



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201006950 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 02 月 16 日

(21)申請案號：098121897

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 06 月 29 日

(51)Int. Cl. : **C23C16/00 (2006.01)**

(30)優先權：2008/06/27 美國 61/076,371

(71)申請人：MEMC 電子材料公司 (美國) MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC. (US)
美國

(72)發明人：庫卡尼 米林德 S KULKARNI, MILIND S. (IN) ; 金伯爾 史蒂芬 KIMBEL,
STEVEN (US) ; 雅柏漢 傑莫爾 IBRAHIM, JAMEEL (US) ; 雷偉卡 維希爾
REVANKAR, VITHAL (IN)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：26 項 圖式數：3 共 23 頁

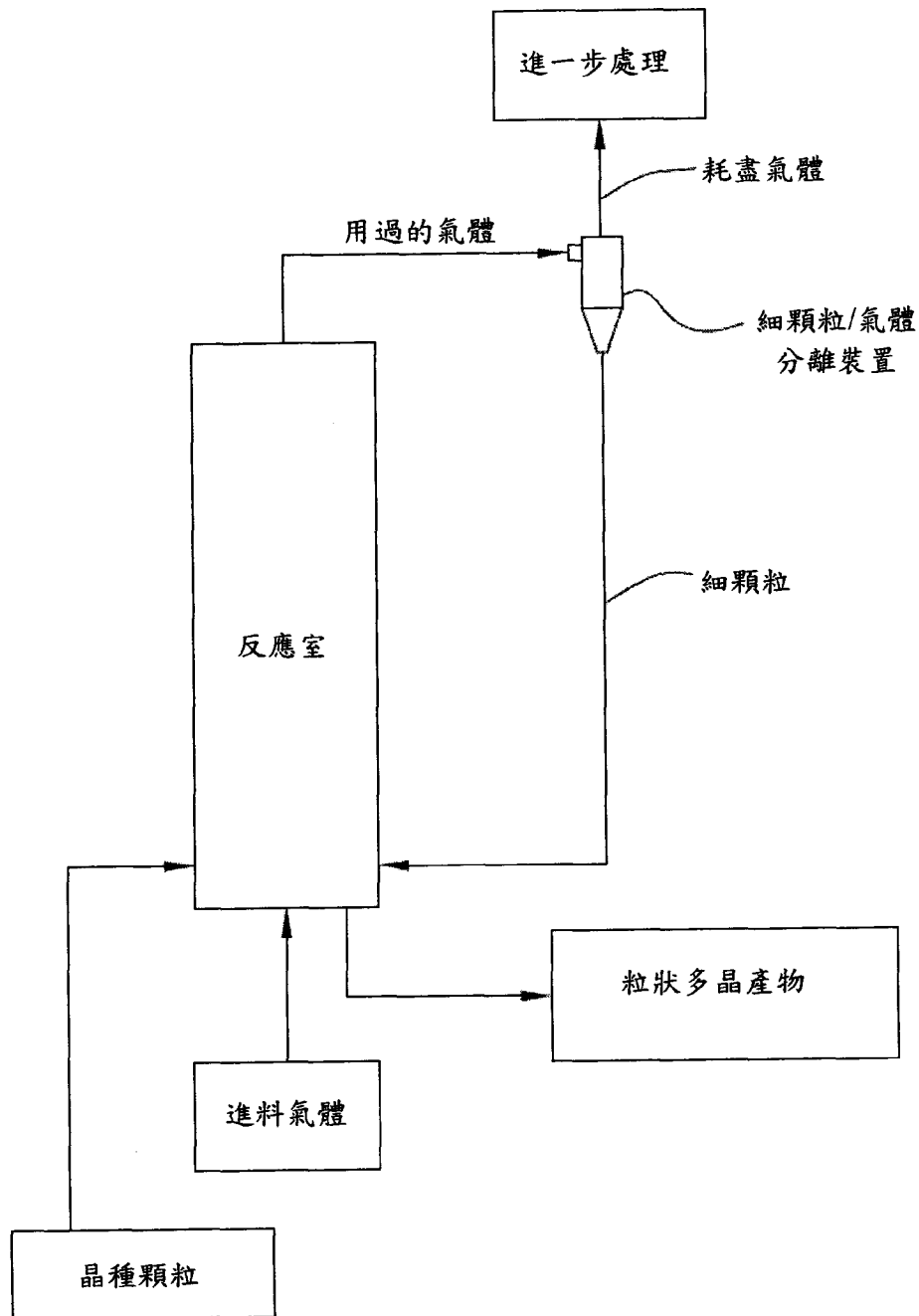
(54)名稱

藉由矽細顆粒之回收而增加多晶矽反應器生產力之方法

METHODS FOR INCREASING POLYCRYSTALLINE SILICON REACTOR PRODUCTIVITY BY
RECYCLE OF SILICON FINES

(57)摘要

本發明係關於用於生產多晶矽之方法，其包含使矽顆粒與一可熱分解之矽化合物在一反應室內接觸。該可分解矽之化合物之一部分分解以產生矽塵，其被釋放並再次導入該反應室。該被釋放的矽塵與該等矽顆粒黏聚成塊。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201006950 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 02 月 16 日

(21)申請案號：098121897

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 06 月 29 日

(51)Int. Cl. : **C23C16/00 (2006.01)**

(30)優先權：2008/06/27 美國 61/076,371

(71)申請人：MEMC 電子材料公司 (美國) MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC. (US)
美國

(72)發明人：庫卡尼 米林德 S KULKARNI, MILIND S. (IN) ; 金伯爾 史蒂芬 KIMBEL,
STEVEN (US) ; 雅柏漢 傑莫爾 IBRAHIM, JAMEEL (US) ; 雷偉卡 維希爾
REVANKAR, VITHAL (IN)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：26 項 圖式數：3 共 23 頁

(54)名稱

藉由矽細顆粒之回收而增加多晶矽反應器生產力之方法

METHODS FOR INCREASING POLYCRYSTALLINE SILICON REACTOR PRODUCTIVITY BY
RECYCLE OF SILICON FINES

(57)摘要

本發明係關於用於生產多晶矽之方法，其包含使矽顆粒與一可熱分解之矽化合物在一反應室內接觸。該可分解矽之化合物之一部分分解以產生矽塵，其被釋放並再次導入該反應室。該被釋放的矽塵與該等矽顆粒黏聚成塊。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於用於生產多晶矽之流體化床反應器系統及，更特定言之，係關於用於在來自一可熱分解矽化合物(舉例而言，如矽烷)之多晶矽質之生產過程中增加反應器生產力。

本申請案主張2008年6月27日申請之美國臨時申請案第61/076,371號之權利，其內容以引用的方式併入本文中用於所有相關及一致的目的。

【先前技術】

多晶矽為一種用於生產許多商品的重要原材料，舉例而言，該等商品包含積體電路與光電(亦即，太陽能)電池。多晶矽通常藉由一化學氣相沈積機制而製造，其中於一流體化床反應器中由一可熱分解矽化合物而將矽沈積至矽顆粒上。該等晶種顆粒大小持續生長直到其以多晶矽顆粒產物之形式(亦即，「粒狀」多晶矽)離開該反應器。適宜的可分解矽化合物包含例如矽烷與鹵代矽烷(如，三氯矽烷)。

多晶「晶種」顆粒可被添加至該反應室以引發矽之沈積。該等晶種顆粒之顆粒尺寸可從約50 μm 至約800 μm 及更典型地可從250 μm 至約600 μm 。一般使用兩類型的矽晶種顆粒。矽晶種顆粒之一來源為從該反應器中收集到的產物顆粒，其被碾碎至約250 μm 至約350 μm 之典型顆粒尺寸。或者或另外，聚集起來的及從具有約500 μm 至約600 μm 之顆粒尺寸該粒狀多晶產品分離出的較小多晶顆粒可

被用作晶種顆粒。

在該反應室內可發生多種反應。圖1大致上闡釋已知可於一矽烷流體化床反應器系統中發生之反應機制。由於此等機制不構成發生於該反應器系統中的整套反應，因此其絕不限制本發明之實施例。

參照圖1，在一矽烷系統中，矽烷不均勻地沈積於該生長晶粒(1)。矽烷也可分解以產生矽蒸汽(3)，其可均質地集結成核以形成非所需矽塵(其同義地稱為「細顆粒」或「粉末」)(4)且其可沈積於該等生長的矽顆粒(6)上。該等矽細顆粒可藉由自矽烷(2)或自矽蒸汽(5)沈積而生長。該等細顆粒可結塊以形成更大的細顆粒(7)。矽細顆粒也可與更大的生長矽顆粒結合，亦即，該等矽細顆粒可被該等更大的生長矽顆粒(8)去除。

通常，該矽塵之顆粒尺寸小於約50 μm 及在某些實施例中可小於約5 μm 。粒狀多晶產品通常具有一從約600 μm 至約2000 μm 及更典型地從約800 μm 至約1200 μm 或甚至從約900 μm 至約1000 μm 之顆粒尺寸。

當矽從矽烷沈積至一生長矽顆粒上時，氫從該矽烷分子中被釋放。該矽塵與通常與該系統一起被添加至該反應器之氫氣及未反應的矽烷以及運載氣體(統稱「用過的氣體」)一起被載出反應器。該矽塵藉由例如袋式過濾、漩渦分離或液體洗滌而與該用過的氣體分離。

被回收的矽塵可作工業利用但是其價值小於粒狀多晶矽。例如，矽塵可藉由柴氏(Czochralski)法而被用於生產

單晶矽，該柴氏法包含藉由拉提與該熔融多晶矽接觸之晶種而從熔融多晶矽中引出單晶矽。當於柴氏法中使用矽塵時，該矽塵難以熔融且更難的是從該熔融物中拉提該晶體。因此，相較於粒狀多晶矽，矽塵以較低價出售。從而，需要有可在粒狀多晶矽反應器系統中減少產生的矽塵量之反應器系統與方法。

【發明內容】

本發明之一態樣係關於一種用於生產多晶矽之方法，其中矽顆粒在一反應室內與一可熱分解矽化合物接觸以使得矽沈積於該等矽顆粒上，該等矽顆粒之尺寸隨著矽的沈積而生長。藉由該矽化合物之熱分解所形成的矽蒸汽之一部分被轉化為矽塵(亦稱為細顆粒)且從該反應室被排出。該被排出的矽塵之至少一部分被回收至該反應器，其中該被回收的矽塵由矽顆粒而至少部分被去除，其使得該塵去除率隨該回收而增加。

本發明之另一態樣係關於一種用於生產多晶矽之方法，其中矽顆粒在一反應室內與一可熱分解矽化合物接觸以使得矽沈積於該等矽顆粒上，該等矽顆粒之尺寸隨著矽的沈積而增長。藉由該矽化合物之熱分解所形成的矽蒸汽之一部分被轉化為矽塵且從該反應室被排出。該被排出的矽塵之至少一部分或幾近所有被回收至該反應器，其中該被回收的矽塵藉由矽顆粒而至少部分或甚至完全被去除，其去除速率大體上相等於該矽塵形成之速率，由此將該淨塵形成降低至一為零或約為零之速率。

各種精製存在於與本發明之上述態樣相關之所稱特徵中。其他的特徵也可被併入本發明之上述態樣中。此等精製與額外的特徵可獨立地或任意結合存在。例如，下面所討論的與本發明任一說明的具體例有關之各種特徵可單獨或任意結合地併入本發明之任一上述態樣中。

【實施方式】

本發明之方法包含將一進料氣體(其包含可熱分解之氣態矽化合物)及矽顆粒導入一反應器。該等矽顆粒藉由該導入進料氣體而被流體化。該進料氣體在該反應室內被加熱使得該矽化合物之至少一部分矽可藉由化學氣相沈積而沈積於該等矽顆粒上，由此使該等矽顆粒生長成更大的顆粒(其通常被稱為粒狀多晶矽)。此外，該可熱分解矽化合物之另一部分分解而形成矽蒸汽。

該矽蒸汽至少可部分沈積於該等矽顆粒上，由此導致該等顆粒之生長。另外，然而，該矽蒸汽形成較小的多晶矽晶體，其通常被稱作多晶矽細顆粒且在本文中藉由勻相成核作用也可被稱作多晶矽塵。該多晶矽塵之至少一部分被通過該反應室之流體帶走並隨該用過的氣體排出。該用過的氣體可被處理以將該矽塵之至少一部分與該氣流分離且該矽塵可被送回至該反應室。一旦該矽塵被再次導入該反應室，其可藉由黏附於矽顆粒而增加該塵去除率，由此可形成相較於該矽塵黏附於其表面之前之顆粒為更大尺寸之團塊。有利的是，本發明具體例之方法由此可將通常比該等粒狀顆粒低價出售的矽塵作為該團塊顆粒之部分出售，

由此改良該方法之收益率。

請注意，任何可實行該等上述反應之反應器均可被使用而不背離本發明之範圍。此等反應器大體上可被描述為流體化床反應器。此外，本發明之具體例之方法可在一單一流體化床反應器中實行該反應或可併入一個或多個串聯或平行配置之流體化床反應器。可如例如美國專利公開案第2006/0105105號所述般操作該等流體化床反應器，其全文以引用方式被併入本文中用於所有相關與一致的目的。

說明本發明之具體例之方法之一實施例之概示圖示於圖2。

進料氣體

可熱分解矽化合物包含大體上能夠在一氣相被熱分解以生產矽之化合物。該分解法可能產生額外產物而不脫離本發明之範圍，只要該分解法可提供一矽源以使該等多晶矽顆粒生長而形成多晶矽粗粒即可。可熱分解矽化合物氣體包含所有含有矽之氣體，其可藉由化學氣相沈積而被不均相地沈積，如四氫化矽(通常稱為矽烷)、三氯矽烷及其中矽烷之一個或多個氫原子被如氯、溴、氟及碘之鹵素替代之其他鹵代矽。

在一具體例中，該可熱分解矽化合物為矽烷。矽烷之化學氣相沈積(CVD)係略為放熱、通常充分完全反應、幾乎不可逆、且在一約600°C的低溫度下開始反應(相較於通常需要至少約1100°C之溫度反應的鹵代矽如三氯矽烷為低溫)。此外，矽烷與其分解產物(亦即，矽蒸汽與氫)係非腐

蝕性且非污染的。相較而言，三氯矽烷之分解為一可逆且不完全的反應，其導致具有腐蝕性的副產物之產生。因此大體上，矽烷為用於本發明具體例之較佳的氣體，但也可利用其他含有矽的可熱分解氣體而不背離本發明之範圍。

該可熱分解化合物可未經稀釋而導入該反應器或該氣體可被如氫、氫、氫或其組合之一運載氣體稀釋。在分解過程中，產生副產物氫，其若需要可在該反應器系統之操作中使用作為額外量的可熱解進料氣體。

反應室

該反應室通常為一流體化床，其中矽顆粒藉由該反應器中之流態化氣體之向上氣流而懸浮。流體化床反應器可在生長的矽顆粒與可增進矽沉積至該等顆粒之沈積速率之氣相之間提供較高的質量傳送與熱傳速率。該流體化床反應器通常為一圓柱立式容器；然而，流體化床操作可接受之任一配置均可利用。該反應器之特定尺寸主要依據可隨每一個系統而改變之系統設計因素而定，如所需系統輸出、熱傳遞效率及系統流體動力學，而不偏離本發明之範圍。通常，使用外來熱量使得該可熱分解氣體之溫度升高至該氣體分解點。加熱方法包含例如電容加熱、感應線圈與電阻元件。

反應條件

在該反應系統之操作過程中，通過該反應區域之流體化氣體速度被保持在高於該等矽顆粒之最小流體化速度。通過該反應器之氣體速度通常被保持於使該流體化床內之顆

粒流體化所必須的最小流體化速度之約一至八倍之速度。在某些具體例中，氣體速度為在該流體化床內使顆粒流體化所必須的最小流體化速度之約二至五倍，且在至少一具體例中，為該最小流體化速度之約四倍。該最小流體化速度依據所含氣體與顆粒之特性而變化。該最小流體化速度可藉由習知方式決定(見佩里(Perry)化學工程師手冊第17-4頁，第七版，其以引用的方式被併入本文中)。

該最小流體化速度較好對其存在於接近該氣體分配器時之條件加以計算。利用此等條件(其包含通常低於該反應器之其他部分之溫度)，可確保該被計算出的最小流體化速度足以流體化該整個床。

在高於該分配器之升溫下，用以計算該最小流體化速度之該黏度與速度變數係熱敏感的且可導致在該床之較低部分之較低溫度下不足以流體化該床之最小流體化速度。因此，藉由基於該低溫條件計算一最小流體化速度，可確保流體化該整個床之最低流體化氣體速度之計算。雖然本發明並不僅限於特定的最小流體化速度，但可用於本發明之最小流體化速度為約0.7 cm/sec至約350 cm/sec之範圍或乃至約6 cm/sec至約150 cm/sec之範圍。

高於該最小流體化流速之氣體速度對獲取更高的生產力係經常需要的。當該氣體速度增加超過該最小流體化速度時，過剩氣體形成氣泡，增加該床空隙度。該床可被視作由氣泡與「乳狀液」(其含有與矽顆粒接觸之氣體)組成。在該最小流體化條件下，該乳狀液之品質相當類似於該床

之品質。該乳狀液之局部空隙度接近該最小流體化床空隙度。因此，可藉由導入比達成該最小流體化所需者過量之氣體來產生氣泡。當該實際氣體速度與該最小流體化速度之比率增加時，該氣泡形成增強。在一極高比率下，於該床中形成大量氣渣。由於該床空隙度隨著該總氣體流速而增加，故固體與氣體之間的接觸變得較無效。對於該床之一既定體積，與反應氣體接觸之固體之表面積隨遞增的床空隙度而增加。從而，對於既定床長度而言，可熱分解氣體之轉化減少。轉化亦可能隨減少的氣體滯留時間而減少。此外，不同的非預期反應也可能以更高速率發生由此產生更多的細顆粒。

該反應器中之溫度被保持在該可熱分解化合物之分解溫度範圍及矽之熔點溫度之內。該反應器之溫度可被保持在約 200°C 至約 1400°C ，通常在約 600°C 至約 700°C 或乃至在約 625°C 至約 655°C 。用於保持該反應區域於此等溫度之熱可藉由如配置於該反應容器壁外部之電阻加熱器之習知加熱系統而提供。該反應器中之壓力於該床之頂部通常為1.73大氣壓。

細顆粒分離與回收

本發明已發現隨該用過的氣體離開該反應器之矽細顆粒可被回收及再循環至該反應器而不會不利地影響反應器系統動力學。已發現回收的細顆粒可全部與該較大的矽顆粒黏聚成團塊。該等細顆粒可被部分或全部再循環至該反應器系統。在總體細顆粒回收操作下，該系統進入一穩定狀

態條件，其中該反應器中的全部細顆粒產率等於該等細顆粒被該等砂顆粒去除之全部速率且該有效淨細顆粒產生被減少至約零。

如圖2所示，隨該用過的氣體離開該反應器之細顆粒被分離及再循環回至該反應器。該等砂細顆粒可藉由例如袋式過濾、旋渦分離或液體洗滌之一細顆粒/氣體分離裝置而與該用過的氣體分離。該細顆粒/氣體分離裝置可有效地自該用過的氣體去除由該反應器之均勻核化作用所形成之細顆粒。較佳地，該細顆粒/氣體分離裝置可去除該用過的氣體中的細顆粒之至少約90%，更佳地，去除該等細顆粒之至少約95%，最佳地，去除該等細顆粒之至少約99%。

細顆粒可藉由輸送設備(如，氣動傳輸機、螺旋輸送機、帶式輸送機或滾筒帶)或任一其他合適的用於傳輸之設備而從該細顆粒/氣體分離裝置被傳輸至該反應器。該等細顆粒可在任意位置被導入該反應器，但是較佳地係被引向該反應器之底部。該等細顆粒也可藉由一氣鎖閥或其他合適的裝置而被導入該反應器。就進一步程序控制而言，離開該細顆粒/氣體分離裝置之該等細顆粒可被收集於一分離容器或一儲罐中且該等細顆粒可從該儲罐被饋入該反應器。該等細顆粒也可藉由將該等細顆粒與該進料氣體及/或一運載氣體混合而再循環。

離開該細顆粒/氣體分離裝置之耗盡氣體通常含有氫與運載氣體及可進行進一步處理。舉例而言，該耗盡氣體之

一部分可被壓縮及利用於該系統內之其他製程。此外或另外，該耗盡氣體之一部分可作為一運載氣體而再循環至該反應器，在此情況下，該回收之細顆粒之一部分或全部可藉由將該等細顆粒與再循環至該反應器之耗盡氣體混合而被回收。

細顆粒被該等顆粒去除之速率隨該反應器之遞增細顆粒濃度而增加。在習知的流體化床反應器系統中，該全部的細顆粒產率通常大於該全部的細顆粒去除率，其導致細顆粒隨該離開氣體被排出。回收該等細顆粒之一部分或全部可導致該細顆粒濃度增加及去除率相應的增加。

在某些具體例中，離開該反應器之細顆粒僅一部分被回收。該細顆粒之淨產率在該反應器中為有限，但是其低於其他無細顆粒回收之操作之相似系統。可藉由改變被回收的細顆粒的部分來控制該系統之細顆粒選擇性(亦即，最終作為細顆粒離開該系統之經轉化的可熱分解氣體之分率)。

在某些具體例中，實質上所有離開該反應器之細顆粒被再循環至該反應器。在其他具體例中，該等細顆粒之一部分或全部被饋入一額外的流體化床反應器而非饋入產生該等顆粒的反應器。

實例

實例1：電腦模擬具有細顆粒回收之流體化床系統之穩定態條件

此實例證明在一具有細顆粒回收之流體化床反應器

(FRFBR)中總細顆粒密度之演變。時間零表示在該回收開始時該FRFBR之條件。此也代表在不具有細顆粒回收之標準流體化床反應器中之平均時間之穩定態。

在一電腦模擬實例中，其中該等細顆粒之100%被再循環回至一產生粒狀多晶矽之流體化床反應器，該反應器中之細顆粒濃度以時間作為函數加以計算。如圖3所示，於時間零之反應器中平均細顆粒濃度代表在回收細顆粒之前該穩定態細顆粒濃度。於時間零之時，開始該回收且該反應器中之細顆粒平均濃度使用該電腦模擬以時間作為函數加以計算。該濃度快速增加，卻穩定於一新穩定態。圖3所示之結果確認該等細顆粒可被完全回收而不導致該反應器系統之細顆粒之連續增大。換句話陳述，利用100%回收，細顆粒之濃度快速達到一新穩定態，於該新穩定態時，該細顆粒去除率等於細顆粒產生之速率。雖然於一既定平均時間之穩定態之實際細顆粒濃度可依據該電腦模擬模型之近似值而變化，但是該系統之定性行為仍可被保持相同。

當導入本發明或其較佳具體例之元件時，本文中的「一」及「該/該等」意欲表示存在該等元件之一個或多個。該等術語「包括」、「包含」及「具有」意欲表示含有及表示除了該等列出的元件還存在額外的元件。

鑒於上述，可見出本發明之數個目的可被完成且達成其他的有利結果。

由於可對上述方法做出各種改變而不背離本發明之範

圍，因此其意為以上描述所含有及附圖所顯示之全部主題將為闡釋性地說明且不無限制意義。

【圖式簡單說明】

圖1為發生於一粒狀多晶矽反應器系統中之反應機制之一說明；

圖2為一粒狀多晶矽反應器系統之一具體例之一示意流程圖；及

圖3為一以時間為函數顯示對一流體化床反應器所計算之細顆粒濃度之作圖，其中於時間零為該等細顆粒被開始回收至該反應器之時間。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 98/21897

※ 申請日： 98.6.29

※IPC 分類：H01B

一、發明名稱：(中文/英文)

C23C16/00 (2006.01)

藉由矽細顆粒之回收而增加多晶矽反應器生產力之方法

METHODS FOR INCREASING POLYCRYSTALLINE SILICON
REACTOR PRODUCTIVITY BY RECYCLE OF SILICON FINES

二、中文發明摘要：

本發明係關於用於生產多晶矽之方法，其包含使矽顆粒與一可熱分解之矽化合物在一反應室內接觸。該可分解矽之化合物之一部分分解以產生矽塵，其被釋放並再次導入該反應室。該被釋放的矽塵與該等矽顆粒黏聚成塊。

三、英文發明摘要：

Processes for producing polycrystalline silicon include contacting silicon particles with a thermally decomposable silicon compound in a reaction chamber. A portion of the silicon decomposable compound decomposes to produce silicon dust which is discharged from and reintroduced into the reaction chamber. The discharged silicon dust agglomerates with the silicon particles.

七、申請專利範圍：

1. 一種用於生產多晶矽之方法，其包括：

使矽顆粒在一反應室內與一可熱分解之矽化合物接觸以使得矽沈積於該等矽顆粒上，該等矽顆粒之尺寸隨著矽的沈積而增長，其中該可分解矽化合物之一部分分解以產生矽塵；

將矽塵從該反應室排出；及

該被排出的矽塵之至少一部分被導入該反應器以使得該被排出的矽塵與該等矽顆粒黏聚成團塊。

2. 如請求項1之方法，其中該被排出之矽塵全部被導入該反應器。
3. 如請求項1之方法，其中該矽塵隨該用過的氣體從該反應室中被排出。
4. 如請求項3之方法，其中該被排出之矽塵與該用過的氣體分離。
5. 如請求項4之方法，其中一包括該可分解矽化合物之進料氣體被連續導入該反應室，且其中該被排出之矽塵在被導入該反應室之前先被導入該進料氣體。
6. 如請求項4之方法，其中該被排出之矽塵藉由過濾與該用過的氣體分離。
7. 如請求項3之方法，其中該被排出之矽塵之一部分隨該用過的氣體之一部分被導入該反應器。
8. 如請求項1之方法，其中該等矽顆粒之一部分以多晶矽顆粒產物之形式而從該反應室中去除。

9. 如請求項1之方法，其中該等顆粒之標稱直徑在約800 μm 與約1200 μm 之間。
10. 如請求項1之方法，其中該矽塵之標稱直徑小於約5 μm 。
11. 如請求項1之方法，其中該反應室之溫度在約200°C與1400°C之間。
12. 如請求項1之方法，其中該反應室之溫度在約600°C與700°C之間。
13. 一種用於生產多晶矽之方法，其包括：
使矽從一可熱分解矽化合物沈積於矽顆粒以形成多晶矽顆粒產物；
分解該可熱分解矽化合物以形成矽塵；及
藉由矽顆粒去除矽塵，其去除速率大體上相等於該矽塵形成之速率。
14. 如請求項13之方法，其中該矽在該反應器中沈積於該等矽顆粒上。
15. 如請求項14之方法，其中該矽塵從該反應室中被排出。
16. 如請求項15之方法，其中該被排出之矽塵被回收至該反應室。
17. 如請求項15之方法，其中該矽塵隨該用過的氣體從該反應室中被排出。
18. 如請求項17之方法，其中使該被排出之矽塵與該用過的氣體分離。
19. 如請求項18之方法，其中一包括該可分解矽化合物之進

料氣體被連續導入該反應室且其中該被排出之矽塵在被導入該反應室之前先被導入該進料氣體。

20. 如請求項18之方法，其中該被排出之矽塵藉由過濾與該用過的氣體分離。
21. 如請求項17之方法，其中該被排出之矽塵之一部分隨該用過的氣體之一部分被導入該反應器。
22. 如請求項13之方法，其中該等矽顆粒之一部分以多晶矽顆粒產物之形式而從該反應室中被去除。
23. 如請求項13之方法，其中該等顆粒之標稱直徑在約800 μm 與約1200 μm 之間。
24. 如請求項13之方法，其中該矽塵之標稱直徑小於約5 μm 。
25. 如請求項13之方法，其中該反應室之溫度在約200°C與1400°C之間。
26. 如請求項13之方法，其中該反應室之溫度在約600°C與700°C之間。

八、圖式：

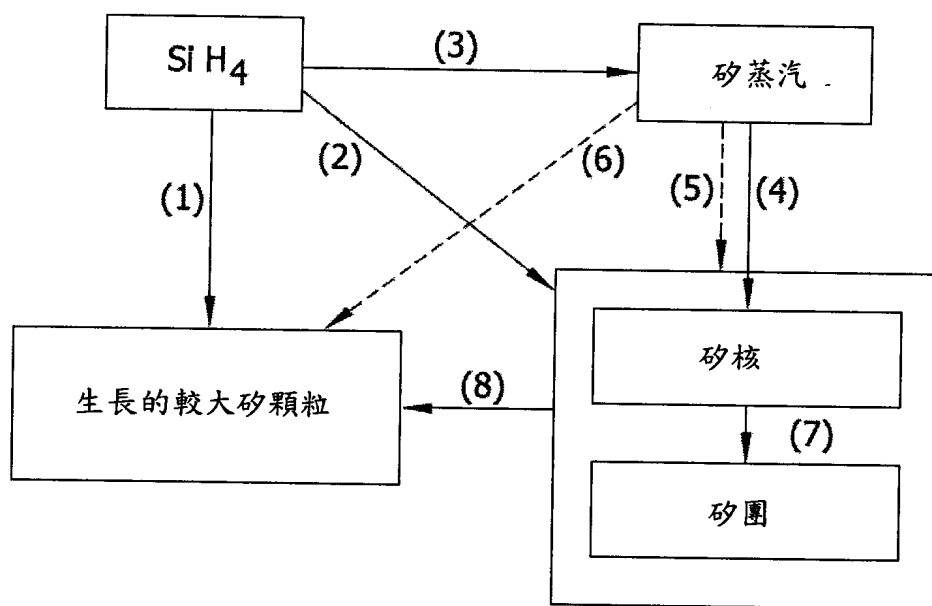


圖 1

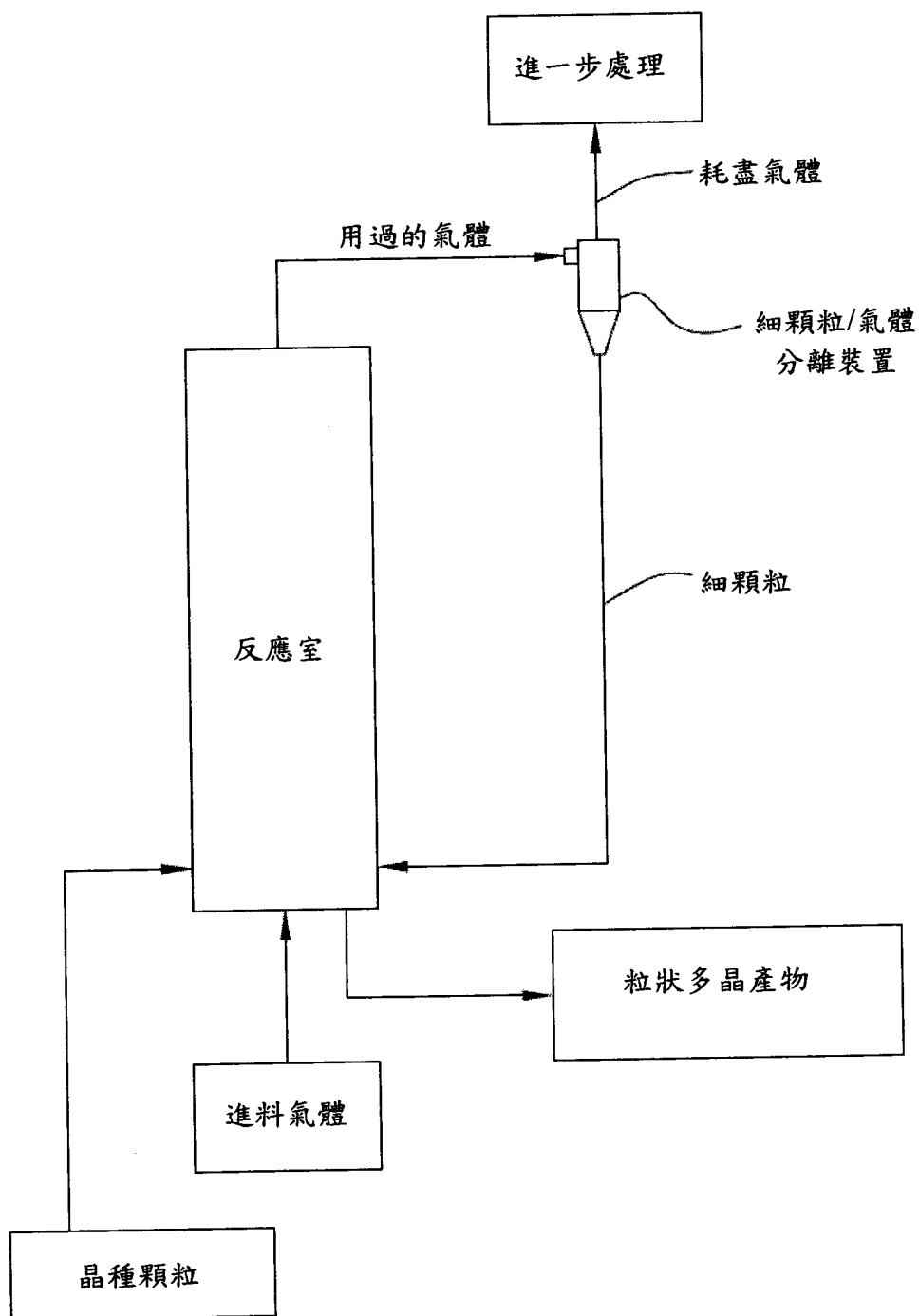


圖 2

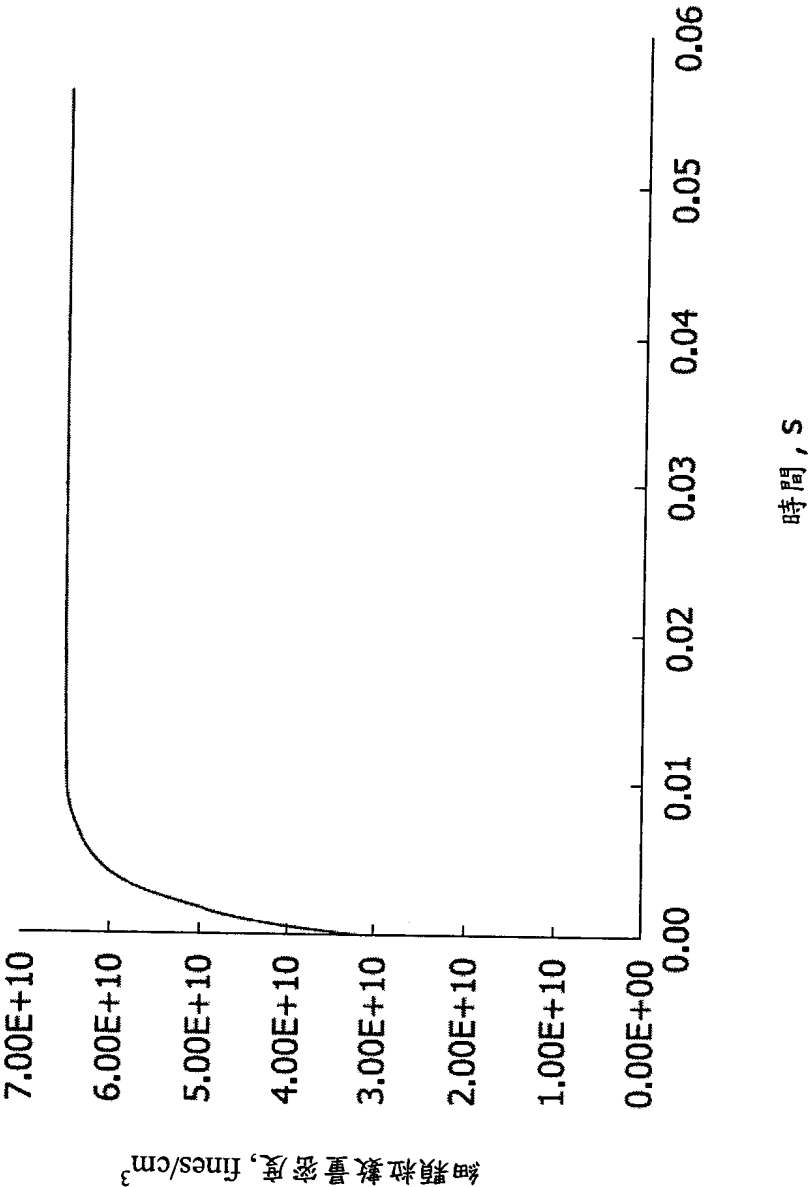


圖 3

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(2)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無元件符號說明)

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)