可以有利地允许使用纯或者接近纯第一化学物种(例如硅烷)以实现大于约70%;大于约75%;大于约80%;

大于约85%；大于约90%；大于约95%；大于约99%；或者大于约99.7%的向多晶硅的总转换率。

[0085] 气体恢复子系统110包括活动地耦合到室33的上部分的排气端口112。气体恢复子系统110可以包括各种排气管道114、排气细微生物分离器116、排气控制设备118和在从室33的上部分作为废气120去除或者排除整体气体混合物的至少部分的其它部件(例如送风机、压缩机)。气体恢复系统110可以在去除在室33的上部分中存在的任何未反应的第一化学物种和任何稀释物或者副产品用于附加加工、例如在一个或者多个后续反应容器30中使用时有用。在一些实例中,气体恢复子系统110去除的废气可以在排放、清除、销售或者恢复之前被处理、分离或者以别的方式提纯。

[0086] 细微生物122、比如非晶硅(也就是“多晶粉末”)、其它分解副产品和物理腐蚀副产品可以被悬浮在气体恢复子系统110从室33的上部分中去除的废气中。在一些实例中,气体循环器48可以至少部分用来在室33的上部分中的整体气体混合物内悬浮这样的细微生物以辅助经由由气体恢复子系统110去除的气体去除悬浮的细微生物的至少部分。在从室33的上部分中去除的废气中存在的细微生物122可以在废弃细微生物分离器116中被分离。废弃细微生物分离器116可以包括至少一个分离级并且可以包括多个分离级,每个分离级使用相同或者不同固体/气体分离技术。在一个示例中,废弃细微生物分离器116包括被一个或者多个微粒过滤器跟随的气旋分离器。

[0087] 涂覆的粒子收集子系统130从机械地流体化的微粒床20收集涂覆的粒子22。涂覆的粒子22将一般地“漂浮”到机械地流体化的微粒床20的顶表面。在机械地流体化的微粒床20的表面上那些粒子溢出到空心构件132中。空心构件132在锅12a的上表面以上突出一段距离并且在这样做时,作用于限制机械地流体化的微粒床20的深度。微粒床20可以具有从约0.10英寸到约8英寸;从约0.25英寸到约6英寸;从约0.50英寸到约4英寸;从约0.50英寸到约3英寸;或者从约0.75英寸到约2英寸的调稳(即在非机械地流体化的状态中)的床深度。微粒馈送子系统90添加的新鲜粒子92的数目充分地小到对机械地流体化的微粒床20体积的影响最小。机械地流体化的微粒床20经历的基本上所有体积增加因此可归结于第二化学物种(例如硅/多晶硅)在粒子上的沉积和涂覆的粒子22的所得直径(和体积)增加。向微粒床20添加的新鲜粒子92的数目可以确定在微粒床20中生产的涂覆的粒子22的尺寸和数目。也已经观测到向微粒床20添加的新鲜粒子92的尺寸对生产的最终涂覆的粒子22的尺寸具有最小影响,代之以向微粒床20添加的新鲜粒子92的数目对涂覆的粒子22的尺寸具有大得多的影响。在一些实例中,空心构件132在锅12a的上表面以上的突出可以被连续地调整以提供可调整的微粒床深度,该微粒床深度控制或者以别的方式限制在机械地流体化的微粒床20内生产的涂覆的粒子21的直径范围。空心构件132在锅12a的上表面以上的突出可以小于周界壁12c的高度以便减少涂覆的粒子22在锅12c的周界壁之上溢出的可能性(最小的这样的溢出在使用柔性膜42时出现)。在一些实例中,控制系统190可以至少部分基于用于涂覆的粒子22的目标直径连续地调整或者变更空心构件132在锅12a的上表面以上的突出。这样对空心构件132在锅的上表面以上的突出的调整可以使用机电系统、比如经由联接或者传输组件可驱动地耦合到空心构件132的马达或者使用将空心构件磁耦合到电线圈的电磁系统来实现。在一些实例中,从机械地流体化的微粒床20去除的涂覆的粒子22可以具有从约0.5mm到约5mm;从约0.5mm到约4mm;从约0.5mm到约3mm;从约0.5mm到约2.5mm;从约

0.5mm到约2mm;从约1mm到约2.5mm;或者从约1mm到约2mm的直径。

[0088] 经由空心管道132去除的涂覆的粒子22穿过一个或者多个涂覆的粒子入口阀134并且在涂覆的粒子排放容器136中聚集。在涂覆的粒子排放容器136中聚集的涂覆的粒子22经由一个或者多个涂覆的粒子出口阀138作为完成的涂覆的粒子22被周期性地或者连续地去除。涂覆的粒子入口阀134和涂覆的粒子出口阀138可以包括任何类型的流量控制设备、例如一个或者多个原动机驱动的可变速旋转阀。在至少一些实例中,控制系统190可以限制、控制或者以别的方式变化完成的涂覆的粒子22从涂覆的粒子收集子系统130的排放。在至少一些实例中,控制系统190可以调整涂覆的粒子22从微粒床20的去除速率以匹配新鲜粒子92向微粒床20的添加速率。在一些实例中,涂覆的粒子22可以在连续基础上或者在“如需要的”基础上穿过一个或者多个处理后工艺、例如用于从涂覆的粒子脱氢的加热工艺。虽然在图1中未示出,这样的处理后工艺的全部或者部分可以被集成到粒子收集子系统130中。

[0089] 控制系统190可以被连通地耦合为控制系统100的一个或者多个其它元件。控制系统190可以包括用于提供工艺可变信号的一个或者多个温度、压强、流量或者分析传感器和发送器,这些工艺可变信号指示系统100的一个或者多个部件的操作参数。例如,控制系统190可以包括用于提供一个或者多个工艺变量信号的温度发送器(例如热耦合、电阻热器件等),该一个或者多个工艺变量信号指示锅12的底表面12b的或者机械地流体化的微粒床20的温度。控制系统190也可以从与各种阀、送风机、压缩机和其它相关联的传感器接收工艺变量信号。这样的工艺变量信号可以指示装备的具体零件的定位或者操作状态或者指示在装备的具体零件内的操作特性、比如流速、温度、压强、振动频率、密度、重量或者尺寸。

[0090] 涂覆的粒子22的直径或者体积可以通过增加第二化学物种的沉积速率、通过增加机械地流体化的微粒床20深度、通过减少每单位时间向机械地流体化的微粒床20添加的新鲜粒子92的数目或者其组合来增加。第二化学物种在微粒床20中的粒子上的沉积速率可以通过增加在室33的上部分中的整体气体中的第一化学物种的部分压强、通过增加整体气体混合物被结合到机械地流体化的微粒床20的速率、通过增加在机械地流体化的微粒床20中的粒子的表面积、通过增加机械地流体化的微粒床20的温度或者其组合来增加。

[0091] 在至少一些实例中,增加机械地流体化的微粒床20的温度可以增加第一化学物种的热分解速率,这将有利地增加第二化学物种的沉积速率。然而这样的床温度增加将增加加热器14消耗的用于加热微粒床20的电能,这造成每单位多晶硅产品的不利更高用电(即造成生产的多晶硅的更高千瓦每小时)。因此,可以对于任何给定的系统以及操作目标和成本因素集合选择最优微粒床20温度从而通过调整机械地流体化的微粒床20的温度来平衡生产速率与电成本。

[0092] 控制系统190可以使用各种工艺变量信号以生成用于根据定义的机器可执行指令或者逻辑集合控制系统100的元件中的一个或者多个元件的一个或者多个控制变量输出。机器可执行指令或者逻辑集合可以存储在连通地耦合到控制系统190的一个或者多个非瞬态存储位置中。例如,控制系统198可以产生用于控制各种单元、比如阀、加热器、马达、致动器或者换能器、送风机、压缩机等的一个或者多个控制信号输出。因此,例如,控制系统190可以连通地耦合和配置为控制一个或者多个阀、输送器或者其它传送机制以有选择地向机械地流体化的微粒床20提供新鲜粒子92。也例如,控制系统190可以被连通地耦合和配置为

控制锅12的振动或者振荡频率或者锅12沿着单个运动轴54的振荡或者振动移位以在微粒床20内产生希望的流体化水平。控制系统190可以被连通地耦合和配置为控制锅12的或者其中包含的机械地流体化的微粒床20的全部或者部分的温度。这样的控制可以通过控制电流经过加热器14的流量来实现。也例如控制系统190可以被连通地耦合和配置为控制第一化学物种从贮存器72或者一个或者多个稀释物从稀释物贮存器78向室33的上部分中的流量。这样的控制可以使用一个或者多个可变地可调整最终控制元件、比如控制阀、螺线管、继电器、致动器、阀定位器等或者通过控制一个或者多个送风机或者压缩机的递送速率或者压强、例如通过控制关联电马达的速度来实现。也例如控制系统190可以被连通地耦合和配置为控制来自包容容器的反应的废弃经由气体恢复系统110的收回。这样的控制可以通过提供适当控制信号——这些控制信号包括从监视在室33的上部分中的整体气体混合物中的第一反应物的浓度的联机分析器(例如气体色谱仪)获得的信息——以经由一个或者多个螺线管、继电器、电马达或者其他致动器控制一个或者多个阀、制动器、送风机、废气风扇来实现。

[0093] 控制系统190可以采用多种形式。例如,控制系统190可以包括具有一个或者多个微处理器和存储器(例如RAM、ROM、闪存、旋转介质)的已编程通用计算机。备选地或者附加地,控制系统190可以包括可编程门阵列、专用集成电路和/或可编程逻辑控制器。

[0094] 图2示出根据一个所示实施例的连续地或者接近连续地操作的机械地流体化的床反应器系统200。在连续地操作的机械地流体化的床反应器系统200中,可以向在反应容器30内的室32的上部分33连续地或者接近连续地引入新鲜粒子92以及多个数量的第一化学物种和一个或者多个稀释物。随着整体气体混合物渗透机械地流体化的微粒床20,第一化学物种在微粒床20内的分解在床中的粒子上沉积第二化学物种以形成涂覆的粒子22。可以经由涂覆的粒子收集子系统130从微粒床连续地或者接近连续地去除涂覆的粒子22。

[0095] 在连续地操作的机械地流体化的床反应器中,向室33的上部分分离地添加第一化学物种和一个或者多个稀释物从而其中形成整体气体混合物。以这样的方式,可以个别地控制、变更或者调整第一化学物种和一个或者多个稀释物的流量和压强以在室33的上部分内提供宽范围的操作环境。从贮存器272经由一个或者多个管道274和一个或者多个最终控制元件276、比如一个或者多个流量或者压强控制阀传送第一化学物种和与之混合的任何稀释物。第一化学物种以受控、安全和有环境意识的方式经由一个或者多个第一化学物种入口284流入室33的上部分中。

[0096] 以相似方式,从贮存器278经由一个或者多个管道280和一个或者多个最终控制元件282、比如一个或者多个流量或者压强控制阀传送一个或者多个稀释物。一个或者多个稀释物以受控、安全和有环境意识的方式经由一个或者多个稀释物入口286流入室33的上部分中。在至少一些操作模式中,未向室33的上部分添加稀释物。

[0097] 在室33的上部分内,第一化学物种或者一个或者多个稀释物中的任一项或者二者的流量或者压强可以由控制系统90个别地、连续地调整或者变化以维持如使用压强发送器176测量的在室33的上部分内的任何压强。在操作中,室33的上部分可以被维持在从约5psia(0.33atm.)到约300psia(20atm.);从约15psia(1atm.)到约220psia(15atm.);从约30psia(2atm.)到约185psia(12.5atm.);或者从约75psia(5atm.)到约450psia(30atm.)的压强。在室33的上部分内,第一化学物种可以在从约15psi(1atm.)到约220psi(15atm.);从

约15psi(1atm.)到约150psi(10atm.);从约15psi(1atm.)到约75psi(5atm.);或者从约15psi(1atm.)到约45psi(3atm.)的部分压强。在室33的上部分内,一个或者多个稀释物可以在从约15psi(1atm.)到约375psi(25atm.);从约15psi(1atm.)到约220psi(15atm.);从约15psi(1atm.)到约150psi(10atm.);或者从约45psi(3atm.)到约150psi(10atm.)的部分压强。在一个连续或者接近连续操作示例中,在室33的上部分内的操作压强被维持在约165psia(11atm.)而硅烷(即第一化学物种)的部分压强被维持在约30psi(2atm.)并且氢(即稀释物)的部分压强被维持在约135psi(9atm.)。

[0098] 第一化学物种和一个或者多个稀释物中的任一项或者二者的流量或者压强还可以使用控制系统190来连续地调整或者变化以在室33的上部分内维持任何气体组成。在一些情形中,在室33的上部分中的气体混合物中的第一化学物种的浓度可以范围从约5mol%到约50mol%;从约5mol%到约40mol%;从约10mol%到约40mol%;从约10mol%到约30mol%;或者从约20mol%到约30mol%。在一些情形中,在室33的上部分中的气体混合物中的稀释物的浓度可以范围从约50mol%到约95mol%;从约60mol%到约95mol%;从约60mol%到约90mol%;从约70mol%到约99mol%;或者从约70mol%到约80mol%。

[0099] 第一化学物种在它的热分解温度以下的温度经由入口284被添加到室33的上部分。热分解温度并且因而第一化学物种被添加到室33的上部分的温度依赖于室33的上部分的操作压强和第一化学物质组成二者。在一些实例中,第一化学物种可以在比它的热分解温度更小约10℃到约500℃的温度;比它的热分解温度更小约10℃到约400℃的温度;比它的热分解温度更小约10℃到约300℃的温度;比它的热分解温度更小约10℃到约200℃的温度;或者比它的热分解温度更小约10℃到约100℃的温度被添加到室33的上部分。在其它实例中,可以在从约50℃到约375℃;约50℃到约325℃;约50℃到约275℃;约50℃到约200℃;或者约50℃到约125℃的温度向室33的上部分添加第一化学物种。

[0100] 在一些实例中,可以选择包含第一化学物种和一个或者多个稀释物的馈送气体的温度以在室33的上部分中维持希望的整体气体温度。在一些实例中,在室33的上部分中的整体气体温度被维持在第一化学物种的自动分解温度以下以减少在室33的上部分内的多晶粉末形成的可能性。在一些实例中,在室33的上部分中的整体气体温度通过控制经过表面特征35的热去除或者其它表面热去除手段的速率来维持在第一化学物种的自动分解温度以下。室的上部分可以被维持在小于约500℃;小于约400℃或者小于约300℃的温度。在一些实例中,为了减少加热器14的功率需求,在室33的上部分中的整体气体可以被维持在基本上无多晶粉末形成的最高温度。

[0101] 一个或者多个稀释物可以在与第一化学物种的温度相同或者不同的温度经由入口286被添加到室33的上部分。在至少一些实例中,一个或者多个稀释物在第一化学物种的分解温度以下的温度被添加到室33的上部分。热分解温度并且因而一个或者多个稀释物被添加到室33的上部分的温度依赖于室33的上部分的操作压强和第一化学物种的组成。在一些实例中,可以在比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约500℃;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约400℃;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约300℃;比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约200℃;或者比第一化学物种的热分解温度更小约10℃到约100℃的温度向室33的上部分添加一个或者多个稀释物。在其它实例中,可以在从约50℃到约375℃;约50℃到约325℃;约50℃到约275℃;约50℃到约200℃;或者

约50℃到约125℃的温度向室33的上部分添加一个或者多个稀释物。

[0102] 在图2中所示连续系统中,可以在连续或者接近连续基础上向室33的上部分添加第一化学物种、一个或者多个稀释物和新鲜粒子92。在机械地流体化的微粒床20内,第一化学物种热分解从而在微粒床20中的粒子的表面上沉积第二化学物种。在室33的上部分中的第一化学物种的部分压强与在室33中的总压强以及第一化学物种和稀释物向室33的馈送速率提供在微粒床20中热分解的第一化学物种的数量的指示。随着第一化学物种的部分压强在室33的上部分中减少,控制系统190可以在基本上连续基础上从室33的上部分抽出整体气体混合物的部分以在室33的上部分中维持希望的整体气体组成。控制系统190也可以在基本上连续基础上向室33的上部分传送来自贮存器272的附加第一化学物种或者来自贮存器278的一个或者多个稀释物以在室33的上部分中维持希望的第一化学物种部分压强或者气体组成。

[0103] 随着第二化学物种在微粒床20中的粒子的表面上堆积,更大涂覆的粒子22(即具有在其上设置的更大数量的第二化学物种的粒子)将往往在微粒床20内“漂浮”或者上升至微粒床20的表面。涂覆的粒子22可以在连续或者半连续基础上从微粒床20向空心构件132中溢出用于从反应容器30去除。新鲜粒子92可以在基本上连续基础上由粒子输送子系统90添加。

[0104] 向室33的上部分基本上连续添加第一化学物种有利地允许基本上连续生产涂覆的粒子22并且可以实现大于约50%;大于约55%;大于约60%;大于约65%;大于约70%;大于约75%;大于约80%;大于约85%;大于约90%;或者大于约95%的单级总转换率。

[0105] 图3示出用于使用图1中所示三个半批量反应容器100来生成第二化学物种涂覆的粒子、例如多晶硅涂覆的粒子的工艺。在这样的布置中,来自第一反应容器100a的废弃物120a包括残留未分解的第一化学物种和一个或者多个稀释物。向第二半批量反应容器100b引入废弃物120a,其中热分解在废弃物120a中存在的残留第一化学物种的附加部分。来自第二反应容器100b的废弃物102b包括残留未分解的第一化学物种和一个或者多个稀释物。废弃物120b被引入到第三反应容器100c,在该第三反应容器中,在废弃物120b中存在的残留第一化学物种的附加部分被进一步热分解。有利地,使用这样的工艺可以提供第一化学物种向第二化学物种的超过99%的总转换率。

[0106] 第一化学物种和一个或者多个稀释物作为整体气体经由气体供应子系统70a被添加到第一反应容器100a。在整体气体中存在的第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20a内被热分解。整体气体混合物在第一反应容器100a中被循环第一时间段(例如第一批量循环)、然后经由气体收集系统110a从第一反应容器100a被去除。

[0107] 在微粒床20a中的具有与第二化学物种的希望的数量对应的直径的涂覆的粒子22a经由涂覆的粒子收集子系统130a从微粒床20a被去除,该涂覆的粒子收集子系统从第一反应容器100a排放完成的粒子24a。涂覆的粒子22a可以贯穿第一批量循环从微粒床20a被连续地去除或者可以在第一批量循环结束时被整体去除。新鲜粒子92a可以贯穿第一批量循环连续地或者在第一批量循环开始时整体被微粒供应子系统90a添加到微粒床20a。

[0108] 在第一反应容器100a中,第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约70%;大于约75%;大于约80%;大于约85%;大于约90%。整体气体混合物的部分经由气体收集系统110a从第一反应容器100a被去除,细微微粒作为细微物122a被分离和去除,并且废弃

物120a被引向第二反应容器100b。

[0109] 在第二反应容器100b中,可选第二气体供应子系统70b(在图3中虚线示出)可以用来提供附加第一化学物种、一个或者多个稀释物或者整体气体,该整体气体包括第一化学物种和一个或者多个稀释物二者的混合物。在废弃物120a中存在的残留第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20b内被热分解为废弃物120a,并且任何添加的气体在第二反应容器100b中被循环第二时间段(例如第二批量循环)。在第二批量循环结束时,整体气体经由气体收集系统110b从第二反应容器100b被去除。第二批量循环通常是与第一批量循环相同的持续时间,但是可以使用不同持续时间。

[0110] 在微粒床20b中的具有与第二化学物种的希望的数量对应的直径的涂覆的粒子22b经由涂覆的粒子收集子系统130b从微粒床20b去除,该涂覆的粒子收集子系统从第二反应容器100b排放完成的涂覆的粒子22b。涂覆的粒子2b可以贯穿第二批量循环从微粒床20a被连续地去除或者可以在第二批量循环结束时被整体去除。新鲜粒子92b可以贯穿第二批量循环连续地或者在第二批量循环开始时整体被第二微粒供应子系统90b添加到微粒床20b。

[0111] 在第二反应容器100b中的第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约70%;大于约75%;大于约80%;大于约85%;或者大于约90%。经过第一和第二反应容器100a、100b的总转换率可以大于约90%;大于约92%;大于约94%;大于约96%;大于约98%;大于约99%。气体混合物的部分经由气体收集系统110b从第二反应容器100b被去除,微粒作为细微物122b被分离和去除,并且废弃物120b被引向第三反应容器100c。

[0112] 在第三反应容器100c中,可选第三气体供应子系统70c(在图3中用虚线示出)可以用来提供附加第一化学物种、一个或者多个稀释物或者整体气体,该整体气体包括第一化学物种和一个或者多个稀释物二者的混合物。在废弃物120b中存在的残留第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20c内被进一步热分解为废弃物120b,并且任何添加的气体在第三反应容器100c中被循环第三时间段(例如第三批量循环)。在第三批量循环结束时,整体气体经由气体收集系统110c从第三反应容器100c被去除。第三批量循环通常是与第一和第二批量循环相同的持续时间,尽管可以使用用于一个或者多个批量循环的不同持续时间。

[0113] 在微粒床20c中的具有与第二化学物种的希望的数量对应的直径的涂覆的粒子22c经由涂覆的粒子收集子系统130c从微粒床20c被去除,该涂覆的粒子收集子系统从第三反应容器100c排放完成的涂覆的粒子22c。涂覆的粒子22c可以贯穿第三批量循环从微粒床20c被连续地去除或者可以在第三批量循环结束时被整体去除。新鲜粒子92c可以贯穿第三批量循环连续地或者在第三批量循环开始时整体被第三微粒供应子系统90c添加到微粒床20c。

[0114] 在第三反应容器100c中,第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约70%;大于约75%;大于约80%;大于约85%;大于约90%。经过第一、第二和第三反应容器100a、100b、100c的总转换率可以大于约94%;大于约96%;大于约98%;大于约99%;大于约99.5%;或者大于约99.9%。气体混合物经由气体收集系统110c从第三反应容器100c被去除,细微微粒作为细微物122c被分离和去除,并且接近100%稀释物的废弃物120c被处理、回收或者排放。

[0115] 图4示出用于使用三个如图2中示出的和随之具体描述的连续反应容器200来生成第二化学物种涂覆的粒子、例如多晶硅涂覆的粒子的工艺。在这样的布置中,来自第一反应容器200a的废弃物120a包括残留未分解的第一化学物种和一个或者多个稀释物。废弃物120a被引入到第二反应容器200,在该第二反应容器中,在废弃物120a中存在的残留第一化学物种的附加部分被热分解。来自第二反应容器200b的废弃物120b包括残留解压的第一化学物种和一个或者多个稀释物。废弃物120b被引入到第三反应容器200c,在该第三反应容器中,在废弃物120b中存在的残留第一化学物种的附加部分被热分解。

[0116] 第一化学物种(例如硅烷或者氯硅烷)和一个或者多个稀释物(例如氢)在基本上连续基础上分别从贮存器272a和278b被个别地传送到第一反应容器200a。向第一反应容器200a添加的第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20a内被热分解。第一化学物种和一个或者多个稀释物经由气体收集子系统110a在基本上连续基础上从第一反应容器200a被去除。因此,与半批量工艺300对照,在连续工艺400中,第一化学物种和一个或者多个稀释物经过第一化学容器200a基本上连续地流动。

[0117] 在微粒床20a中的具有与第二化学物种(例如多晶硅)的希望数量对应的直径的涂覆的粒子22a经由涂覆的粒子收集子系统130a从微粒床20a被去除,该涂覆的粒子收集子系统从第一反应容器200a排放完成的涂覆的粒子22a。涂覆的粒子22a在基本上连续基础上从微粒床20a被去除。新鲜粒子92a在基本上连续基础上被微粒供应子系统90a添加到微粒床20a以在第一反应容器200a中维持目标微粒床20a厚度。

[0118] 在第一反应容器200a中,第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约50%;大于约60%;大于约70%;大于约80%;或者大于约90%。残留第一化学物种(即第一化学物种的未在第一反应容器200a中热分解的部分)和一个或者多个稀释物经由气体收集系统110a作为废弃物120a退出第一反应容器200a。气体收集子系统110a在向第二反应容器200b引入第一化学物种和一个或者多个稀释物之前从它们分离和去除细微物122a。

[0119] 在第二反应容器200b中,在废弃物120a中存在的残留第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20b内被热分解。可选第二气体供应子系统270b(在图4中用虚线示出)可以用来向第二反应容器200b个别地提供附加第一化学物种或者一个或者多个稀释物。

[0120] 在微粒床20b中的具有与第二化学物种的希望的数量对应的直径的涂覆的粒子22b经由涂覆的粒子收集子系统130b从微粒床20b被去除,该涂覆的粒子收集子系统从第二反应容器200b排放完成的涂覆的粒子22b。涂覆的粒子22b在基本上连续基础上从微粒床20b被去除。新鲜粒子92b在基本上连续基础上被微粒供应子系统90b添加到微粒床20b以在第二反应容器200b中维持目标微粒床20b厚度。在第二反应容器200b中的目标微粒床20b厚度可以与在第一反应容器200a中的目标微粒床20a厚度相同或者不同。

[0121] 在第二反应容器200b中,第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约50%;大于约60%;大于约70%;大于约80%;或者大于约90%。经过第一和第二反应容器200a、200b的总转换率可以大于约75%;大于约80%;大于约85%;大于约90%;或者大于约95%。残留第一化学物种(即第一化学物种的未在第二反应容器200b中热分解的部分)和一个或者多个稀释物经由气体收集系统110b作为废弃物120b退出第二反应容器200b。气体收集子系统110b在向第三反应容器200c引入第一化学物种和一个或者多个稀释物之前从它们分离和去除细微物122b。

[0122] 在第三反应容器200c中,在废弃物120b中存在的残留第一化学物种的部分在机械地流体化的微粒床20c内被热分解。可选第三气体供应子系统270c(在图4中用虚线示出)可以用来向第三反应容器200c个别地提供附加第一化学物种或者一个或者多个稀释物。

[0123] 在微粒床20c中的具有与第二化学物种的希望数量对应的直径的涂覆的粒子22c经由涂覆的粒子收集子系统130c从微粒床20c被去除,该涂覆的粒子收集子系统从第三反应容器200c排放完成的涂覆的粒子22c。涂覆的粒子22c在基本上连续基础上从微粒床20a被去除。新鲜粒子92c在基本上连续基础上被微粒供应子系统90c添加到微粒床20c以在第三反应容器200c中维持目标微粒床20c厚度。在第三反应容器200c中的目标微粒床20c厚度可以与在第一和第二反应容器200a、200b中的目标微粒床20a、20b厚度相同或者不同。在交替操作模式中,粒子22c的全部或者部分可以与新鲜粒子92b一起或者取代新鲜粒子92b被添加到反应器200b;并且粒子22b的全部或者部分可以与新鲜粒子92a一起或者取代新鲜粒子92a被添加到反应器200a。

[0124] 在第三反应容器200c中,第一化学物种向第二化学物种转换率可以大于约50%;大于约60%;大于约70%;大于约80%;或者大于约90%。经过第一和第二反应容器200a、200b的总转换率可以大于约85%;大于约90%;大于约95%;大于约97%;或者大于约99%。残留第一化学物种(即第一化学物种的未在第三反应容器200c中热分解的部分)和一个或者多个稀释物经由气体收集系统110c作为废弃物120c退出第三反应容器200c。细微微粒作为细微粒122c从废弃物120c被分离和去除,并且废弃物120c被处理或者回收。

[0125] 示例

[0126] 向室33的上部分引入在近似200℃的温度和近似175psig的压强包括99%的第一化学物种+硅烷气体(SiH_4)的气体以及包括99%+氢的稀释物。在近似50℃的温度和近似176psig的压强向室34的下部引入包括99%+氮的惰性气体。在室204的上部分内的硅烷的部分压强被维持在近似30psig(2atm.),并且在室204的上部分内的氢的部分压强被维持在近似135psig(9atm.)。在室33的上部分中的气体混合物的组成约为18mol%硅烷和约82mol%氢。连续地操作系统并且使用风扇48来循环在室204的上部分中的气体混合物。

[0127] 锅12具有近似35英寸的直径和具有近似960in²的表面积的上表面12a。反应容器104具有近似42英寸的直径。以沿着近似0.1英寸的单个运动轴54的振荡移位在近似2500Hz的频率振动锅。

[0128] 经由微粒供应子系统90向锅12添加包括具有近似0.25mm的平均直径的硅珠的新鲜粒子92从而其中形成具有近似1英寸的调稳的深度的微粒床20。锅12沿着单个运动轴54的振动流体化和循环在锅12内的微粒床20。在机械地流体化的微粒床20中的粒子的高度与它的调稳的高度比较在流体化期间上升约40%。使用加热器14,机械地流体化的微粒床20被加热至超过硅烷热分解的450℃,以在机械地流体化的微粒床20内的粒子上沉积多晶硅。在机械地流体化的微粒床20内的硅烷的热分解速率可以通过调整机械地流体化的微粒床20的温度或者在包含硅烷和机械地流体化的微粒床20的室33的上部分或者在包含硅烷和机械地流体化的微粒床20的室33的上部分内的硅烷的部分压强来调整、控制或者影响。

[0129] 在锅表面积近似45个粒子/min-in²或者向微粒床20添加的共计近似43,200个粒子/分钟维持粒子馈送速率。通过在近似0.25升/min-in²或者共计近似240升每分钟调整操作参数来维持在机械地流体化的微粒床20以上的整体气体混合物向机械地流体化的微

粒床20中的体积传送速率,这些操作参数包括室33或者气体循环器48中的总压强或者机械地流体化的微粒床20的振动或者振荡速度。在这些条件,硅烷转换速率近似为70%,并且生产1.6mm直径多晶硅涂覆的粒子的近似140MTA。

[0130] 这里公开和讨论的用于生产硅烷的系统 and 工艺具有较当前运用的系统和工艺而言的明显优点。系统和工艺适合用于生产半导体等级或者太阳能等级硅。使用高纯度硅烷作为生产工艺中的第一化学物种允许更容易生产高纯度硅。该系统有利地维持硅烷在400℃热分解温度以下的温度直至硅烷进入机械地流体化的微粒床。通过维持在机械地流体化的微粒床以外的温度在硅烷的热分解温度以下,增加硅烷向在机械地流体化的微粒床内的粒子上沉积的可用多晶硅的总转换率,并且最小化可归结于硅烷分解和多晶硅在反应器内的其它表面上沉积的寄生转换损失。

[0131] 这里描述的机械地流体化的床系统和方法大量地减少或者消除超细微多晶粉末(例如尺寸为0.1微米)的形成,因为维持包含第一化学物种的气体的温度在第一化学物种的自动分解温度以下。此外,也维持在室32内的温度在第一化学物种的自动分解温度以下从而进一步减少自动分解的可能性。另外,从室32随废气带出在机械地流体化的微粒床中例如通过研磨、无论损坏或者磨损而形成的一般地具有显著地大于0.1微米的直径的任何小粒子。这些小粒子远远更少受到静电力并且可以从废气被高效地去除。作为结果,更容易实现具有希望的尺寸分布的产品粒子的形成。

[0132] 硅烷对于在制成高纯度多晶硅时使用也提供较二氯硅烷、三氯硅烷和四氯硅烷而言的优点。硅烷比二氯硅烷、三氯硅烷或者四氯硅烷更易于提纯并且具有更少污染物。由于硅烷的相对低沸点,它可以容易被提纯,这减少如在制备和提纯二氯硅烷、三氯硅烷或者四氯硅烷时出现的在提纯工艺期间夹带污染物的倾向。另外,用于生产三氯硅烷的某些工艺利用碳或者石墨,该碳或者石墨可以带入产品中或者与氯硅烷反应以形成包含碳的化合物。另外,基于硅烷的分解工艺、比如这里描述的工艺仅产生氢副产品。氢副产品可以被直接回收到硅烷生产工艺,从而减少或者消除对于气体外处理系统的需要。气体外处理的消除和机械地流体化的微粒床工艺的效率大量地减少用于生产多晶硅的资金和操作成本。每项节省40%是可能的。

[0133] 所示实施例的以上描述、包括在说明书摘要中描述的内容未旨在于穷举或者使实施例限于公开的精确形式。虽然以上出于示例目睹而描述具体实施例和示例,但是如本领域技术人员将认识的那样可以进行各种等效修改而未脱离公开内容的精神实质和范围。各种实施例的以上提供的教导可以应用于其它用于生产硅的系统、方法和/或工艺而不是仅以上一般地描述的示例系统、方法和设备。

[0134] 例如,以上具体描述已经经由使用框图、示意图、流程图和示例阐述系统、工艺、方法和/或设备的各种实施例。至此这样的框图、示意图、流程图和示例包含一个或者多个功能和/或操作,本领域技术人员将理解在这样的框图、示意图、流程图或者示例内的每个功能和/或操作可以通过广范围的系统部件、硬件、软件、固件或者实质上其任何组合来个别地和/或共同地实施。

[0135] 在某些实施例中,使用的系统或者生产的设备可以包括比在以上描述的具体实施例中更少的结构或者部件。在其它实施例中,使用的系统或者生产的设备除了这里描述的结构或者部件之外还可以包括其它结构或者部件。在更多实施例中,使用的系统或者生产

的设备可以包括与这里描述的结构或者部件不同地布置的结构或者部件。例如在一些实施例中,可以在系统中有用于提供温度、压强或者流速的有效控制的附加加热器和/或混合器和/或分离器。另外,在这里描述的工艺或者方法的实现方式中,可以有更少操作、附加操作或者可以按照与这里描述的顺序不同上顺序执行操作。去除、添加或者重新布置系统或者设备部件或者工艺或者方法的操作方面将按照公开内容适当在本领域普通技术人员的技术内。

[0136] 这里描述的用于制成多晶硅的方法和系统的操作可以在自动化的控制子系统的控制之下。这样的自动化的控制子系统可以包括适当传感器(例如流量传感器、压强传感器、温度传感器)、致动器(例如马达、阀、螺线管、制动器)、化学分析器和基于处理器的系统中的一个或者多个,这些系统执行处理器可读存储介质中存储的指令以至少部分基于来自传感器、分析器和/或用户输入的数据或者信息自动地控制各种部件和/或流量、压强和/或温度。

[0137] 关于系统和工艺的控制和操作或者用于制成多晶硅的系统和设备的设计,在某些实施例中,可以经由专用集成电路(ASIC)实施本主题内容。然而本领域技术人员将认识这里公开的实施例全部或者部分可以被等效地实施在标准集成电路中、作为在一个或者多个计算机上运行的一个或者多个计算机程序(例如作为在一个或者多个计算机系统上运行的一个或者多个程序)、作为在一个或者多个控制器(例如微控制器)上运行的一个或者多个程序、作为在一个或者多个处理器(例如微处理器)上运行的一个或者多个程序、作为固件或者作为实质上其任何组合。因而,设计电路装置和/或编写用于软件和/或固件的代码将按照本公开内容适当在本领域普通技术人员的技能内。

[0138] 可以组合以上描述的各种实施例以提供更多实施例。如果必要则可以修改实施例的方面以运用各种专利、应用和公开文本的概念以提供进而更多实施例。

[0139] 可以按照以上具体的描述对实施例进行这些和其它改变。一般而言,在所附权利要求中,不应解释使用的术语使权利要求限于在说明书和权利要求中公开的具体实施例,但是应当理解这些术语包括所有可能实施例以及这样的权利要求有资格具有的等同含义的完全范围。因而,权利要求不受公开内容限制。

[0140] 提交于2012年5月25日的第13/481,548号美国专利申请通过完全引用而结合于此。

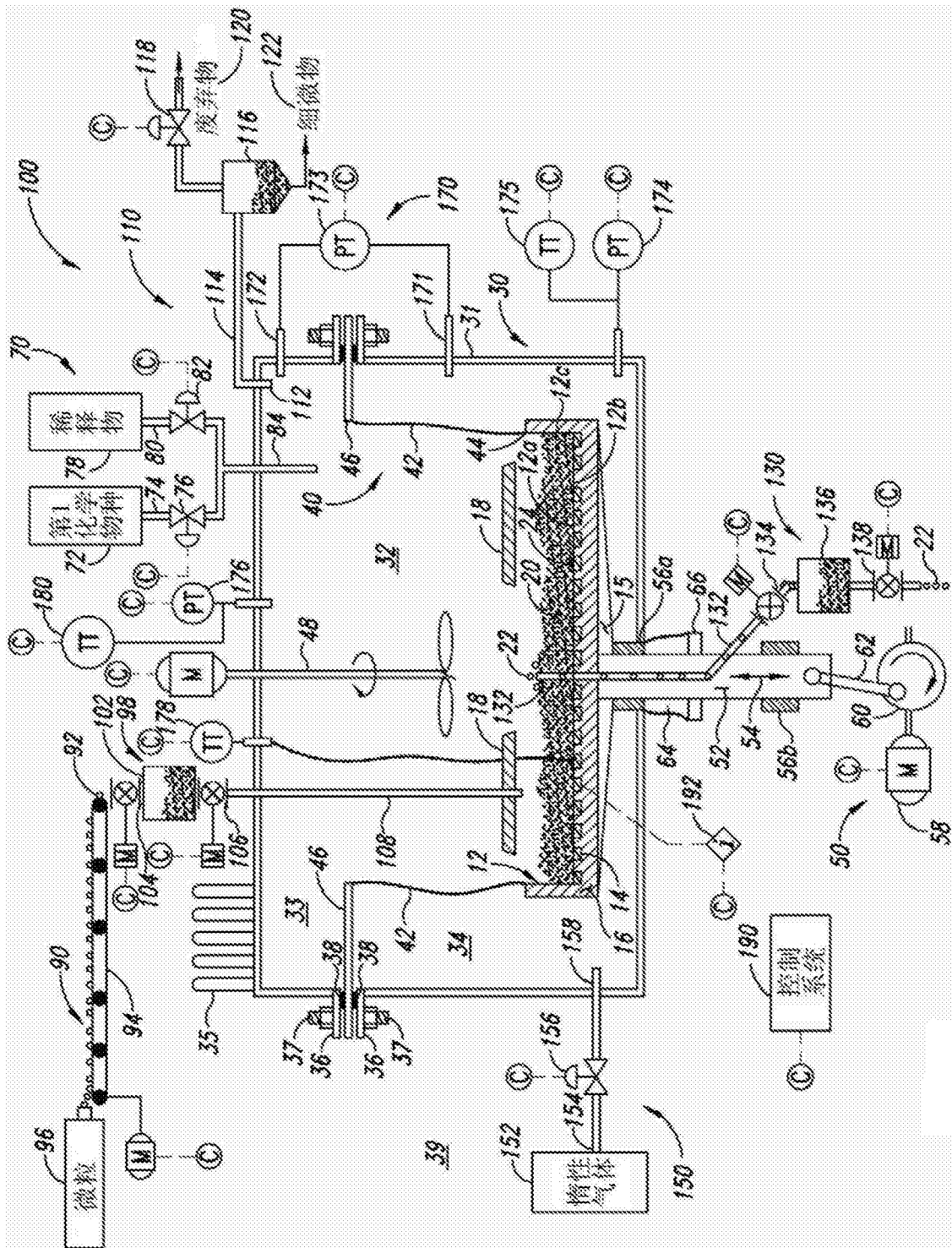


图1

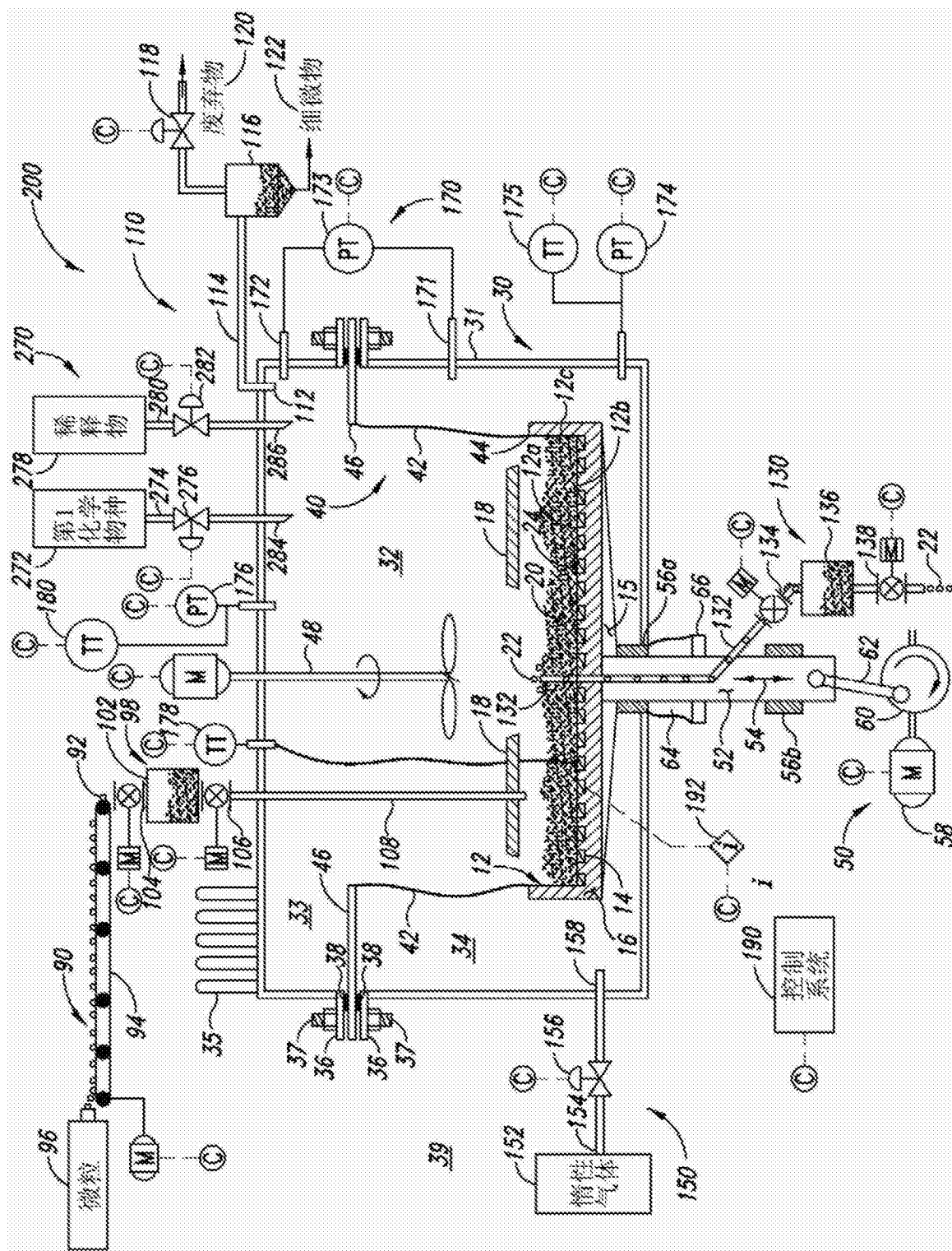


图2

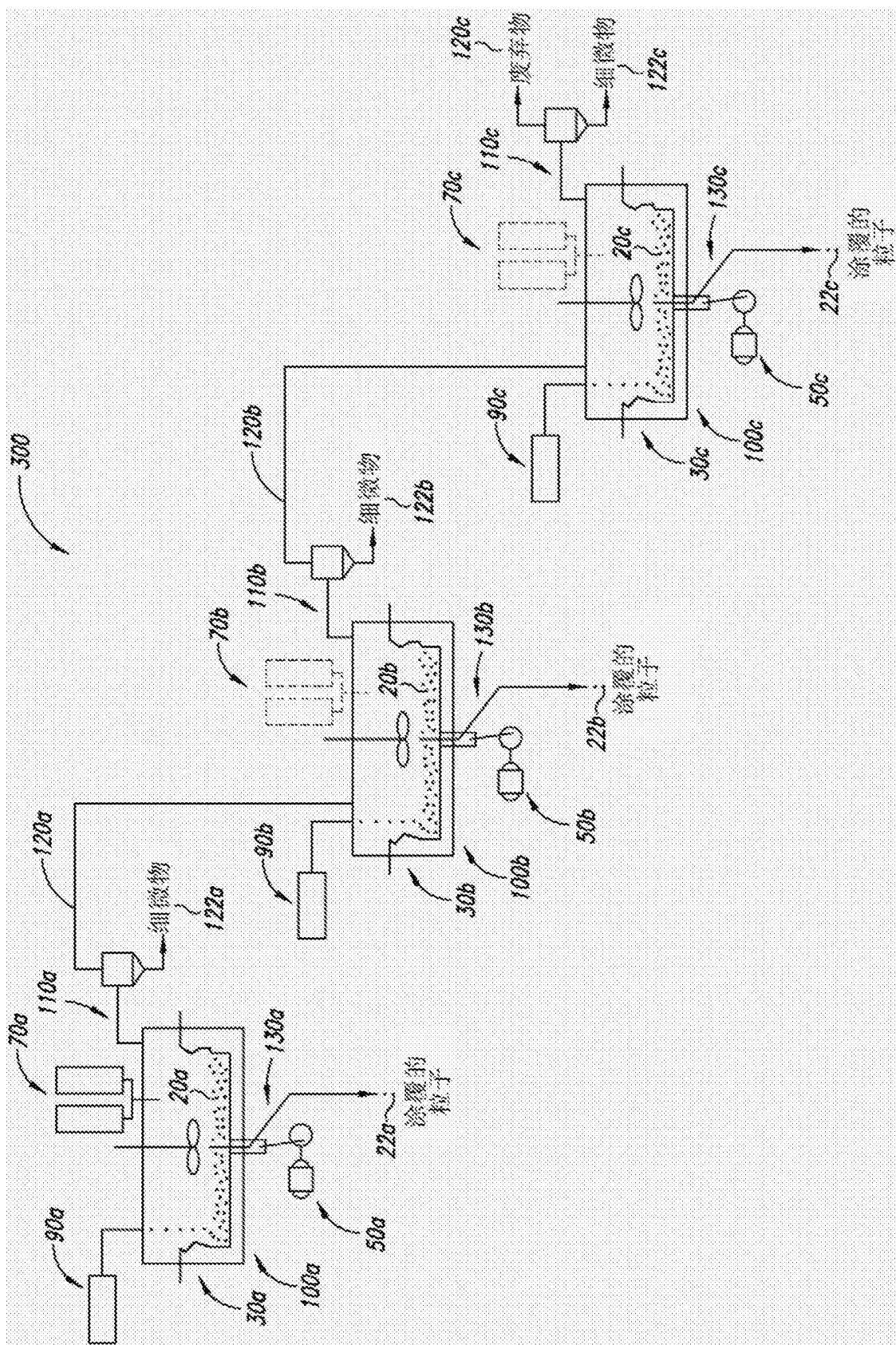


图3

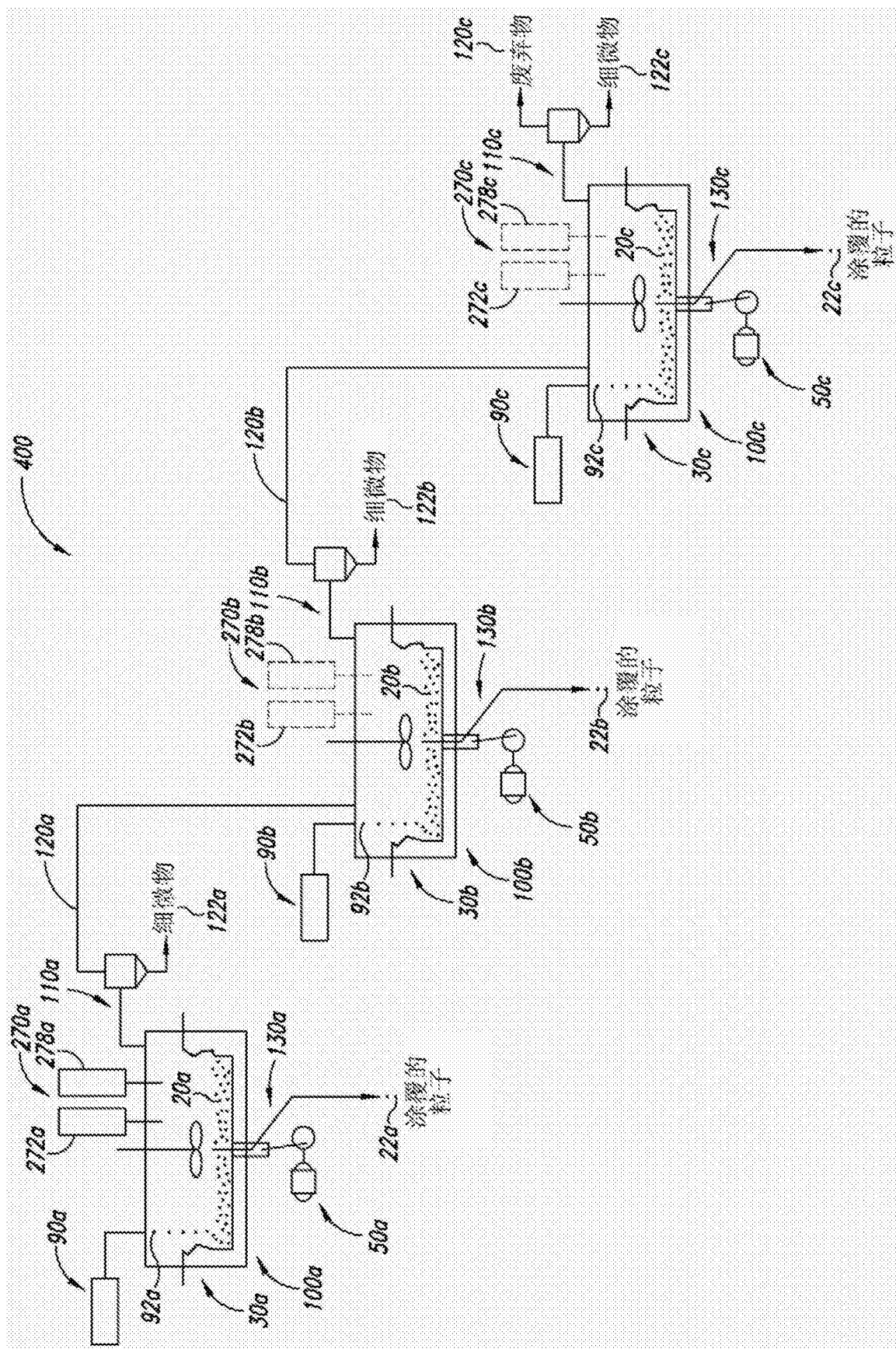


图4