



Patent. dodatkowy
do patentu nr 93 312

Zgłoszono: 12.12.74 (P. 176404)

Pierwszeństwo: 19.12.73 Republika Federalna
Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1979

Int. Cl.²
C01B 33/02
B01J 17/28

Twórca wynalazku _____

Uprawniony z patentu: Siemens Aktiengesellschaft, Monachium (Republika Federalna Niemiec)

Urządzenie do wytwarzania elementarnego krzemu

1 Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do wytwarzania elementarnego krzemu z fazy gazowej.

Znane z patentu głównego nr 93312 urządzenie składa się z płyt lub podstawy talerzowej oraz klosza kwarcowego lub szkła nałożonego szczelnie na podstawę, w którym srebrne płyty lub srebrna talerzowa podstawa oraz klosz z kwarcu lub ze szkła, umieszczone są wewnątrz zbiornika ciśnieniowego, przy czym podczas procesu wydzielania się krzemu, zbiornik ciśnieniowy jest zamknięty i napełniony gazem obojętnym, zwłaszcza azotem pod takim ciśnieniem, że mimo obecności gazu reakcyjnego we wnętrzu jego występuje gazoszczelne zamknięcie między podstawą i krawędzią klosza z kwarcu lub ze szkła.

Według wynalazku zbiornik ciśnieniowy zaopatrzone jest w elementy służące do wstępnego nagrzewania podłoża i/lub chłodzenia klosza oraz ewentualnie w elementy do chłodzenia sprężonego gazu doprowadzanego do zbiornika ciśnieniowego.

Zbiornik ciśnieniowy otaczający współśrodkowo w niewielkiej odległości klosz korzystnie jest zaopatrzone w przylegający z zewnątrz układ rur chłodzących.

Układ rur chłodzących umieszczony jest wewnątrz naczynia ciśnieniowego i jest współśrodkowy z chłodzonym kloszem oraz zbudowany jest z prętów chłodzących, na przykład w kształcie U, zamocowanych i przeprowadzonych gazoszczelnie przez dno i/lub pokrywę zbiornika ciśnieniowego.

2 Układ rur chłodzących wewnątrz zbiornika ciśnieniowego jest w postaci zwojów chłodzących otaczających współśrodkowo klosz i połączony jest z chłodziarką.

5 Elementy służące do wstępnego nagrzewania są umieszczone ewentualnie wewnątrz zbiornika ciśnieniowego i na zewnątrz klosza w odległości od klosza nie większej niż odległość układu rur chłodzących od zbiornika ciśnieniowego.

10 Elementy do wstępnego nagrzewania podłoża w postaci prętów stanowią ogrzewane elektrycznie elementy w postaci prętów usytuowanych w zbiorniku ciśnieniowym na zewnątrz klosza równoległe do pionowo zorientowanych podłoża. Pręty grzejne służące do wstępnego nagrzewania ustawione są promieniowo do przyporządkowanych im podłoża w postaci prętów i symetrycznie względem osi zbiornika reakcyjnego.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania na rysunku fig. 1 i 2.

20 Podstawa 1 w postaci płyty ze srebra posiada pewną ilość obwodów, w których są gazoszczelnie umieszczone dysze doprowadzające 2 dla świeżego gazu reakcyjnego i dysze odprowadzające 3 dla zużycia gazu reakcyjnego, jak również wykonane jako elektrody doprowadzające prąd uchwyty 4 dla podłoża 5 w postaci prętów krzemowych. W przypadku, gdy uchwyty 4 wykonane są w postaci elektrod doprowadzających, pobierany ze źródła prądu 6, prąd do podłoża 5, służący do na-

grzewania tych prętów, między elektrodą i podstawą 1 musi być stworzona odpowiednia izolacja elektryczna, przez zastosowanie izolującego elektrycznie materiału uszczelniającego.

Z drugiej strony, obydwa podłoża są po stronie niezamocowanej w uchwytach 4, uzupełnione mostkiem 7 z żaroodpornego materiału przewodzącego, zwłaszcza z grafitu pokrytego krzemem o wysokiej czystości w celu zamknięcia obwodu prądu. Przestrzeń reakcyjna z podłożami 5 jest od dołu ograniczona podstawą 1 i od góry kloszem 8 nasadzonym na podstawę 1. W celu uzyskania gazoszczelnego połączenia między podstawą 1 i kloszem 8, całość znajduje się w autoklawie 9 ze zdejmowaną pokrywą 10 i odpornym na ciśnienie oknem grawitacyjnym 11. Doprowadzenie do autoklawu 9 sprężonego gazu powodującego gazoszczelne połączenie klosza 8 i podstawy 1, w szczególności azotu, odbywa się przez zawór 12.

Korzystne jest, gdy urządzenie sprężone jest z urządzeniem chłodzącym, które utrzymuje sprężony gaz znajdujący się w zbiorniku w tak niskiej temperaturze, że wprowadzany do autoklawu 9, powoduje on znaczne chłodzenie klosza 8. Klosz 8 z reguły wymaga chłodzenia podczas pracy, gdy jego temperatura nie powinna być wyższa niż od 600°C (przy zastosowaniu w charakterze gazu reakcyjnego SiH) i do 900°C (przy zastosowaniu w charakterze gazu reakcyjnego SiCl₄ lub SiHCl₃). Ponieważ ze względu na oszczędność i lepsze wykorzystanie gazu reakcyjnego, jak również wobec wysokiego kosztu wytwarzania klosza służącego do osadzania materiału półprzewodnikowego z fazy gazowej, podłoża znajdują się w pobliżu ścianek klosza, zawsze ma miejsce nagrzewanie się klosza.

Zastosowanie chłodzonego gazu sprężonego może oczywiście przeciwdziałać nagrzewaniu się klosza.

Jeśli proces osadzania trwa dłuższy czas, wykonywany jest przepływający przez autoklaw 9 ochłodzony gaz sprężony, który przy wychodzeniu z autoklawu przepuszczany jest przez układ rozprężony, w ten sposób, że sprężony gaz gromadzi się dla osiągnięcia wymaganego docisku klosza 8 do podstawy 1. Sprężony gaz może być, na przykład doprowadzany do autoklawu 9 chłodzonym przewodem. Korzystne jest zwłaszcza, gdy autoklaw jest bezpośrednio sprężony z układem chłodzącym.

Taki zestaw przedstawiony jest na fig. 1. Na zewnętrznej ścianie autoklawu 9 otaczającego współśrodkowo, przy zachowaniu niewielkiego odstępu klosz 8, umieszczone są na różnych wysokościach klosza 8 współśrodkowo z nim pierścienie chłodzące lub krótkie zwoje chłodzące 13, 14 i 15, przez które podczas pracy zestawu przepływa odpowiedni czynnik chłodzący o niskiej temperaturze.

Przy ustawieniu podłoży jak pokazano na figurach, najbardziej gorąca będzie, zgodnie z wynalazkiem, część ścianki klosza leżąca bezpośrednio poniżej mostków chłodzących i dlatego tam zalecane jest szczególnie intensywne chłodzenie.

Zwoje chłodzące 13, 14 i 15 mogą być również umieszczone wewnątrz autoklawu 9. Jest to rów-

noznaczne z odpowiednim wzrostem intensywności chłodzenia, ale jednocześnie oznacza wzrost zużycia materiału uszczelniającego.

Oprócz chłodzenia klosza 9 podczas pracy, w początkowej fazie nagrzewania prądem istotną rolę odgrywa wstępne podgrzewanie podłoży 5, gdy podłoża wykonane są z materiału półprzewodnikowego o wysokiej czystości, zwłaszcza z krzemu. W takim wypadku na podłoża 5 jest początkowo podawane wyższe napięcie grzejne, niż to które jest stosowane podczas właściwego osadzania. Jednakże jednocześnie podłoża są sprzęgane ze źródłem promieniowania cieplnego, które podczas właściwego osadzania nie jest już potrzebne.

Urządzenie według wynalazku wyposaża się również w elementy do wstępnego podgrzewania podłoży w postaci prętów, przy czym zaleca się, aby były one umieszczone wewnątrz przestrzeni autoklawu 9, do której wprowadzany jest gaz sprężony. Przy tym dąży się do możliwie niewielkiego oddalenia między podłożem 5 i urządzeniem do ogrzewania go, na przykład prętem grzejmym dla każdego podłoża 5, co jednak napotyka istotne ograniczenie, jako że w celu utrzymania czystości osadzanego materiału półprzewodnikowego odległość wewnętrznej ścianki klosza 8 i podłoży 5 nie może być mniejsza niż 5 cm. Celowe jest również, gdy ilość prętów grzejnych jest równa ilości prętów — podłoży 5, z ustawieniem prętów grzejnych 16 widzianych od strony osi głównej, bezpośrednio za podłożami 5. Odpowiedni układ pokazany jest na fig. 2. Pręty grzejne oznaczono numerem 16. Ich górne końce są zamocowane w płaszczu autoklawu 9, a one same są ustawione współosiowo z kloszem 8. Niezbędny pręt grzejny, wyłączony podczas właściwego procesu osadzania, jest do nich doprowadzany izolowanymi przewodami elektrycznymi poprowadzonymi przez płaszcz autoklawu 9. Działanie prętów grzejnych 16 ma miejsce podczas obecności w autoklawie 9 sprężonego gazu.

Ponadto w zestawie według wynalazku pokazanym na fig. 2 przewidziane są pręty chłodzące 17 w kształcie U, przez które przepływa czynnik chłodzący, poprowadzone przez pokrywą 10 autoklawu od góry w okolicę chłodzonego klosza. Również i tutaj pożądanym jest układ współśrodkowy. Pręty chłodzące 17 są celowo umieszczone między prętami grzejmymi 16 i znajdują się w bezpośrednim sąsiedztwie ścianki klosza 8.

Inne rozwiązanie elementów chłodzących stanowi nawinięta współśrodkowo na klosz 8 rura chłodząca, która zamocowana jest na pokrywie lub na dnie autoklawu 9. Elementy służące do wstępnego nagrzewania, na przykład pręty grzejne, są wówczas umieszczone wewnątrz skrętki chłodzącej i na zewnątrz klosza 8. Na rysunku zostało ono pominięte.

Zasilanie rury chłodzącej 17 względnie wspomnianej skrętki chłodzącej przepływającym czynnikiem chłodzącym możliwe jest różnymi sposobami. Często wystarcza podłączenie do wodociągu. Szczególnie intensywne chłodzenie osiąga się przy zastosowaniu zamkniętego obiegu chłodzenia przez sprężanie i adiabatyczne rozprężanie doprowadzonego do niskiej temperatury łatwo parującego

5

czynnika chłodzącego jak NH_3 , CCl_2F_2 i innych substancji stosowanych w chłodnictwie. Tutaj również można uzyskać łatwą regulację, jeśli w najbardziej gorącym miejscu zewnętrznej ścianki klosza umieści się czujnik regulacyjny, na przykład termoelement lub bolometr i przy jego pomocy reguluje się chłodziarkę, z którą połączony jest umieszczony wewnątrz autoklawu 9 układ chłodzący, wykonany w szczególności z rury miedzianej lub srebrnej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do wytwarzania elementarnego krzemu wydzielanego z fazy gazowej, składające się z płyt lub podstawy talerzowej oraz klosza kwarcowego lub ze szkła nałożonego szczelnie na podstawę, w którym srebrne płyty lub srebrna talerzowa podstawa oraz klosz z kwarcu lub ze szkła umieszczone są wewnątrz zbiornika ciśnieniowego, przy czym podczas procesu wydzielania się krzemu, zbiornik ciśnieniowy jest zamknięty i napełniony gazem obojętnym zwłaszcza azotem pod takim ciśnieniem, że mimo obecności gazu reakcyjnego, we wnętrzu jego następuje gazoszczelne zamknięcie między podstawą i krawędzią klosza z kwarcu lub ze szkła według patentu nr 93312, **znamiennie tym**, że zbiornik ciśnieniowy wyposażony jest w elementy służące do wstępnego nagrzewania podłoża (5) i/lub chłodzenia klosza (8).

2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że ma elementy do chłodzenia sprężonego gazu doprowadzanego do zbiornika ciśnieniowego.

3. Urządzenie według zastrz. 1 albo 2, **znamiennie tym**, że zbiornik ciśnieniowy otaczający współ-

6

środkowo w niewielkiej odległości naczynie reakcyjne jest wyposażony w przylegający z zewnątrz układ rur chłodzących.

4. Urządzenie według zastrz. 3, **znamiennie tym**, że układ rur chłodzących usytuowany jest wewnątrz zbiornika ciśnieniowego, współśrodkowy z chłodzonym kloszem (8).

5. Urządzenie według zastrz. 4, **znamiennie tym**, że układ rur chłodzących wewnątrz naczynia ciśnieniowego stanowią pręty chłodzące (17), w kształcie U, zamocowane gazoszczelnie w dnie i/lub pokrywie (10) zbiornika ciśnieniowego.

6. Urządzenie według zastrz. 4, **znamiennie tym**, że układ rur chłodzących wewnątrz zbiornika ciśnieniowego ma postać zwojów chłodzących, otaczających współśrodkowo klosz (8).

7. Urządzenie według zastrz. 5 albo 6, **znamiennie tym**, że układ rur chłodzących jest połączony z chłodziarką.

8. Urządzenie według zastrz. 3, **znamiennie tym**, że elementy służące do wstępnego nagrzewania są umieszczone wewnątrz zbiornika ciśnieniowego i na zewnątrz klosza (8) w odległości od klosza (8) nie większej niż odległość układu rur chłodzących od zbiornika ciśnieniowego.

9. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że elementy do wstępnego nagrzewania podłoża (5) stanowią ogrzewane elektrycznie elementy w postaci prętów grzejnych (16) usytuowane w zbiorniku ciśnieniowym na zewnątrz klosza (8) równoległe do pionowo umieszczonych podłoża (5).

10. Urządzenie według zastrz. 9, **znamiennie tym**, że pręty grzejne (16) służące do wstępnego nagrzewania, ustawione są promieniowo do przyporzadkowanych im podłoża (5) w postaci prętów i symetrycznie względem osi klosza.

