

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5749730号
(P5749730)

(45) 発行日 平成27年7月15日 (2015. 7. 15)

(24) 登録日 平成27年5月22日 (2015. 5. 22)

(51) Int. Cl.		F I	
CO 1 B 33/035	(2006. 01)	CO 1 B	33/035
CO 1 B 33/027	(2006. 01)	CO 1 B	33/027

請求項の数 10 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2012-541045 (P2012-541045)	(73) 特許権者	512137865
(86) (22) 出願日	平成22年11月25日 (2010. 11. 25)		ダイナテック エンジニアリング エーエス
(65) 公表番号	特表2013-512170 (P2013-512170A)		ノルウェー国 エヌー1814 アスキム
(43) 公表日	平成25年4月11日 (2013. 4. 11)		ラケスタッドフェイエン 1
(86) 国際出願番号	PCT/N02010/000431	(74) 代理人	100102185
(87) 国際公開番号	W02011/065839		弁理士 多田 繁範
(87) 国際公開日	平成23年6月3日 (2011. 6. 3)	(74) 代理人	100129399
審査請求日	平成25年8月27日 (2013. 8. 27)		弁理士 寺田 雅弘
(31) 優先権主張番号	20093411	(72) 発明者	フィルトヴェット ヨーセフ
(32) 優先日	平成21年11月25日 (2009. 11. 25)		ノルウェー国 エヌー1825 トムター
(33) 優先権主張国	ノルウェー (NO)		フルクヴィステン 2
(31) 優先権主張番号	20100210	(72) 発明者	フィルトヴェット ヴェルナー オー.
(32) 優先日	平成22年2月11日 (2010. 2. 11)		ノルウェー国 エヌー1825 トムター
(33) 優先権主張国	ノルウェー (NO)		ミウラ

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコンの生産のための反応器および方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

反応器ボリュームを備える、シリコンの生産のための反応器であって、前記反応器は、化学蒸着 (CVD) 用のシリコン含有反応ガスを前記反応器ボリュームの内側で回転させるためのモータを備えるか、または前記モータに動作可能なように配置され、

前記モータは、前記反応器を回転させ、

シリコンは、前記反応器の側壁の内側面上に化学蒸着する、ことを特徴とする反応器。

【請求項 2】

前記反応器ボリュームは、シリコンの表面が前記反応器ボリュームの少なくとも一部に対して内側表面を形成するように、シリコンできているか、または内側シリコン層を有する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の反応器。

【請求項 3】

前記反応器は、円形または実質的に円形の断面を有するシリンダとしての形状であって、前記シリンダは、垂直に向けられて、その側壁は冶金学的品質またはより高純度のシリコンできている、シリンダ、および、シリコン含有ガスが前記反応器の上部における出口に向けて前記壁に沿って上向きにヘリカル・パスにおいて導かれるように、底部に角度づけて配置される 1 つ以上の入口、を備え、前記入口および前記ガスの向きは、前記シリンダの軸線と平行な方向成分、および前記シリンダの内側壁の円周と平行な方向成分を含む、ことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の反応器。

【請求項 4】

10

20

前記反応器は、前記反応器の外側に加熱デバイスを備えるか、または前記加熱デバイスに動作可能なように配置される、ことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の反応器。

【請求項 5】

前記反応器は、円形の内側断面を有するシリンダとしての形状、前記反応器に有効に接続されて前記反応器を回転させるためのモータ、少なくとも一端部において前記シリンダの軸線と同軸に配置されるシリコンプラズマのための出口、シリコンリッチ反応ガスのための少なくとも 1 つの入口、不活性ガスおよび/または冷却ガスの保護を有してまたは有しないで、前記反応器の外側上にまたは内側上に有効に配置される少なくとも 1 つの加熱デバイス、を備える、ことを特徴とする請求項 1 に記載の反応器。

10

【請求項 6】

前記反応器を回転させるためのモータが前記反応器に有効に接続され、前記反応器は、前記反応器とともに回転する少なくとも 1 つの端部プレートを備え、前記端部プレートは、シリコン含有反応ガス用の少なくとも 1 つの入口を備え、前記端部プレートは、熱損失を最小化すると同様に前記入口における蒸着を回避するために、残りの前記反応器よりも低い熱伝導率を有する材料でできている、ことを特徴とする請求項 1 に記載の反応器。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の反応器において、蒸着および/またはシリコン含有ガスの精選によりシリコンを生産する方法であって、化学蒸着 (CVD) 用のシリコン含有反応ガスを反応器ポリュームの内側で、回転を達成するためのモータを作動させることにより、回転させることによることを特徴とし、

20

シリコンは、前記反応器の側壁の内側面上に化学蒸着する、ことを特徴とする方法。

【請求項 8】

前記反応器の断面積が主に狭くなるというような方法で、シリコンが化学蒸着によって前記反応器の壁上に意図的に蒸着されると、前記反応器の中身または前記反応器および前記反応器壁の中身は、太陽電池および/またはエレクトロニクス目的用のシリコンの生産のためのプロセスのさらなるステージにおいて利用される、ことを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の反応器の使用方法であって、シリコンを生産するためおよび/またはシリコン含有反応ガスを精選するためであり、シリコン含有反応ガスは、別の反応器から供給される、使用方法。

30

【請求項 10】

前記反応器の壁は、水晶、窒化ケイ素または黒鉛のような低汚染材料でできている、ことを特徴とする請求項 1 に記載の反応器。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、太陽電池およびエレクトロニクスにおいて使用するためのシリコンの生産に関する。特に、本発明は、シリコンの生産のための反応器および方法ならびに反応器の使用に関する。

40

【背景技術】

【0002】

再生可能な無公害のエネルギー源を利用するための新規技術の開発は、将来のエネルギー必要量を満たすために本質的である。この文脈において、太陽エネルギーは、最も興味深いエネルギー源の 1 つである。

【0003】

シリコンは、太陽電池産業およびエレクトロニクス産業の両方において重要な原材料である。特殊用途のための代替りの材料があるにもかかわらず、多結晶および単結晶シリコンは、予見できる将来において好適な材料のままである。多結晶シリコンを生産するとき

50

の改良された可用性および経済性は、再生可能エネルギーとしての太陽電池の使用を増加させるのと同様に、両方の産業における成長の機会を増加させる。

【0004】

太陽電池またはエレクトロニクスにおいて使用するための十分な純度のシリコンを生産するために、化学蒸着の方法は、現在共通して使われている。ジーマンス・プロセスの異なるバージョンは、多結晶シリコンを生産するために用いるCVDにとっての最も広範囲にわたる方法である。シリコン含有ガス（例えばシランまたはトリクロロシラン）または他のガス（例えば水素ガスまたはアルゴン）は、容器の内部に入れられて、シリコンが抵抗被加熱ロッド上に蒸着する。電力および労働の必要性は、高い。このプロセスのより詳細な記述は、特許文献1において与えられる。今日のCVD反応器および特にジーマンス反応器に関する課題の1つは、それらが反応器に入れられる反応ガス的一部分のみを利用するということである。ガスの多くが、反応器を通過して通過して、残留ガスの一部として反応器から逃げる。これは、反応ガスを反応器内に入れるのがガス拡散性だけであるという事実のせいである。これは、結果として遅いガスの流れになり、そして、反応ガスの多くは、それが反応器から逃げる前に反応表面に決して届かない。使われないシリコン含有ガスを浪費することを回避するために、CVD反応器からの排気は、包括的かつ高コストのクリーニングプロセスを通過することを必要とする。

10

【0005】

CVDのための他のより一般的に用いられない方法は、流動層（床）である。流動層では、シリコンの種粒子が上昇するガスの流れによって囲まれて、そのガスの流れの中に保たれる。そのガスの流れは、シリコン含有ガスから成るガスの流れであり、そこから、シリコンは種粒子上に蒸着することができる。この流動層を使用する利点は、シリコンが蒸着することができる広大な表面積である。そしてそれは、より少ないエネルギー使用量と同様に、増加したおよび連続した生産の可能性を可能にする。しかしながら、十分に大きく成長した粒子を取り出すための実用的かつ単純な方法は、実際には達成するのが難しい。より正確に言うと、流動層反応器において粒子のサイズを制御するのは難しい。そして、作動している反応器において粒子の分布を制御するのは非常に難しい。粒子の偏在は、流れ状態に影響を及ぼす。そしてそれは、温度分布およびシリコンの蒸着に再び影響を及ぼす。この方法は、作動中に、外側から新たな粒子を加えるか、または反応器において小さい粒子を形成することを必要とする。大きさが増加しなければならない小さい粒子の追加と同様に、反応器の底部における大きい粒子の排出は、多くのパラメータを同時に制御することを要求する。そしてそれは、時間とともに実地的な作動において非常に難しいと判明した。流動層反応器の一般的な課題は、粒子が一緒に成長して、反応器およびノズルの内側表面上へのシリコンの望まれない蒸着と同様に、流動性を徐々に阻止するということである。そしてそれは、ノズルおよび反応器ボリュウムに詰まらせて、したがって、生産を停止させる。この課題は、特許文献2の第2欄第40行～第3欄第20行において、および特許文献3において述べられる。これらの特許はまた、蒸着のためのガス混合気、温度および課題および限界を含むシリコンの生産のための作動パラメータと同様に、流動層および付属の器材を有するCVDのための方法の完全な説明を含む。

20

30

【0006】

今日のCVD反応器に関する一般的な課題は、小さいシリコンちり粒子（いわゆる微粉）が反応器の内側で形成されるということである。これは、ガスが反応表面に近づく前に分解温度に達する場合に発生する。そしてそれは、小さいガス渦が形をなすときに発生することができる。これらの小さいシリコン粒子は、反応表面上に蒸着しないで、残留ガスとともに反応器から逃げる。時間とともに、微粉は、ある程度利用されるだけの相当量のシリコンを構成する。

40

【0007】

上述の課題の1つ以上に関して有利な代替技術が必要である。

【0008】

この必要は、Dynatec Engineeringが2009年5月29日に出願

50

した特許文献4の発明によって部分的に満たされる。前記発明は、化学蒸着によってシリコンを生産するための反応器を提供する。反応器は、容器を形成する反応器本体、シリコン含有ガスのための少なくとも1つの入口、少なくとも1つの出口、および、反応器の一部としてのまたは反応器に有効に配置される少なくとも1つの加熱デバイス、を備える。そして、反応器本体の少なくとも1つの主要部（この部分は化学蒸気さらされて、この部分上へのシリコンの蒸着のために加熱される）は、シリコンから生産される（すなわち、シリコンでできている）ことが特徴である。

【0009】

反応器の上述した基本的な考えは、シリコン含有ガスにさらされる材料の全部または重要な部分が、シリコンの蒸着が慎重に（*deliberately*）前記材料上に発生するように制御することができるというような方法で、有利に高純度のシリコン、または他の非汚染材料でできているということである。流路閉塞に関する多くの課題と同様に、他の材料からのシリコンの分離に関する周知の課題は、回避されるかまたは減らされる。同時に、加熱がどのようにして達成され得るかを含み、反応器がどのようにして作られることができ作動されることができるかについての多くのさらなる可能性がある。しかしながら、特許文献4には、反応器に対する入口のいかなる特定の方向に関する、流動層以外のいかなる特定の流れパターンに関する、説明も指示もない。そして、本発明の目的は、シリコンの生産のための反応器および方法をさらに改良することである。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】米国特許第3,979,490号

【特許文献2】米国特許第4,818,495号

【特許文献3】米国特許第5,810,934号

【特許文献4】特許出願第2009 2111号

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0011】

この目的は、反応器ボリュームを備える、シリコンの生産のための反応器であって、反応器は、化学蒸着（CVD）用のシリコン含有反応ガスを反応器ボリュームの内側に回転状態で設定するための少なくとも1つの手段を備えるか、または当該少なくとも1つの手段が有効に配置されることを特徴とする反応器によって達成される。

【0012】

化学蒸着（CVD）用のシリコン含有反応ガスを反応器ボリュームの内側に回転状態で設定するための手段は、反応器を回転させるモータであることが好ましい。加えてまたは代わりに、特別な入口の配置（例えば、反応器とともに回転する端部プレート上のいくつかの入口）、角度づけられた入口、およびスピンエレメントは、使用することができる。反応器は、均一な流れパターンを達成するために、主軸について回転対称の内側表面（例えば円形断面を有する垂直のまたは水平の管）を有することが好ましい。反応器は、2つの主要な実施形態（すなわち、静置されて回転しない反応器および回転する反応器）のうちの1つであり得る。回転しない反応器において、ガスは、ガスが接線速度成分を得て、反応器ボリュームの内側においてヘリカル・パスを達成するというような方法で、角度づけられた入口、羽根および/またはスピンエレメントによって回転される。回転する反応器において、モータまたは均等物は、反応器を回転させるために用いられる。その一方で、入口は、静止していることができ、または反応器とともに回転することができる。そして、入口は、おそらく角度づけて配置されることができて、またはスピンエレメントを有することができる。

【0013】

しかしながら、最も好ましい実施形態は、通常、種粒子または流動層のない回転する反応器である。この反応器は、反応器とともに回転する入口を備えて、より平行した流線形

10

20

30

40

50

がこれにより達成されることができ、そしてそれは、シリコンちり粒子（微粉）の形成を最小化するにつれて、特に有利な結果を得る。回転によって、反応器壁またはより正確には前記反応器の側壁に対してシリコン含有反応ガスの非常に高い濃度に結果としてなる流れパターンが生じる。そして、シリコンの蒸着は、反応器が蒸着したシリコンからより狭くなるまたはより大きくきつくなるというような方法で、反応器壁上に発生するために慎重に制御されることができ、大部分のシリコン含有反応ガスは、反応器の回転をとともなう若干の時刻以後、これにより反応器の内壁に向けて大いに集中される。そして、前記ガスおよび壁は、流れおよびガスの分離効果をしたがってシリコンの蒸着を妨げる乱気流が最小化されるというような方法で、同じ速度で回転する。より平行した流線形または流れパターンは、驚くべきことに、他の流れパターンよりもはるかに有利であると判明した。

10

【0014】

反応ガスは、概して、シリコン含有ガス（有利に水素ガスを混合されるシラン）から成る。水素ガスもまた、シランの分解およびシリコンの遊離後の残留物を構成する。反応ガスはまた、特定の場面に、小さいシリコン粒子（いわゆる微粉）を含んでよい。本発明の基礎は、シリコン含有ガスの質量と水素ガスの質量との大きな違いにある。概して、シランは水素ガスのほぼ16倍の重さである。ニュートンの第2法則（力は質量×加速度に等しいと言う）によれば、反応ガスが回転されるときに、重いシリコン含有分子は、軽い水素分子よりも大きい力にさらされる。回転によって、非常に有効な分離効果に結果としてなる向心加速度すなわち遠心効果が生じる。そして、重いシリコン含有ガスは、蒸着が生じる反応器壁に向けて外方へ押される。反応器は、蒸着するシリコンの制御された充填に適していて、したがって、反応器の少なくとも1つの主要部は、シリコンから作られてすなわちシリコンでできているかまたはシリコンの内側コーティング（例えば、冶金のまたはCVDシリコンの円形の円筒側壁、あるいはEFGシリコン管または同様物）を備える。より正確には、反応器は、少なくとも1つの加熱デバイスに有効に配置される。そしてそれは、反応器壁上にCVDによってシリコンを慎重に蒸着させるために、これにより反応器ボリュームを蒸着したシリコンで完全に満たすために、反応器壁の少なくとも一部または全部を慎重に加熱する。このようにして、反応器の全部またはその側壁は、蒸着したシリコンで完全に満たされて、太陽電池シリコンまたはエレクトロニクスシリコンとして利用されることができ、しかしながら、シリコン以外の他の壁材料を有して、その壁が完全にまたは部分的に慎重に加熱される反応器も、本発明の技術的な利点が特に回転する反応器にとってまだ驚くほど良好なゆえに、適用することができて、本発明の実施形態でもある。反応器管は、シリコン以外の他の材料から作られる／でできている（例えば、反応器プロセスの後、それらの全部において取り除かれることができる手頃な価格のシリカ石英管）ことがあり得る。蒸着したシリコンは、誘導溶融によって、または適切な炉のような他の加熱デバイスによって、シリコン壁を有しないまたはEFGシリコンコーティングのみを有する反応器から溶解することができる。任意に、汚染された壁エレメントは、機械加工されることができ、または切り離されることができ。

20

30

【0015】

反応器は、円形の側断面を有して、垂直にまたは水平に配置されるシリンダとして都合よく形成され、反応器を回転させるためのモータは、反応器に有効に接続されることが好ましく、シリコンプアガスのための出口は、少なくとも一端部においてシリンダの軸線と同軸に配置され、少なくとも1つの加熱デバイスは、不活性ガスおよび／または冷却ガスの保護を有してまたは有しないで、反応器の外側上にまたは内側上に有効に配置される。反応器は、反応器とともに回転する少なくとも1つの端部プレートを都合よく備える。端部プレートは、シリコン含有反応ガス用の1つ以上の入口を備える。1つ以上の入口は、回転軸から異なる距離上および／または内に配置される。端部プレートは、例えば端部プレートがこの種のチャンバの上部で回転可能なように、例えば、反応ガスのための供給チャンバに密封して回転可能に配置されることができ、あるいは、供給チャンバは、反応器とともに回転することができ、そしてそれは、端部プレートによって、供給チャン

40

50

バと反応器ボリュームとの間でノズルを有する仕切壁を作る。出口は、対応して配置できることが好ましい。端部プレートは、例えばまたは代わりに、反応器壁の反応温度をよりよく維持するために異なる熱伝導率の材料から成る複合構造を設計するように、反応器の残りの部分よりも低い熱伝導率を有する材料でできていることが好ましい。

【0016】

別の実施形態において、反応器は、円形または実質的に円形の断面を有する垂直な立位のシリンダとして形成され、その側壁は、高品質の冶金学的品質またはより高純度のシリコンで作られ、1つ以上の入口は、反応器の内部に注入されたシリコン含有ガスが反応器の上部における出口に向けて壁に沿って上向きにヘリカル・パスを辿るといった方法で、底部に角度づけて配置され、入口およびガスの向きは、シリンダの軸線と平行な方向成分、およびシリンダの内側壁の円周と平行な方向成分を含む。反応器は、反応器の外側上に加熱デバイスを都合よく備えるか、またはそれに関して有効に配置される。加熱デバイスは、反応器の内側で注入ガスが辿るヘリカル・パスと平行なヘリックスとして都合よく形づくられる。

10

【0017】

本発明はまた、本発明による反応器においてシリコン含有ガスの蒸着および/またはクリーニングによりシリコンを生産する方法であって、1つ以上の反応器を並列および/または直列に用いて、化学蒸着(CVD)用のシリコン含有反応ガスを反応器ボリュームの内側に、回転を達成するための少なくとも1つの手段の作動により回転させつつ設定することを特徴とする方法、を提供する。これは、シリコンが典型的なCVD作動パラメータで反応器を作動することによって蒸着する間、好ましくは反応ガスのための入口の手段または配置によって、および/または反応器を回転させるモータを有して、少なくとも一部の、好ましくは全てのシリコン含有反応ガスは回転されることを意味する。反応器の作動は、バッチプロセスである。または、最初は連続プロセスでその後バッチプロセスとしてである。

20

【0018】

反応器の断面積が実質上きつくなるというような方法で、シリコンが化学蒸着によって反応器の壁面に慎重に蒸着されると、反応器の中身または反応器および反応器壁の中身は、太陽電池および/またはエレクトロニクス目的用のシリコンの生産のためのプロセスのさらなるステージにおいて利用されることができる。大いに都合よく、反応器は、上述した原因のせいで、モータによって回転する。そして、シリコン含有ガスが反応器の内側壁に沿って、好ましくは反応器の全長または反応器の高さに沿って、ヘリカル・パスを辿るといった方法で、注入された流れはおそらく目指す。

30

【0019】

本発明はまた、本発明による他の反応器からまたは他のタイプのCVD反応器から供給される、あるいはガスは他のソースから生じている、シリコンを生産するためのおよび/またはシリコン含有反応ガスをクリーニングするための、本発明による反応器の使用を提供する。

【0020】

本発明は、シリコン含有ガスにさらされる材料の全部または重要な一部が、好ましくは前記材料上にシリコンの慎重な蒸着を生じさせることを制御することができるというような方法で、非汚染材料(好ましくは高品質のシリコン)から作られる/できている反応器をともなって、特許文献4による発明の上にさらに構築する。反応器の全体または一部を回転させることにより、および/または、底部プレートにおいて上向きに傾斜したホールを通して反応器の内部にシリコン含有反応ガスを供給することによりまたはスピンエレメントを使用することにより、シリコン含有反応ガスが反応器の中心線のまわりに回転されるという点で、本発明は独特である。上向きに傾斜したホールを使用するとき、前記反応ガスは、前記ガスが反応器壁に沿ってパス(好ましくはヘリカル・パス)を得るといった方法で、反応器の内部に供給される。したがって、ガスは、それが反応器の内側の壁に沿って回転するといった方法で、反応器壁に接する速度成分を得る。同時に、

40

50

垂直速度成分は、反応ガスを壁に沿って上向きに強制する。

【0021】

上向きに傾斜したホールを使用するとき、反応器は、その最も単純な形態において、シリコンまたは他の非汚染材料から実質上作られるのでできている円筒形状または多角形状を有する密閉容器を構成する。そしてそれは、シリコンの種粒子または流動層のない内側上の化学蒸着のために利用される。ガスの流れは、それが壁に接する速度成分と反応器内で上向きの速度成分とを得るといような方法で、水平線に対して傾斜した角度をとまって注入される。ガスの流れは、それが反応器の壁に沿って流れて、反応器の中心線について回転を達成するといような方法で、反応器の内部に供給される。反応器は、加熱チャンバ内に配置されることができる。しかしながら、加熱チャンバ内に加えて/またはその代わりに、反応器内、上またはその外側に加熱デバイスが有効に配置されることができる。反応ガスにとっての回転を維持するために、反応器は、反応器周りの外側でヘリカル・パスを辿る加熱エレメントによって加熱されることが好ましい。したがって、シリコンが加熱エレメントに最も近い壁の部分上にまず蒸着するといような方法で蒸着が内側で発生するように、加熱は制御されることができる。したがって、蒸着は、反応器内におけるガスの上向き回転を維持するのを助けるヘリカル・パスを形成する。蒸着は、壁全体に沿って進み、その領域は、壁のヘリカル形状の表面のせいで徐々に増加する。壁がプロセスを続けることが可能でないかまたは経済的に正当でないようにきつくなるまで、蒸着は発生する。壁に沿ってヘリカル・パスのガスの流れを供給することの利点は、それが上方へ直接流れるガスと比較してより長い距離を進むということである。ガスが蒸着が発生することができるよりも大きな領域と接触しているという点で、これは有利である。そしてそれは、反応器の底部から上部までより多くの時間を過ごす。これは、ガス中のより多くのシリコンを蒸着させて/遊離する可能性に結果としてなり、これにより、ガス利用を改良する。

10

20

【0022】

前述のように入口を配置することの代替は、入口にスピンエレメントを（例えば中央の入口にスピンエレメントを）配置することである。入口をこのように配置することは、異なる入口を変更することが多くの努力なしに実行されることができるとい点で、好ましい実施形態である。スピンエレメントは、静止トラックおよび/またはローターを用いて多くの異なる方法で実施することができて、公知技術であるとみなされて、本明細書においてさらに記載されない。

30

【0023】

ガスを回転させることの大きい利点は、反応ガスを分離する向心力の発生であるとみなされる。蒸着が発生するためには、十分なシリコン含有反応ガスは、被加熱シリコン壁の近くなければならない。蒸着が発生したあと、シリコンの乏しい残留ガス（シリコンブア残留ガスとも称される）は、シリコン壁に最も近いガスである。さらなる蒸着が発生するためには、新たなシリコン含有ガスは、壁と接触するためにシリコンブアガスを横切ることが必要である。シリコン含有ガス（シリコンリッチ反応ガスとも称される）は、シリコンを遊離して蒸着させた後に残るシリコンブア残留ガスよりも重い。例えば、シランガスは、シリコンを遊離した後に残留ガスを構成する水素ガスよりも実質的に重い。ガスが反応器において上向きに移動するので、シリコンが壁上に蒸着するせいで、ガス中のシリコンの濃度は減少する。シリコンの高い中身を有するガスは、その重量のせいで、最も高い向心加速度を達成する。したがって、反応器壁に沿っての最も高いシリコン集中および中心に向かっての最も低いシリコン集中を有するガスの濃度勾配は、始まる。これにより、蒸着を生じるガスは、蒸着が発生する場所に常に最も近い。そしてそれは、単位時間当たりのより高い蒸着速度およびガスの改良された利用に至る。反応器の中心に向かって位置する残留ガスは、例えば上部プレートの中央におけるホールを通して反応器から逃げる。

40

【0024】

向心加速度は、小さいシリコンちり粒子（いわゆる微粉）にも影響を及ぼす。そしてそ

50

れは、CVD反応器において形をなしてよい。これらの粒子は、それらを囲んでいるガス分子と比較して重い。それゆえ、これらの粒子は反応器壁に向けて外方へ強制される。すると、それらは壁上の蒸着の一部をなして、再結晶してよい。既存のCVD反応器が微粉について抱えている深刻な課題は、したがって、高度に減少する。

【0025】

したがって、本発明の反応器は、加えて、他のタイプのシリコンCVD反応器の後処理システムとして用いることができる。反応器は、従来のCVD反応器（例えばジーマンス反応器）の出口に接続される。シリコン含有ガス、小さいシリコンちり粒子（微粉）、反応からの残留ガスおよび可能な混合ガスからなる出口ガスは、回転されて、分離される。使っていないシリコン含有ガスおよび微粉は、反応器壁に向けて外方へ強制される。そしてその上に新しい蒸着が発生する。軽いガスは、出口を通して排出される。したがって、反応器は、現在使用される高コストのクリーニングシステムと交換される、今日のCVD反応器の出口ガスの異なる成分を分離するクリーニングシステムになり、そして同時に、それはシリコンの生産に実質的に貢献する。したがって、本発明の反応器は、任意の反応器の「排気装置」または出口に、あるいは、本発明の反応器を直列に接続するものを含む任意の便利なソースに接続されることができる。

10

【0026】

シリコンは、冶金学的方法を用いて現在生産することができて、その結果として冶金学的品質のシリコンになる。これは、合理的な価格でシリコンの反応器壁または管を作ることが可能にする。それにより、きつい（tight）かまたは完全な反応器からのシリコンの重量の主要ボリュームまたは主要部は、冶金学のシリコンよりも高い純度である。高純度のシリコンの中身を有する反応器全体は、エレクトロニクス産業および/または高性能太陽電池における再結晶および使用のために溶解されることができて、平均純度は充分である。おそらく、冶金学のシリコンの外側部分は、非汚染方法（例えば、非常に最も高い純度だけが受け入れ可能である場合に、前記層の水切断、機械加工または溶解）で取り除かれることができる。選択的に、反応器は、それが生産されるのと同じ高純度のシリコンから作られる/できており、その品質はエレクトロニクス産業に適している。きついまたは完全な反応器の実質的に単純な操作によって、今日達成可能であるよりもシリコンの操作および汚染がより生じない。

20

【0027】

本発明による反応器を加熱するためのデバイスは、すべての周知の有効に適用できる加熱デバイスの中から選択することができる。しかしながら、それらは、任意の適切な波長および効果のコヒーレントのまたはノンコヒーレントの加熱光源（例えば、マイクロ波ソース、電波ソース、可視光ソース、赤外光ソースおよび/または紫外光ソース（好ましくは赤外光ソース））を都合よく備える。

30

【図面の簡単な説明】

【0028】

本発明のいくつかの実施形態は、図面において例示される。

【図1】図1は、円形のまたは実質的に円形の横断面を有する、本発明による垂直反応器を例示する。

40

【図2】図2は、外側上にヘリカル加熱デバイスを有する垂直反応器を例示する。

【図3】図3は、垂直反応器の底部における入口の実施を例示する。

【図4】図4は、本発明による特に有利な反応器を例示する。

【発明を実施するための形態】

【0029】

図1を参照すると、反応器は、壁1、上部プレート7および底部プレート4を有する閉じたまたは実質的に閉じた円筒形または多角形の容器であり、好ましくは冶金純度またはより高純度のシリコンから作られる/できており、あるいは、反応器は、他の可能な材料でできており、多角形の容器は、シンプルなプレートから組み立てられる。反応器は、反応器のまわりに一体物かまたは部分に分割されるかいずれかのスパイラルまたはヘリッ

50

クスとして形成される加熱エレメント3によって囲まれる。前記加熱エレメントは、結局はほぼスパイラルになるように傾斜した、短くてまっすぐなエレメントとして実施することもできる。底部プレート4を通して送り込まれる反応ガス6は、ほとんどの場合 H_2 ガスを混合されたシリコン含有ガス(好ましくは SiH_4 または $SiHCl_3$)である。図2および図3を参照すると、反応器の底部プレート4は、反応ガス6のためのノズルとして機能する1つ以上の貫通ホール5を備える。ホールは、壁が内部に成長するにつれて新たなノズルが使用されることができるといような方法で、シリンダの中心とシリンダ壁との間の線上に理想的に配置されることができる。おそらく、いくつかのノズルは、円周周りに配置されることができる。ガスの流れが垂直速度成分と同様に接線12を取得するといような方法で、ノズルホール5は設計される。図3に示すように、傾斜したホールが一側から見て底部プレートを通して延びるといような点で、これは達成される。ホールの角度は、加熱エレメントのねじれ角(傾き角)に等しいことが好ましい。これにより、ガスの流れは、それが上方へ垂直に移動するにつれて、反応器の中心線について回転14を得て、シリンダ壁2の内側を辿る。上部プレート7もまた、残留ガス9が逃げることができるホール8を備える。そのガスは、ほとんど理想のプロセスにおいて、主に H_2 から成る、反応ガス6の残留物である。上部プレート7のホール8は、シリコンプア残留ガス9が逃げることができるといような方法で中央に配置される。その一方で、残留する反応ガス6は、シリコンが可能な限り遊離されるまで反応器壁2に沿って回転することができる。ホール8が管状に形成されて、反応器の内部にいくらか下方へ延びることは、有利でもよい。これは、サイクロン効果を生じさせることがあり得る。そしてそれは、反応ガスの利用をさらに増加させることができる。

10

20

【0030】

反応ガス6をともなうガスの流れは、好ましくは平行な流線形を有して、すなわち、ヘリカルな流れが反応器の上部までずっと延びるといような方法で、理想速度で底部プレート4におけるホール5を通して送り込まれる。反応ガス6は、上向きに傾斜した角度で壁2の内側に対する接線方向に沿って反応器の底部に入る。したがって、ガスは、壁2を辿り、反応器の中心線について回転する。シリコンは、被加熱壁2上に蒸着する、そして、蒸着は、加熱エレメント3の位置および反応器壁の様々な加熱のせいで、反応器壁2の内側上にヘリックス10を形成する。残留ガス9は、上部プレート7におけるホール8を通して最終的に逃げる。

30

【0031】

底部プレート4は、付加的な反応ガス6の垂直注入を許容するために、同心のホール11を備えることができる。これは、特にヘリカルな流れの流速が垂直注入流れの流速よりかなり大きい場合、反応器の垂直方向におけるシリコンのさらにバランスのよい蒸着に寄与することができる。反応ガスの中心のガスビームは、回転反応ガス14によって捕えられて、反応器壁2の内側に向けて外向きに強制される。垂直の蒸着が中心ホール11の断面積によって、および中心ホール11を通して上昇するガスビームによって制御されることができる場合、それは有利である。

【0032】

多角形の容器において、底部プレートは、加えて、2つの側壁の間の移行部分の各角部に配置される垂直ホール15を備えることができる。反応器を始動するときに、しばらくの間ホール15を通して反応ガスをともなう垂直ガスの流れを供給することによって、シリコンは側壁間に急速に蒸着することができて、それゆえ、反応器を封止する。これにより、リークが継ぎ目を徐々に封止して、多角形の容器に回転にとって有利なより円形の内側断面を得させるにつれて、シリコン含有ガスのリークの非常に早期の限定は達成される。リークしたシリコン含有ガスは、しかしながら、反応器壁上に、特に熱光加熱反応器壁上に蒸着することができる。

40

【0033】

反応ガス6をともなうガスの流れは、被加熱反応器壁2にさらされる。そして、シリコンはCVDによって蒸着する。大部分のシリコンは、壁の最も高温の場所上に、すなわち

50

、加熱エレメントに最も近い領域において蒸着する。したがって、蒸着は、シリンダ壁の内側上に、ヘリカル加熱デバイスに等しいヘリックス10を形成する。このヘリックス10は、ガスの流れが反応器の内側で回転を維持するのを助ける。ヘリックス形状の蒸着が厚みを増すにつれて、シリコン壁2における温度差は均等になる。したがって、蒸着は、反応器の全ての壁1上により均一に発生する。管がきつくなって、反応器の中心までずっと純粋なシリコンで満たされたときに、またはプロセスを進めることが経済的に正当である限り、全部の反応器は取り外されて、新たなシリコン反応器と交換される。増加する壁の厚みはシリコン含有ガス6のためのボリュウムの残りをだんだん少なくしていく。そして、時間当たりの生産は時間とともに減少していき、管が詰まるときに完全に止まる。加熱エレメント3は、反応器の外側に配置されて、放射熱または接触熱によって熱を反応器の外側に伝達する熱光源であることが好ましい。熱光源は、前述のように、反応器の周りのスパイラルとして、あるいは、反応器の周りで一緒にスパイラルまたはヘリックスを形成する多くの傾斜した加熱エレメントとして、形づくられる。加えて、加熱デバイスは、反応器の高さにおいて個々に温度を制御することが可能であるために、互いの上部で複数の部分に分けられることができる。熱は、熱光源3からシリコン壁1を通して、反応器の内側で最も高温の表面（その表面上で蒸着が都合よく発生する）を構成する壁2の内側まで導かれる。

10

【0034】

図4を参照すると、反応器は、壁1、上部プレート7および底部プレート4を有する閉じたまたはほとんど閉じた円筒形または多角形（3つ以上の側壁）の容器である。多角形の容器は、平面プレートから組み立てられる。容器は、非汚染材料（好ましくは、実質上全部の反応器が生産においてさらに利用することができるように十分な純粋のシリコン）でできていることが好ましい。反応器は、したがって、バッチプロセスにおいて1度だけ用いられるはずである。反応器は、一体物かまたは部分に分けられるかいずれかの加熱デバイス3によって囲まれる。加熱エレメントは、おそらく静止したロッド形状のエレメントであり得る。底部プレート4を通して送り込まれる反応ガス6は、ほとんどの場合 H_2 ガスを混合されたシリコン含有ガス（好ましくは SiH_4 またはシリコン微粉を有するガス）である。反応器の底部プレート4は、反応ガス6のためのノズルとして機能する1つ以上のまっすぐな貫通ホール5を備える。ホール17は、望ましい流れパターンに応じて、無限の方法で配置されることができて、多くの異なる方法で形づくられることができる。シリンダの中心とシリンダ壁との間のホール17は賢明かもしれない。そうすると、壁が内向きに成長するにつれて新たなノズルは使用されることができ、上部プレート7もまた、残留ガス9を逃がすためのホール8を備える。その残留ガス9は、ほとんど理想のプロセスにおいて、反応ガス6からの残りであって、主に H_2 から成る。上部プレート7におけるホール8は、シリコンプア残留ガス9が逃げることができるというような方法で、中央に配置される。その一方で、残留する反応ガス6は、シリコンが可能な限り遊離されるまで反応器内にとどまることができ、ホール8が管状に形成されて、反応器の内部にいくらか下方へ延びる場合、それは有利かもしれない。これは、サイクロン効果を生じさせることがあり得る。そしてそれは、反応ガスの利用をさらに増加させることができる。

20

30

40

【0035】

反応ガス6をともなうガスの流れは、最適速度で底部プレート4におけるホール17を通して送り込まれる。そして、都合よく平行な流線形または流れパターンに結果としてなる。反応ガス6は、底部プレート4を通して入り、反応器を通して上方へ移動する。反応器全体を回転16させることによって、反応ガス6は、反応器の壁に向けてガス6を強制する向心加速度にさらされる。シリコン含有ガスは、残留ガス9よりも実質的に重くて、したがってより大きい力にさらされる。この結果、シリコン含有ガス6は、シリコンが蒸着する被加熱壁2の最も近くに移動され、その一方で残留ガス9は、反応器の中心に近づくように移動しなければならない。残留ガス9は、上部プレート7におけるホール8を通して最終的に逃げる。反応器は、おそらく垂直であり、傾斜していて、または上部に入口

50

および底部に出口を有していることができる。

【0036】

反応ガス6は、反応器の全体または部分が十分な回転速度で回転16しているという点で、向心力にさらされる。モータ(図示されない)が反応器を回転16させるという点で、これは達成されることができる。通常は、反応器壁1を回転させることが必要なだけである。しかしながら、最高の可能な流れパターンを達成するために底部プレート4および上部プレート7もまた回転16させる場合、それは有利である。構造上の考慮のせいで、反応器を囲んでいる発熱エレメント3、測定デバイス(図示されない)、絶縁(図示されない)および他のエレメントを反応器とともに回転させることがより好都合である場合、これは可能である。中に入るガス6および外へ出るガス9は、回転を許容する特別な継手18(例えばスイベル軸継手)を通して進むことが必要である。大部分のエレクトロニクスおよび測定デバイス(図示されない)は、都合よく無線であり得る。

10

【0037】

反応ガス6は、反応器と同じ回転に達すると、したがって、反応器壁2に沿った上方への小さい速度成分のみであり、反応器壁2に対して接線速度成分を有しなくなる。これは、反応ガス6とそれが蒸着しなければならない壁2との間の小さい相対速度に結果としてなる。そしてそれは、粒子または微粉の形成を回避するために有利である。回転16のせいで生じている向心力は、反応ガス6を反応器壁1に向けて外方へ強制する。ガスは、最も重い分子が最大の力にさらされるという点で分離されて、したがって、それらは壁の最も近くに配置される。軽い分子はより重いものに降伏しなければならない、したがって、回転軸のより近くに配置される。この特定の場合において、シリコン含有反応ガス6が、大部分のシリコンが遊離された残留ガス9よりも実質的に重いという点で、これは特に有利である。したがって、重い反応ガス6は壁に最も近くて、軽い残留ガス9は反応器の中心に向かって内方へ、という勾配が形成される。これは、反応表面2が急速に新たな反応ガスを供給されるという事実のせいで、より高い蒸着速度に結果としてなる。これはまた、排ガスにおけるシリコン濃度を減少させて、ガス利用をたぶん増加させる。

20

【0038】

多角形の容器において、底部プレートは、加えて、2つの側壁の間の移行部分の各角部に配置される垂直ホール15を備えることができる。反応器を始動するとき、しばらくの間ホール15を通して反応ガスをともなう垂直ガスの流れを供給することによって、シリコンは側壁間に急速に蒸着することができて、したがって、反応器をほとんど封止する。これは、反応器が回転し始める前になされることができる。これにより、リークが継ぎ目を徐々に封止して、多角形の容器により円形の内側断面を得させるにつれて、シリコン含有ガスのリークの早期の限定は達成される。

30

【0039】

反応ガス6をともなうガスの流れは、熱い反応器壁2にさらされる。そして、シリコンは化学蒸着(CVD)によって蒸着する。より多くのシリコンは壁の最も熱い場所で蒸着する。したがって、蒸着は、蒸着が反応器全体にわたって均一に分布されるというような方法で、制御されることができる。管がきつくなって、反応器の中心までずっと純粋なシリコンで満たされたときに、またはプロセスを進めることが経済的に正当である限り、全部の反応器は取り外されて、新たなシリコン反応器と交換される。増加する壁の厚みはシリコン含有ガス6のためのボリュームをだんだん少なくしていく。そして、時間当たりの生産は時間とともに減少していき、管が詰まるときに完全に止まる。

40

【0040】

反応器がプロセスを進め続けることがもはや好都合でないように十分であるとき、ガスの注入、回転および熱供給は止められる。反応器は、加熱エレメント3を有する容器から取り出される。そして、CVDプロセスが新たに開始できるというような方法で、新たな空の反応器が挿入される。それゆえ、それは連続プロセスではなくバッチプロセスである。しかしながら、その変更は、最高のありうる生産が達成されるほど急速に生じることができる。シリコンで満たされた反応器は、さらなる処理に(例えば溶解炉内に)直接もた

50

らすことができる。反応器壁 1、底部プレート 4 および / または上部プレート 7 においてシリコンよりも他の材料を使用するとき、この材料は、反応器がさらなる処理において用いられることができる前に、例えば機械加工によって取り除かれることが必要である。反応器の外のり寸法は、さらなる処理に適していることができる。

【 0 0 4 1 】

加熱エレメント 3 は、反応器の外側に配置されて、放射熱または接触熱によって熱を反応器の外側に伝達する熱光源であることが好ましい。加熱デバイスは、反応器の高さにおいて個々に温度を制御することが可能であるために、互いの上部で複数の部分に分けられてよい。熱は、熱光源 3 からシリコン壁 1 を通って、反応器の内側で最も高温の表面（その表面上で蒸着が都合よく発生する）を構成する壁 2 の内側まで伝導される。熱光源は、熱光源が不活性ガス / 冷却ガス入口において同軸に配置されるという点で保護される、底部または上部プレート上に配置されることもできる。そしてそれは、シリコンの蒸着が起こる表面上に熱が直接生じるという点で特に有利であり、効果的なエネルギーである。

10

【 0 0 4 2 】

この文書に記載した、言及したまたは例示したような特徴および / またはステップを含む本発明の反応器および方法は、いかなる作動的組み合わせにおいても、その組み合わせはそれぞれ本発明の反応器および方法の実施形態である。

【 図 1 】

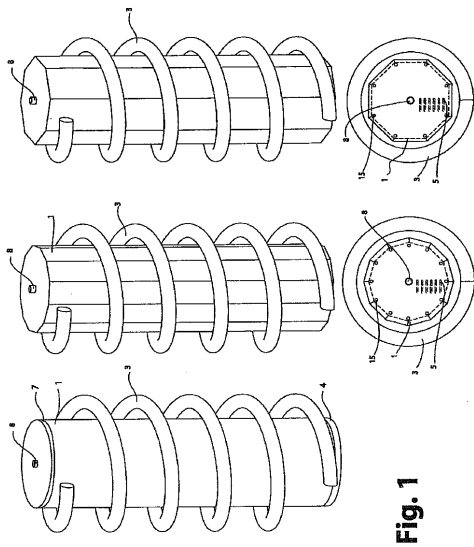


Fig. 1

【 図 2 】

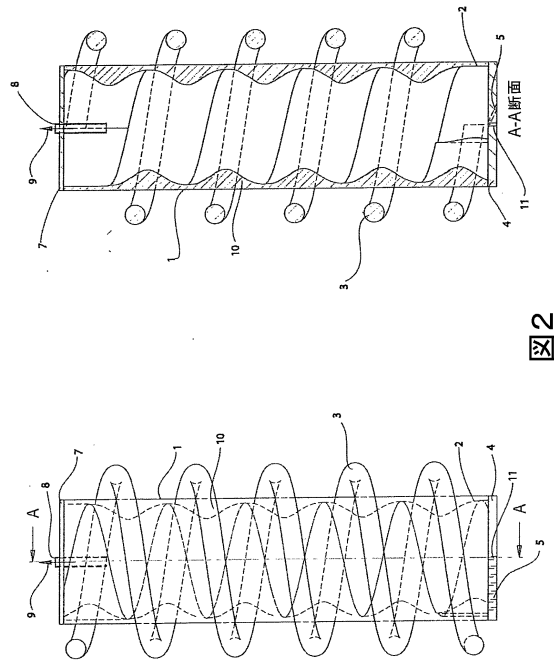


図 2

【 図 3 】

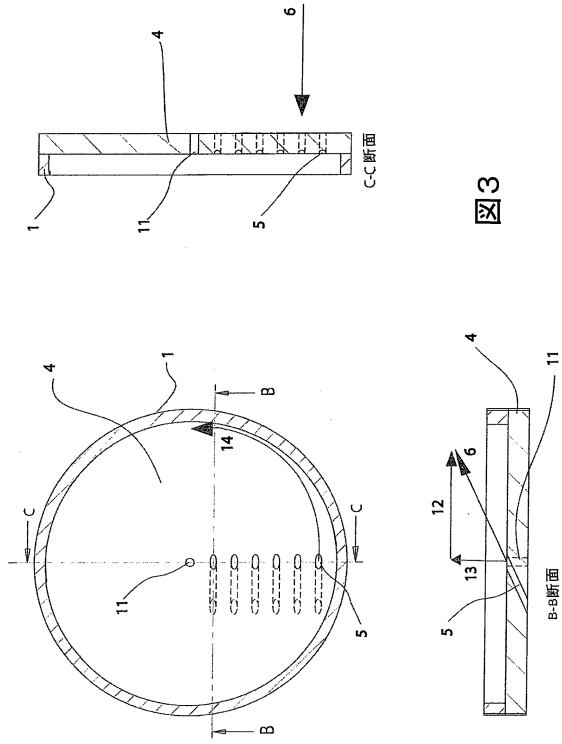


図 3

【 図 4 】

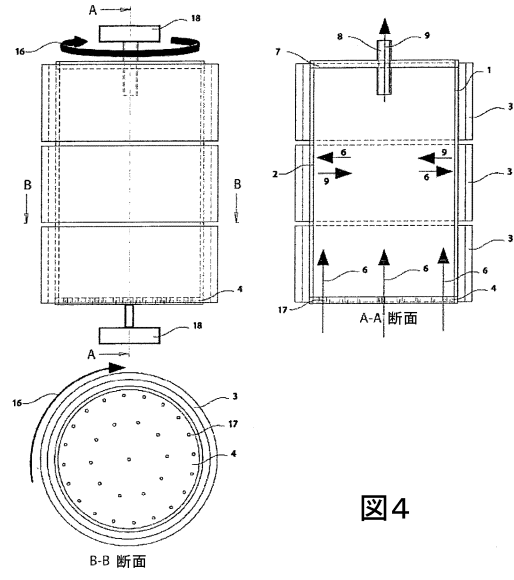


図 4

フロントページの続き

(72)発明者 ホルト アルヴェ

ノルウェー国 エヌ - 2015 レアースンド フェスレフェレット 33

審査官 廣野 知子

(56)参考文献 国際公開第2005/016820(WO, A1)

米国特許第04343772(US, A)

特開平09-199435(JP, A)

特開平05-139891(JP, A)

特開昭61-236608(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01B 33/00 - 33/193

JSTPlus(JDreamIII)