



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 20 939 T2** 2008.01.03

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 446 517 B1**

(51) Int Cl.⁸: **C30B 15/02** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 20 939.0**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US02/36169**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 789 582.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/044249**

(86) PCT-Anmeldetag: **12.11.2002**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **30.05.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **18.08.2004**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **27.06.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.01.2008**

(30) Unionspriorität:
2862 15.11.2001 US

(74) Vertreter:
**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European
Patent Attorneys, 81671 München**

(73) Patentinhaber:
**Memc Electronic Materials, Inc., St. Peters, Mo.,
US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, IT

(72) Erfinder:
HOLDER, John D., Lake St. Louis, MO 63367, US

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR SCHRITTWEISEN ZUFÜHRUNG VON SILIZIUM UM DIE ABSCHMELZRATE
VON POLYKRISTALLINEM SILIZIUM ZU ERHÖHEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung**HINTERGRUND**

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich im allgemeinen auf die Herstellung von Silizium-Einkristall und speziell auf ein Verfahren zum Beschicken von granulärem polykristallinem Silizium während des Herstellens einer Siliziumschmelze.

[0002] Der größte Teil an Silizium-Einkristallen, die für die Herstellung mikroelektronischer Schaltungen verwendet werden, wird durch das Czochralski-Verfahren (CZ-Verfahren) hergestellt. Bei diesem Verfahren wird ein Einkristall-Siliziumblock durch Schmelzen von polykristallinem Silizium in einem Tiegel, Eintauchen eines Keimkristalls in die Siliziumschmelze, Herausziehen des Keimkristalls in einer Weise, die ausreichend ist, um den Durchmesser zu erreichen, der für den Block gewünscht ist, und Ziehen des Einkristalls bei diesem Durchmesser hergestellt. Das polykristalline Silizium, das zur Bildung der Siliziumschmelze geschmolzen wurde, ist typischerweise ein unregelmäßig geformter polykristalliner Siliziumbrocken, hergestellt durch das Siemens-Verfahren, oder alternativ fließfähiges im allgemeinen kugelförmiges granuläres polykristallines Silizium, typischerweise hergestellt durch ein Fließbettreaktionsverfahren. Die Herstellung und Merkmale von stückförmigem und granulärem polykristallinem Silizium werden in F. Shimura, Semiconductor Silicon Crystal Technology, Seiten 116-121, Academic Press (San Diego CA, 1989) und den darin zitierten Dokumenten ausführlich angegeben.

[0003] Das anfängliche Beschicken von stückförmigem polykristallinem Silizium in den Tiegel und dessen Schmelzen können unerwünschte Verunreinigungen und Fehler in den Einkristall-Siliziumblock einführen. Beispielsweise können, wenn ein Tiegel anfangs ausschließlich mit dem polykristallinen Siliziumbrocken beschickt wird, die Kanten der Brocken unter der Last einer kompletten Beschickung zerkratzen und die Tiegelfwand ausmeißeln, was zu einem beschädigten Tiegel und dazu führt, daß Teilchen vom Tiegel in der Siliziumschmelze schweben oder darin suspendiert werden. Diese Verunreinigungen erhöhen signifikant die Wahrscheinlichkeit von Versetzungen, die sich innerhalb des Einkristalls bilden, und verringern die Produktionsausbeuten des versetzungsfreien Einkristalls und den -durchsatz. Die vorsichtige Anordnung des polykristallinen Siliziumbrockens während der anfänglichen Beladung kann die Wärmespannungen verringern. Im Verlaufe des Schmelzens kann sich die Beschickung jedoch verschieben oder der untere Teil des polykristallinen Siliziumbrockens kann wegschmelzen und entweder einen „Hänger“ von nichtgeschmolzenem Material, das an der Tiegelfwand über der Schmelze klebt, oder eine „Brücke“ von nicht-geschmolzenem Material, das zwischen den gegenüberliegenden Seiten der Tiegelfwand über der Schmelze eine Brücke bildet, hinterläßt. Wenn sich die Beschickung verschiebt oder ein Hänger oder eine Brücke zusammenbricht, kann es geschmolzenes Silizium verspritzen und/oder mechanische Spannung hervorrufen, die den Tiegel beschädigt. Außerdem schränken die anfänglichen Ladungen von 100 % polykristallinem Siliziumbrocken das Volumen an Material ein, das aufgrund der schlechten Packungsdichten solcher Materialbrocken beschickt werden kann. Die Volumeneinschränkungen wirken sich direkt auf den Einkristalldurchsatz aus.

[0004] Es bestehen ebenso Probleme, wenn ein CZ-Tiegel anfangs ausschließlich mit granulärem polykristallinem Silizium beschickt wird. Große Energiemengen sind erforderlich, um das granuläre polykristalline Silizium aufgrund seiner geringen Wärmeleitfähigkeit zu schmelzen. Die thermische Spannung, die in dem Tiegel durch das Aussetzen dieser hohen Schmelzkraft induziert wird, kann Verziehung des Tiegels hervorrufen, und dafür sorgen, daß Teilchen des Tiegels gelöst und in der Schmelze suspendiert werden. Wie die mechanischen Spannungen führen diese thermischen Spannungen zu verringerten fehlerfreien Kristallproduktionsausbeuten und Durchsatz. Um die thermischen Spannungen zu vermeiden, werden daher Ladungen von 100 % granulärem polykristallinem Silizium typischerweise mit einer kleineren Größe eingesetzt, was den Gesamtdurchsatz verringert.

[0005] Egal ob der Tiegel anfänglich mit stückförmigem oder granulärem polykristallinem Silizium beladen wird, ist es in vielen Verfahren gewünscht, polykristallines Silizium zu der Schmelze mit einem Beschickungs-/Dosier-System hinzuzufügen, um die Menge an geschmolzenem Silizium zu erhöhen. Die Verwendung von solchen zusätzlichen Ladungen von polykristallinem Silizium ist für diskontinuierliche, halbkontinuierliche oder kontinuierliche Verfahrenssysteme bekannt. Bei dem diskontinuierlichen System kann beispielsweise zusätzliches Silizium in die bestehende Schmelze geladen werden, um die vollständige Tiegelkapazität im Lichte der Verringerung des Volumens zu erreichen, nachdem die anfängliche Beschickung von polykristallinem Silizium geschmolzen ist. Das japanische Gebrauchsmuster Anmeldungs-Nr. 50-11788 (1975) ist ein Beispiel. Bei halbkontinuierlichen und kontinuierlichen CZ-Systemen wird zusätzliches polykristallines Silizium in die Siliziumschmelze beschickt, um das Silizium aufzufüllen, das als Einkristall gezogen wird. F. Shimura,

Semiconductor Silicon Crystal Technology, S. 175-83, Academic Press (San Diego CA, 1989).

[0006] Obwohl granuläres polykristallines Silizium im allgemeinen das Material der Wahl ist, um diskontinuierliche, halbkontinuierliche und kontinuierliche CZ-Systeme aufgrund seiner fließfähigen Form aufzufüllen, ist es nicht ohne Nachteile. Wie durch Kajimoto et al. in US-Patent Nr. 5,037,503 offenbart, enthält granuläres polykristallines Silizium, das durch das Silanverfahren hergestellt wird, Wasserstoff in einer Menge, die ausreichend ist, damit die Siliziumkörnchen zerplatzen oder explodieren, wenn sie in geschmolzenes Silizium eingetaucht werden. Die Explosion oder das Zerplatzen der polykristallinen Siliziumkörnchen verursacht, daß sich zerstreute Siliziumtröpfchen auf der Oberfläche des Tiegels und andere Komponenten in der Kristallziehyanlage ansammeln, die in das geschmolzene Silizium fallen und das Kristallwachstum unterbrechen können. Als eine Lösung für dieses Problem schlagen Kajimoto et al. das Verringern des Wasserstoffgehalts des granulären polykristallinen Siliziums durch Vorerwärmung des granulären polykristallinen Siliziums in einer inerten Gasatmosphäre in einer separaten Heizvorrichtung vor, bis die Konzentration von H_2 7,5 ppm, bezogen auf das Gewicht, (210 ppma) oder weniger beträgt. Während dieser Ansatz gewöhnlich die Kraft verringert, mit der die Körnchen explodieren, beseitigt es nicht das Phänomen. Genauer gesagt kann das Phänomen des Zerplatzens mit granulärem polykristallinem Silizium noch mit einer Wasserstoffkonzentration von weniger als 1 ppm, bezogen auf das Gewicht, (28 ppma) erfahren werden. Bisher ist granuläres polykristallines Silizium in herkömmlichen Mengen mit einer Wasserstoffkonzentration in dem Bereich von etwa 0,4 bis etwa 0,7 ppm, bezogen auf das Gewicht (11-20 ppma), erhältlich.

[0007] Eine alternative Lösung für dieses Problem wird von Holder in US-Patent Nr. 5,588,993 offenbart, worin ein polykristalliner Siliziumbrocken teilweise geschmolzen wird und dann granuläres polykristallines Silizium kontinuierlich auf den exponierten nicht-geschmolzenen Teil des polykristallinen Siliziumbrockens beschickt wird (Spalte 4, Zeile 66 bis Spalte 5, Zeile 4). Das granuläre polykristalline Silizium wird bei einer Rate beschickt, die das Erreichen einer Temperatur von größer als etwa 1200 °C erlaubt und bei dieser Temperatur für etwa 30 Sekunden vor dem Schmelzen bleibt. Das Erhitzen des granulären polykristallinen Siliziums erlaubt in dieser Weise dessen Dehydrierung, bevor es in die Siliziumschmelze eingetaucht wird. Eine alles andere als wünschenswerte Eigenschaft bei einem solchen Ansatz ist, daß das kontinuierliche Beschicken von granulärem polykristallinem Silizium auf eine relativ langsame Rate (z. B. etwa 8 bis 12 kg/h) beschränkt ist, was die Beschickungszeit verlängert und dadurch die Zeit erhöht, die zur Herstellung der Siliziumschmelze erforderlich ist. Beispielsweise beträgt die Zeit, die typischerweise zum Herstellen einer 80-kg-Siliziumschmelze erforderlich ist, etwa 7 bis 8 Stunden, wodurch der Kristallziehyanlagendurchsatz verringert wird, speziell wenn der durchschnittliche Wasserstoffgehalt der Beschickung an granulärem polykristallinem Silizium etwa 10 ppma überschreitet. Für eine 100- und eine 120-kg-Siliziumschmelze beträgt die typische Einschmelzzeit etwa 10 beziehungsweise 12 Stunden. Diese relativ langsame Beschickungsrate ist größtenteils den oben erläuterten Tiegeleinschränkungen zuzuschreiben. Speziell wird die Energie, die notwendig ist, um die Einschmelzrate des granulären polykristallinen Siliziums zu erhöhen, den Tiegel verziehen und zu Tiegelteilchen führen, die in der Schmelze suspendiert werden.

[0008] Infolgedessen besteht der Bedarf an einem Verfahren fort, wodurch polykristallines Silizium unter Bildung von Siliziumschmelzen schneller geschmolzen werden kann, während die Ausbeute von versetzungsfreien Einkristall-Siliziumblöcken, die aus diesen Schmelzen hergestellt werden, aufrechterhalten wird.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0009] Unter den Gegenständen der vorliegenden Erfindung ist daher die Bereitstellung eines Verfahrens, wodurch polykristallines Silizium unter Bildung von Siliziumschmelzen schneller geschmolzen werden kann; die Bereitstellung eines Beschickungs- und Schmelzverfahrens für polykristallines Silizium, das die Ausbeute von versetzungsfreien Einkristall-Siliziumblöcken, die aus diesen Schmelzen hergestellt werden, aufrechterhält; die Bereitstellung eines Beschickungsverfahrens, das die Dehydrierung von beschicktem granulärem polykristallinem Silizium erlaubt, bevor es in die Siliziumschmelze eingetaucht wird; und die Bereitstellung eines Verfahrens, wodurch die Stelle, auf die polykristallines Silizium beschickt wird, kontrolliert wird.

[0010] Kurz gesagt ist die vorliegende Erfindung daher auf ein Verfahren zur Herstellung einer Siliziumschmelze in einem Tiegel zur Verwendung für das Ziehen eines Einkristall-Siliziumblocks durch das Czochralski-Verfahren gerichtet. Das Verfahren umfaßt das Bilden einer teilweise geschmolzenen Beschickung in dem Tiegel, wobei die teilweise geschmolzene Beschickung geschmolzenes Silizium und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium umfaßt, wobei das geschmolzene Silizium eine obere Oberfläche aufweist, wobei das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium einen ausgesetzten Anteil umfaßt, der oberhalb der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums liegt. Das Verfahren umfaßt ferner das Rotieren des Tie-

gels und Beschicken von polykristallinem Silizium in den rotierenden Tiegel durch periodisches Beschicken des beschickten polykristallinen Siliziums auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium. Das periodische Beschicken umfaßt eine Vielzahl von alternierenden Ein-Perioden und Aus-Perioden, wobei jede Ein-Periode das Strömen des beschickten polykristallinen Siliziums durch eine Beschickungsvorrichtung, welche den Strom des beschickten polykristallinen Siliziums auf das nichtgeschmolzene polykristalline Silizium für eine Ein-Zeitdauer richtet, umfaßt, und jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stroms des beschickten polykristallinen Siliziums für eine Aus-Zeitdauer umfaßt. Das Verfahren umfaßt ferner das Schmelzen des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums und des beschickten polykristallinen Siliziums unter Bildung der Siliziumschmelze.

[0011] Bevorzugt umfaßt das Verfahren zur Herstellung einer Siliziumschmelze in einem Tiegel ferner das Bilden der teilweise geschmolzenen Beschickung durch Beladen des Tiegel mit polykristallinem Silizium und Erhitzen des beladenen polykristallinen Siliziums unter Bildung des geschmolzenen Siliziums und nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums.

[0012] Bevorzugt umfaßt der Tiegel eine innere Wand und weist einen inneren Durchmesser (D) auf, und der beladene Tiegel wird bei einer Geschwindigkeit (r) rotiert. Das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium weist ein Zentrum und eine Breite (d) auf, die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht. Das zusätzliche polykristalline Silizium wird in den rotierenden Tiegel mit einer Beschickungsrate (F) auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt, wobei die Breite (d) des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums beibehalten wird. Jede Ein-Periode umfaßt das Strömen des polykristallinen Siliziums mit einer Fließgeschwindigkeit (f) für eine Zeitdauer (t_{on}) durch eine Beschickungsvorrichtung, welche das polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium richtet, und wobei jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stroms des polykristallinen Siliziums durch die Beschickungsvorrichtung für eine Zeitdauer (t_{off}) umfaßt.

[0013] Bevorzugt umfaßt das Verfahren das Rotieren des Tiegels bei einer Geschwindigkeit (r) und das Bilden einer an geschmolzenem Silizium verarmten Beschickung in dem rotierenden Tiegel, wobei die an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung ein Gewicht, w, aufweist, der Tiegel eine innere Wand umfaßt und einen inneren Durchmesser (D) aufweist. Das geschmolzene Silizium umfaßt eine obere Oberfläche. Das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium umfaßt einen ausgesetzten Teil, der über der Oberfläche des geschmolzenen Siliziums liegt, wobei das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium ein Zentrum und eine Breite (d) aufweist, die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht. Das Verfahren umfaßt ferner das Beschicken von polykristallinem Silizium in den rotierenden Tiegel durch periodisches Beschicken von polykristallinem Silizium auf das ausgesetzte nichtgeschmolzene polykristalline Silizium, wobei die Breite des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (d) beibehalten wird. Jede Ein-Periode umfaßt das Strömen von polykristallinem Silizium mit einer Fließgeschwindigkeit (f) für eine Zeitdauer (t_{on}) durch eine Beschickungsvorrichtung, welche das polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium richtet, und wobei jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stroms des polykristallinen Siliziums durch die Beschickungsvorrichtung für eine Zeitdauer (t_{off}) umfaßt.

[0014] Andere Gegenstände und Merkmale dieser Erfindung werden teilweise offensichtlich und teilweise herein dargestellt.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0015] [Fig. 1](#) ist eine Schnittdarstellung eines Czochralski-Tiegels, die eine anfängliche Ladung von polykristallinen Siliziumbrocken zeigt.

[0016] [Fig. 2](#) ist eine Schnittdarstellung, die den Beginn des periodischen Beschickungsverfahrens der vorliegenden Erfindung zeigt, wobei granuläres polykristallines Silizium in den Tiegel unter Verwendung eines nicht mittigen vertikalen Beschickungsrohrs beschickt wird.

[0017] [Fig. 3](#) ist eine Schnittdarstellung, die eine anschließende Ein-Periode des periodischen Beschickungsverfahrens der vorliegenden Erfindung zeigt, wobei granuläres polykristallines Silizium in den Tiegel unter Verwendung eines nicht mittigen vertikalen Beschickungsrohrs beschickt wird.

[0018] **Fig. 4** ist eine Schnittdarstellung, die das Ende der Beschickung von granulärem polykristallinem Silizium zeigt.

[0019] **Fig. 5** ist eine Schnittdarstellung die eine Siliziumschmelze zeigt.

[0020] **Fig. 6** ist eine Schnittdarstellung, die den Beginn des periodischen Beschickungsverfahrens der vorliegenden Erfindung zeigt, wobei granuläres polykristallines Silizium in den Tiegel unter Verwendung eines Sprühbeschickungsrohrs beschickt wird.

[0021] **Fig. 7** ist eine Schnittdarstellung, die eine anschließende Ein-Periode des periodischen Beschickungsverfahrens der vorliegenden Erfindung zeigt, wobei granuläres polykristallines Silizium in den Tiegel unter Verwendung eines Sprühbeschickungsrohrs beschickt wird.

[0022] **Fig. 8** enthält drei Ansichten von Beschickungsmustern, die unter Verwendung der periodischen Beschickungsverfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt werden können.

[0023] **Fig. 9** enthält drei Ansichten von Beschickungsmustern, die unter Verwendung der periodischen Beschickungsverfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt werden können.

[0024] **Fig. 10** enthält eine Ansicht eines Beschickungsmusters, das unter Verwendung der periodischen Beschickungsverfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt werden kann.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0025] In der vorliegenden Erfindung wird eine teilweise geschmolzene Beschickung in einem Czochralski-Tiegel (CZ-Tiegel) gebildet, wobei die teilweise geschmolzene Beschickung geschmolzenes Silizium und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium umfaßt, wobei das geschmolzene Silizium eine obere Oberfläche aufweist, wobei das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium einen ausgesetzten Anteil umfaßt, der über der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums liegt. Typischerweise wird die teilweise geschmolzene Beschickung durch eines oder eine Kombination der folgenden Verfahren gebildet: (a) anfängliches Beladen des Tiegels mit polykristallinem Silizium und Erhitzen des geladenen polykristallinen Siliziums unter Bildung des geschmolzenen Siliziums und des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums; und/oder (b) Beschicken des polykristallinen Siliziums auf eine an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung unter Bildung einer Teilbeschickung, die das geschmolzene Silizium und das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium umfaßt. Gemäß der vorliegenden Erfindung wird zusätzliches polykristallines Silizium in den Tiegel durch periodisches Beschicken von polykristallinem Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium in einer Weise beschickt, die bevorzugt die Menge an Zeit verringert, die erforderlich ist, um eine vollständig geschmolzene Siliziumschmelze herzustellen, im Vergleich zu einem kontinuierlichen Beschickungsverfahren. Die Erfindung wird ferner nachstehend in Bezug auf die Figuren, in denen gleiche Punkte in den einzelnen Figuren gleich beziffert werden, ausführlich beschrieben.

[0026] In Bezug auf **Fig. 1** wird polykristallines Silizium **10** in einen Standard-Czochralski-Tiegel **20** geladen. Obwohl jedes granuläre polykristalline Silizium oder polykristalline Siliziumbrocken für die anfängliche Beladung verwendet werden konnten, sind polykristalline Siliziumbrocken bevorzugt. Die Verwendung von granulärem polykristallinem Silizium für die anfängliche Beladung kann zu relativ schlechten Produktionsausbeuten und einem häufigen Vorkommen von großen Hohlraumfehlern führen, die sich in dem Einkristall-Siliziumblock bilden. Es wird angenommen, daß das granuläre polykristalline Silizium Gase, wie Argon oder Wasserstoff, am Boden **24** des Tiegels **20** einschließt, und daß diese Gase später als Blasen in die Siliziumschmelze während des Kristallwachstums freigesetzt werden. Einige der Blase lagern sich an den Kristall an der Kristallwachstumsgrenzfläche an, wodurch sich Hohlraumfehler bilden. Die Verwendung polykristalliner Siliziumbrocken für die anfängliche Beladung vermeidet die Bildung dieser Hohlraumfehler und führt im allgemeinen zu höheren Ausbeuten.

[0027] Die Menge an polykristallinem Silizium, das anfänglich in den Tiegel geladen wird, wird bevorzugt in Bezug auf die Qualität des Einkristall-Siliziumblocks und den Produktionsdurchsatz optimiert. Wenn zu viel stückförmiges polykristallines Silizium in den Tiegel geladen wird, treten höhere mechanische Spannungen auf, und es besteht ebenso eine erhöhte Wahrscheinlichkeit der Beschickungsverschiebung oder Bildung von Brücken oder Hängern. Wirtschaftlichkeit, Verfügbarkeit oder andere Faktoren, die das granuläre polykristalline Silizium bevorzugen, können ebenso das Minimieren der Menge an stückförmigem polykristallinem Silizium in der anfänglichen Beladung begünstigen. Wenn zu wenig stückförmiges polykristallines Silizium geladen wird,

ist jedoch eine beträchtlich größere Menge an Energie zum Schmelzen der Beschickung erforderlich. Die höheren Wandtemperaturen, die mit der Verwendung solch hoher Energie in Verbindung stehen, können zum frühzeitigen Tiegelzerfall führen. Zusätzlich zu diesen Faktoren wird die anfängliche Beladungsgröße ebenso mit der Tiegelkonstruktion, Brennzonenkonstruktion und den Typen an Kristallprodukten, die hergestellt werden, variieren. Bevorzugt beträgt das Gewicht der anfänglichen Beladung von stückförmigem polykristallinem Silizium etwa 40 % bis etwa 65 % des gesamten Schmelzgewichts und stärker bevorzugt etwa 50 % bis etwa 60 % des gesamten Schmelzgewichts.

[0028] Bevorzugt wird die anfängliche Beladung von stückförmigem polykristallinem Silizium in dem Tiegel in dem Zentrum **12** des polykristallinen Siliziums **10**, das höher als der Rand **14** ist, angeordnet. Beispielsweise ist, wenn die anfängliche 40-kg-Beladung einer 80-kg-Gesamtbeschickung hergestellt wird, das Zentrum bevorzugt etwa 23,5 bis etwa 31 mm höher als der Rand. Diese bevorzugte Anordnung zusammen mit der bevorzugten Menge an anfänglich geladenen Brocken stellt sicher, daß die Höhe der polykristallinen Siliziumbrocken an dem Rand **14** kleiner als die Höhe der fertigen Siliziumschmelze ist, wodurch die Bildung von Hängern und/oder Brücken über der Siliziumschmelze verhindert wird. Während des Einschmelzens ist die Position des Tiegels **20** so, daß sein oberer Rand **22** etwa 10 bis 80 mm über dem oberen Rand **32** der Seitenheizvorrichtung **30** ist, und bevorzugt etwa 50 mm. Diese Tiegelposition wird bevorzugt für die Zeitdauer des Einschmelzens konstant gehalten.

[0029] Wie in [Fig. 2](#) gezeigt, wird das geladene polykristalline Silizium **10** erhitzt (während der Tiegel bei einer Geschwindigkeit (r) rotiert wird), um geschmolzenes Silizium **16** und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium **11** zu bilden. Das geschmolzene Silizium **16** weist eine obere Oberfläche **18** auf, über der ein Teil des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums **11** ausgesetzt wird. Das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium hat ein Zentrum **12** und eine Breite **52**, die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums **53** entspricht. Bevorzugt ist die Grenzfläche **53** im wesentlichen kreisförmig, oder anderweitig angegeben, ist die Grenzfläche **53** annähernd äquidistant von der Mitte **12** des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (z. B. eine Variation von weniger als etwa 20 % und bevorzugt weniger als etwa 10 %). Das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium **11** ist im wesentlichen eine Insel, die von dem geschmolzenen Silizium **16** umgeben ist, welches durch Erhitzen des Tiegels **20** mit einer Seitenheizvorrichtung **30** gebildet wird. Um teilweise eine anfängliche Beladung von 40 kg polykristallinen Siliziumbrocken in einem Tiegel mit einem Durchmesser von 20 Inch (etwa 51 cm) zu schmelzen, wird beispielsweise die Seitenheizvorrichtung **30** bei einem Leistungspegel von 118 kW gehalten. Obwohl die Stellung des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums in dem Tiegel variieren kann (d. h. die Insel kann sich aufgrund des Schwebens bewegen), geht die Mittelachse **50** des Tiegels bevorzugt durch das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium nahe dem Zentrum **12** (z. B. innerhalb etwa 5 cm). Daher bleibt die Grenzfläche **53** bevorzugt annähernd äquidistant von der inneren Wand **21** des Tiegels (z. B. eine Variation von weniger als etwa 20 % und bevorzugt weniger als etwa 10 %).

[0030] Das Ausmaß, zu dem die anfängliche Beladung von polykristallinem Silizium geschmolzen wird, um die polykristalline Siliziuminsel zu bilden, kann in bezug auf die relativen Mengen an geschmolzenem Silizium **16** und nicht-geschmolzenem polykristallinem Silizium **11** speziell definiert werden. Durch diese Maßnahme, liegt das Verhältnis von geschmolzenem Silizium **16** zu nicht-geschmolzenem polykristallinem Silizium **11** in der teilweise geschmolzenen Beschickung zwischen etwa 3:2 und etwa 4:1, bezogen auf das Gewicht. Alternativ kann das Ausmaß des Schmelzens in bezug auf den Durchmesser des Tiegels definiert werden. Bevorzugt liegt die Breite **52** des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (d) zwischen etwa 65 % und etwa 85 % des Tiegeldurchmessers (D) und noch stärker bevorzugt bei etwa 75 % des Tiegeldurchmessers. Eine 40-kg-Beschickung wurde teilweise unter Verwendung des oben angeführten Heizleistungswertes in etwa vier Stunden geschmolzen.

[0031] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird nach dem teilweisen Schmelzen der anfänglichen Beladung in dem Tiegel zusätzliches polykristallines Silizium in den Tiegel durch periodisches Beschicken von polykristallinem Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt, wodurch die Breite des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (d) innerhalb der oben angeführten Werte beibehalten wird. Das periodische Beschicken umfaßt eine Vielzahl von wechselnden Ein-Perioden und Aus-Perioden, wobei jede Ein-Periode das Strömen von polykristallinem Silizium bei einer Fließgeschwindigkeit (f) für eine Zeitdauer (t_{on}) durch eine Beschickungsvorrichtung, welche das polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium richtet, umfaßt, und jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stroms des polykristallinen Siliziums für eine Zeitdauer (t_{off}) umfaßt. Die Fließgeschwindigkeit (f), die Ein-Periode-Zeitdauer (t_{on}) und die Aus-Periode-Zeitdauer (t_{off}) der periodischen Beschickung führen zum Be-

schicken des polykristallinen Siliziums in den Tiegel bei einer Beschickungsrate (F).

[0032] Wie oben angegeben, werden die vorhergehenden Beschickungsparameter bevorzugt so kontrolliert, daß polykristallines Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt wird, wodurch der Durchmesser der Insel zwischen etwa 65 und etwa 85 % des Durchmessers des Tiegels und stärker bevorzugt bei etwa 75 % des Durchmessers des Tiegels für das effizienteste Schmelzen beibehalten wird, ohne dabei Tiegelschäden durch Überhitzen des Tiegels hervorzurufen. Speziell kann, wenn die Insel zu groß wird (z. B. größer als etwa 85 % des Tiegeldurchmessers), die Insel die Wand des Tiegels berühren und „überfrieren“ aufgrund der Wärmesenkwirkung (d. h. das Emissionsvermögen des Feststoffes ist sehr viel höher als das des flüssigen Siliziums). Andererseits wird, wenn die Insel zu klein ist (z. B. weniger als etwa 65 % des Tiegeldurchmessers), der Tiegel durch die heißere Temperatur als notwendig beschädigt.

[0033] Experimentelle Ergebnisse lassen bisher darauf schließen, daß die Rotationsgeschwindigkeit des Tiegels (r) mindestens etwa 1 U/min beträgt, die Fließgeschwindigkeit des granulären polykristallinen Siliziums (f) mindestens etwa 1 g/s beträgt, die Zeitdauer von jeder Ein-Periode (t_{on}) mindestens etwa 1 Sekunde beträgt, die Zeitdauer von jeder Aus-Periode (t_{off}) mindestens etwa 1 Sekunde beträgt und die Beschickungsrate der periodischen Beschickung von granulärem polykristallinem Silizium (F) mindestens etwa 1 kg/h beträgt. Bevorzugt liegt die Rotationsgeschwindigkeit (r) in dem Bereich von etwa 1 U/min bis etwa 5 U/min und stärker bevorzugt von etwa 2 U/min bis etwa 3 U/min. Bevorzugt liegt die Fließgeschwindigkeit von granulärem polykristallinem Silizium (f) in dem Bereich von etwa 5 g/s bis etwa 35 g/s und stärker bevorzugt von etwa 10 g/s bis etwa 25 g/s. Bevorzugt liegt die Zeitdauer von jeder Ein-Periode (t_{on}) in dem Bereich von etwa 2 Sekunden bis etwa 10 Sekunden und stärker bevorzugt von etwa 4 Sekunden bis etwa 10 Sekunden. Bevorzugt beträgt die Zeitdauer von jeder Aus-Periode (t_{off}) mindestens etwa 5 Sekunden, stärker bevorzugt liegt sie in dem Bereich von etwa 10 Sekunden bis etwa 30 Sekunden, noch stärker bevorzugt von etwa 10 Sekunden bis etwa 20 Sekunden und noch stärker bevorzugt von etwa 10 Sekunden bis etwa 15 Sekunden. Bevorzugt liegt die Beschickungsrate des periodisch beschickten granulären polykristallinen Siliziums (F) in dem Bereich von etwa 1,5 kg/h bis etwa 65 kg/h, stärker bevorzugt von etwa 5 kg/h bis etwa 30 kg/h und noch stärker bevorzugt von etwa 10 kg/h bis etwa 20 kg/h.

[0034] Das polykristalline Silizium, das auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt wurde, ist bevorzugt granuläres polykristallines Silizium. Bevorzugt ist das granuläre polykristalline Silizium staubfrei und 90 % der Körnchen (bezogen auf das Gewicht) weisen eine Größenverteilung auf, die innerhalb des Bereiches von etwa 400 µm bis etwa 1400 µm fällt. Der Typ und die Wasserstoffkonzentration des granulären polykristallinen Siliziums, das in der bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verwendet wird, sind nicht kritisch, so lange wie die Beschickungsrate und andere Verfahrensparameter kontrolliert werden, um die adäquate Dehydrierung sicherzustellen. Die vorliegende Erfindung erlaubt die Verwendung von granulärem polykristallinem Silizium mit einem breiten Bereich an Wasserstoffkonzentrationen, einschließlich Konzentrationen bis zu etwa 500 ppm. Bevorzugt beträgt die Wasserstoffkonzentration des granulären polykristallinen Siliziums, das auf das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt wurde, weniger als etwa 400 ppm, stärker bevorzugt weniger als 50 ppm und am stärksten bevorzugt weniger als etwa 20 ppm.

[0035] Wenn eine Siliziumschmelze gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung gebildet wird, ist es bevorzugt, daß der Strom oder das Zudosieren des granulären polykristallinen Siliziums unter Verwendung einer Beschickungsvorrichtung kontrolliert wird, die das umfaßt, was üblicherweise als ein Schüttwinkelventil bezeichnet wird.

[0036] Bevorzugt wird die vorliegende Erfindung unter Verwendung der Vorrichtung durchgeführt, die ausführlicher von Boone et al. in US-Pat. Nr. 5,059,410 beschrieben ist, das kommerziell von Crystal Growth Systems, Hanau, Deutschland, erhältlich ist. Unter den Vorteilen der Verwendung einer Vorrichtung, die ein Schüttwinkelventil umfaßt, sind die erhöhte Reinheit des gezogenen Siliziumblocks und eine längere Geräteaufzeit, die auf den verringerten Verschleiß durch das abschleifende granuläre polykristalline Silizium zurückzuführen ist.

[0037] Es ist entdeckt worden, daß das Einschmelzen weiter durch Kontrollieren der Art und Weise beeinflusst werden kann, in der das granuläre polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt wird. Speziell wird gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung das polykristalline Silizium bevorzugt in einer Weise beschickt, die den Strom von polykristallinem Silizium auf einen diskreten Teil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums richtet. Im Gegensatz dazu scheidet das kontinuierliche Beschickungsverfahren, wie durch Holder in US-Patent Nr. 5,588,993 beschrieben, polykristal-

lines Silizium auf dem Zentrum des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium ab, was zur Bildung einer konisch geformten Masse von nicht-geschmolzenem polykristallinem Silizium mit einer Neigung, die dem Schüttwinkel entspricht, führt. Wenn das granuläre polykristalline Silizium auf das Zentrum (Oberseite) des Kegels beschickt wird, bewegt es sich an der Neigung des Kegels entlang zufälliger Wege herunter.

[0038] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt, wie in [Fig. 2](#) und [Fig. 3](#) gezeigt. Speziell wird das granuläre polykristalline Silizium **40** auf dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium **11** durch ein vertikales Quarzglas-Beschickungsrohr **42** beschickt (wie diese, die von Quartz Scientific, Cleveland, Ohio kommerziell erhältlich sind). Vor und während des Beschickens des granulären polykristallinen Siliziums wird das Beschickungsrohr **42** leicht entfernt von der Zentrumslinie **50** des Tiegels **20** (z. B. etwa 10 mm bis etwa 20 mm) und/oder leicht weg von direkt über dem Zentrum **12** des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums **11** beweglich positioniert. Das Beschicken beginnt, wenn die teilweise geschmolzene Beschickung gebildet wird, wie zuvor definiert. Durch Positionieren des vertikalen Beschickungsrohrs **42** nicht mittig wird das granuläre polykristalline Silizium **40** nicht über dem gesamten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium zufällig abgeschieden, es wird eher auf einem Teil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium abgeschieden. Bevorzugt ist dieser Teil ein Keil **63**, der sich radial nach außen von etwa dem Zentrum **12** des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums zu der Grenzfläche **61** zwischen dem nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums erstreckt.

[0039] Durch Kontrollieren der Einschmelzparameter (z. B. Heizleistung, Rotationsgeschwindigkeit, Ein-Periode-Zeitdauer, Aus-Periode-Zeitdauer, Fließgeschwindigkeit usw.) zusammen mit dem nicht mittigen Beschickungsrohr **42** bildet das granuläre polykristalline Silizium bevorzugt eine Insel **44** über der Oberfläche **13** des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums **11**, wobei die Neigung der Insel **44** gleich dem Schüttwinkel für das granuläre polykristalline Silizium **40** ist. Für das granuläre polykristalline Silizium, erhältlich von MEMC Electronic Materials Inc., beträgt der Schüttwinkel ungefähr 31 Grad. Während die Körnchen des granulären polykristallinen Siliziums **40** auf der Insel **44** vorliegen, steigt die Temperatur der Körnchen schnell, was zu schneller Dehydrierung führt, bevor die Körnchen in das geschmolzene Silizium **16** eingetaucht werden. Die Dehydrierung des granulären polykristallinen Siliziums kann unter demselben Typ an atmosphärischen Bedingungen, typischerweise unter einem Inertgas, wie in der Technik zur Herstellung von Siliziumschmelzen in CZ-Tiegeln bekannt, bewirkt werden. Nach der Dehydrierung beträgt die Wasserstoffkonzentration der Körnchen weniger als die Sättigungskonzentration von Wasserstoff in Silizium bei dem Schmelzpunkt von Silizium. Das heißt, die Konzentration von Wasserstoff nach der Dehydrierung beträgt weniger als 1 ppm (0,036 ppm, bezogen auf das Gewicht).

[0040] In einer anderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt, wie in [Fig. 6](#) und [Fig. 7](#) gezeigt. Speziell wird das granuläre polykristalline Silizium **40** auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium **11** durch ein Quarzglas-Beschickungsrohr **60** vom Sprühtyp beschickt (kommerziell erhältlich von Crystal Growth Systems, Hanau, Deutschland), das ein Spray von polykristallinem Silizium erzeugt, das sich in Richtung mit einer horizontalen Komponente bewegt. Das Beschickungsrohr **60** vom Sprühtyp wird bevorzugt über dem Tiegel **20** positioniert, so daß sich das polykristalline Silizium auf dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium **11** in einem Keil **64**, der typischerweise größer als der Keil ist, der in einem vertikalen Beschickungsrohr erzeugt wird, sprühabscheidet.

[0041] Gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung kann das Einschmelzverfahren durch Kontrollieren der Größe der Keile von granulärem polykristallinem Silizium und der Muster der Keile, die auf dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium abgeschieden werden, weiter variiert werden. Die Größe eines Keils von polykristallinem Silizium, das auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium beschickt wird, wird größtenteils durch die Rotationsgeschwindigkeit und die Zeitdauer der Ein-Periode (t_{on}) bestimmt. Beispielsweise erzeugt das Beschicken des granulären polykristallinen Siliziums für eine Zeitdauer (t_{on}) von etwa 7,5 Sekunden während des Rotierens des Tiegels bei einer Geschwindigkeit (r) von etwa 2 U/min einen Keil mit einem Keilwinkel von etwa 90° . Bevorzugt weist der Keil einen Keilwinkel auf, der weniger als etwa 180° beträgt. In Abhängigkeit der Verfahrensbedingungen eines speziellen Kristallziehverfahrens kann die Größe des Keils beinahe unendlich variiert werden. Die Erfahrung aus den Daten läßt jedoch darauf schließen, daß der Keilwinkel bevorzugt weniger als etwa 180° , stärker bevorzugt weniger als etwa 120° und noch stärker bevorzugt weniger als etwa 90° und noch stärker bevorzugt etwa 40° bis etwa 72° beträgt.

[0042] Wie oben erläutert ist die Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristalli-

nen Silizium und dem geschmolzenen Silizium bevorzugt im wesentlichen kreisförmig, und in einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird der Keilwinkel so gewählt, daß das im wesentlichen kreisförmige ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium in ungefähr gleich große Segmente geteilt werden kann, wie in Tabelle A dargestellt.

Tabelle A

Keilwinkel	Anzahl an gleich großen Segmenten
180°	2
120°	3
90°	4
72°	5
60°	6
51,4°	7
45°	8
40°	9
36°	10
32,7°	11
30°	12
27,7°	13

[0043] Bevorzugt werden die Schmelzbildungsparameter, wie die Tiegelrotationsgeschwindigkeit (r), die Ein-Periode-Zeitdauer (t_{on}) und die Aus-Periode-Zeitdauer (t_{off}) so kontrolliert, daß der Strom an granulärem polykristallinem Silizium durch die Beschickungsvorrichtung auf einen Teil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (z. B. einen Keil) gerichtet ist, der im wesentlichen nicht mit einem Teil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums überlappt, auf dem eine polykristalline Silizium-Beschickung einer unmittelbar vorhergehenden Ein-Periode abgeschieden wurde (z. B. der unmittelbar vorhergehende Keil). Der Ausdruck im wesentlichen überlappen wird hierin so definiert, daß er größer als etwa 30 % ist. Stärker bevorzugt beträgt die Überlappung weniger als etwa 30 %, noch stärker bevorzugt weniger als etwa 20 %, noch stärker bevorzugt weniger als etwa 10 %, noch stärker bevorzugt weniger als etwa 5 %, und am stärksten bevorzugt gibt es keine Überlappung.

[0044] In Abhängigkeit der Stelle, wo, und/oder der Zeit, wann die Kanten des granulären polykristallinen Siliziums abgeschieden werden, variiert die Schmelzgeschwindigkeit des beschickten granulären polykristallinen Siliziums signifikant. Experimentelle Ergebnisse lassen bisher darauf schließen, daß das periodische Beschickungsverfahren signifikant die Beschickungszeit im Vergleich zu einem kontinuierlichen Beschickungsverfahren verkürzt, indem das polykristalline Silizium auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium vor dem Wiederabscheiden von granulärem polykristallinem Silizium auf jedwedem Keil abgeschieden wird. Dies kann unter Verwendung einer breiten Vielzahl an Beschickungsmustern erreicht werden, einige von ihnen folgen:

- (a) jeder nachfolgende Keil wird angrenzend an den unmittelbar vorhergehenden Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden (siehe z. B. das 6-Segment-Beschickungsmuster, angegeben in [Fig. 8a](#), wobei die Reihenfolge, in der die Keile abgeschieden werden, durch Zahlen innerhalb der Keile angegeben werden);
- (b) jeder nachfolgende Keil wird angrenzend an den unmittelbar vorhergehenden Keil und nachfolgend mindestens einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden;
- (c) jeder nachfolgende Keil wird nahezu entgegengesetzt zu dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem zweitletzten Keil abgeschieden (siehe z. B. das 3-, 7- und 13-Segment-Beschickungsmuster, angegeben in [Fig. 9a](#), [Fig. 9b](#) und [Fig. 9c](#)) und
- (d) jeder nachfolgende Keil wird nahezu entgegengesetzt zu dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und nachfolgend mindestens einer Rotation des Tiegels nach dem zweitletzten Keil abgeschieden.

[0045] Andererseits lassen die experimentellen Ergebnisse darauf schließen, daß häufigere Abscheidung

von granulärem polykristallinem Silizium auf speziellen Teilen des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums die Beschickungszeit im Vergleich zu einem kontinuierlichen Beschickungsverfahren signifikant verlängern kann. Oder anders gesagt, polykristallines Silizium wird wieder an einem Keil vor der Abscheidung des granulären polykristallinen Siliziums auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium abgeschieden. Unter Bezug auf [Fig. 8b](#) werden die 36°-Keile beispielsweise nach etwa jeder 108°-Tiegelrotation abgeschieden, was zum Wiederabscheiden von granulärem polykristallinem Silizium auf derselben Stelle jeder dritten Ein-Periode führt. Ebenso führt das Beschickungsmuster, das in [Fig. 8c](#) gezeigt ist, zum Wiederabscheiden von granulärem Silizium auf derselben Stelle jeder anderen Ein-Periode. Beschickungsmuster, die die Beschickungszeit verlängern, können in Fällen vorteilhaft sein, wenn eine Heizvorrichtung nur das granuläre polykristalline Silizium bei niedrigen Beschickungsraten schmelzen kann (z. B. weniger als etwa 15 kg/h), so daß das ausgesetzte nichtgeschmolzene polykristalline Silizium etwa 85 % des Tiegeldurchmessers nicht überschreitet.

[0046] Die Seitenheizvorrichtung **30** bleibt typischerweise während des Beschickens des granulären polykristallinen Siliziums **40** auf das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium **11** stromführend. Beispielsweise wird, wenn eine 80 kg Schmelze gebildet wird, der Leistungspegel der Seitenheizvorrichtung bei etwa 118 kW gehalten. Wie in [Fig. 3](#) gezeigt, führt die kombinierte Wirkung des fortgesetzten Erwärmens während der Beschickung des granulären polykristallinen Siliziums zu einer verfestigten Siliziummasse **46**, die sich unter der Insel **44** bildet. In der bevorzugten Ausführungsform umfaßt die verfestigte Siliziummasse **46** sowohl stückförmiges polykristallines Silizium aus der anfänglichen Beladung als auch granuläres polykristallines Silizium aus der letzten Beschickung.

[0047] Das Beschicken wird gemäß den Parametern des periodischen Beschickungsverfahrens fortgesetzt, bis die Gesamtmenge an Siliziummasse, die in der Endsiliziumschmelze gewünscht ist, in den Tiegel **20** beschickt worden ist. Für eine 80-kg-Gesamtschmelzmasse, in der 40 kg stückförmiges polykristallines Silizium für die anfängliche Beladung verwendet wurden, müssen 40 kg granuläres polykristallines Silizium **40** durch das Beschickungsrohr **42** beschickt werden. Jedoch können größere Gesamtbeschickungen ebenso realisiert werden, wobei der Tiegel **20** die zusätzliche Siliziumschmelze ansammeln kann. Nachdem das Beschicken von granulärem polykristallinem Silizium **40** beendet ist, kann das Beschickungsrohr **42** weg von dem Zentrum des Tiegels **20** positioniert werden, um das Kristallziehen zu ermöglichen. An diesem Punkt, wie in [Fig. 4](#) gezeigt, ist die Masse des Siliziums in dem Tiegel **20** geschmolzenes Silizium **16**, wobei eine relativ kleinere Menge an verfestigter Siliziummasse **46** übrig bleibt.

[0048] Das granuläre polykristalline Silizium und das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium, die gemeinsam die verfestigte Siliziummasse **46** umfassen, werden weiter geschmolzen, um eine Siliziumschmelze zu bilden. Wie in [Fig. 5](#) gezeigt, umfaßt die Siliziumschmelze 100 % geschmolzenes Silizium **16**. Wenn eine 80-kg-Schmelze gebildet wird, wird der Leistungspegel für die Seitenheizvorrichtung **30** bevorzugt bei 118 kW gehalten, um das endgültige Schmelzen in ungefähr 30 Minuten zu bewirken.

[0049] Um die Auswahl der periodischen Beschickungsparameter zu unterstützen, enthält Tabelle B die berechnete Beschickungsrate für verschiedene Ein/Aus-Periode-Kombinationen und Beschickungsraten von polykristallinem Silizium, während der Tiegel bei etwa 2 U/min rotiert wird.

Tabelle B

Seg- mente	3	4	5	7	6	9	8	13	10	12
Zeit EIN (s)	10,0	7,5	6,0	4,3	5,0	3,3	3,8	2,3	3,0	2,5
Zeit AUS (s)	10,0	15,0	12,0	12,9	20,0	13,3	22,5	13,8	24,0	25,0
Fließ- ge- schwin- digkeit des poly- kristal- linen Silizi- ums (g/s)	berechnete Beschickungsrate (kg/h)									
5	9,0	6,0	6,0	4,5	3,6	3,6	2,6	2,6	2,0	1,6
10	18,0	12,0	12,0	9,0	7,2	7,2	5,1	5,1	4,0	3,3
15	27,0	18,0	18,0	13,5	10,8	10,8	7,7	7,7	6,0	4,9
20	36,0	24,0	24,0	18,0	14,4	14,4	10,3	10,3	8,0	6,5
25	45,0	30,0	30,0	22,5	18,0	18,0	12,9	12,9	10,0	8,2
30	54,0	36,0	36,0	27,0	21,6	21,6	15,4	15,4	12,0	9,8
35	63,0	42,0	42,0	31,5	25,2	25,2	18,0	18,0	14,0	11,5

[0050] Die Beschickungsrate wird gemäß der folgenden Gleichung berechnet:

$$\text{Beschickungsrate} \left(\frac{\text{kg}}{\text{h}} \right) = \frac{3600 \left(\frac{\text{s}}{\text{h}} \right) \times \text{Zeit EIN (s)} \times \text{Polysiliziumfließgeschwindigkeit} \left(\frac{\text{g}}{\text{s}} \right)}{[\text{Zeit EIN (s)} + \text{Zeit AUS (s)}] \times 1000 \left(\frac{\text{g}}{\text{kg}} \right)}$$

[0051] Beispielsweise werden das 3-, 7- und 13-Segment-Abscheidungsmuster in [Fig. 9a](#), [Fig. 9b](#) beziehungsweise [Fig. 9c](#) angegeben.

[0052] Obwohl die vorhergehende Erläuterung auf die anfängliche Beladung (Beladen und Beschicken von polykristallinem Silizium) und das Einschmelzen des polykristallinen Siliziums unter Bildung einer Siliziumschmelze in einem Tiegel gerichtet ist, ist die vorliegende Erfindung ebenso auf das Wiederbeladen eines Tiegels gerichtet, enthaltend eine an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung. Eine verarmte geschmolzene Beschickung wird typischerweise durch Ziehen eines Einkristall-Siliziumblocks aus einer zuvor gebildeten Siliziumschmelze gebildet; ein Teil der Siliziumschmelze bleibt in dem Tiegel, nachdem der Block von der Siliziumschmelze abgetrennt wurde. Bevorzugt hinterläßt der Block, der aus der zuvor gebildeten Siliziumschmelze gezogen wurde, eine an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung mit einem Gewicht (w), das etwa 15 Gew.-% bis etwa 40 Gew.-% der Siliziumschmelze beträgt, die durch das Wiederbeschicken gebildet werden soll. Stärker bevorzugt beträgt das Gewicht der an geschmolzenem Silizium verarmten Beschickung (w) etwa 20 Gew.-% bis etwa 30 Gew.-% der Siliziumschmelze, die durch das Wiederbeschicken gebildet werden soll. Gemäß der vorliegenden Erfindung wird polykristallines Silizium in den rotierenden Tiegel durch Beschicken des polykristallinen Siliziums auf die an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung beschickt, um eine Teilbeschickung zu bilden, die geschmolzenes Silizium und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium umfaßt, wobei das geschmolzene Silizium eine obere Oberfläche umfaßt, wobei das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium einen ausgesetzten Teil umfaßt, der über der Oberfläche des geschmolzenen Siliziums liegt, wobei das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium ein Zentrum und eine Breite, d, aufweist, die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten

nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht. Das polykristalline Silizium, das in den Tiegel beschickt wurde, um die Teilbeschickung zu bilden, kann durch irgendein geeignetes Verfahren beschickt werden (z. B. durch kontinuierliche Beschickung und/oder durch periodische Beschickung). Bevorzugt wird jedoch die Teilbeschickung gemäß der periodischen Beschickung gebildet, die hierin ausführlich beschrieben wird. Beispielsweise kann es, um das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium schnell aufzubauen, vorteilhaft sein, polykristallines Silizium auf speziellen Teilen des verarmten geschmolzenen Siliziums und/oder ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums häufig abzuscheiden, wie in [Fig. 8b](#) und [Fig. 8c](#) gezeigt. Das Wiederbeschickungsverfahren wird durch das Beschicken von polykristallinem Silizium in den rotierenden Tiegel durch periodisches Beschicken von polykristallinem Silizium auf das ausgesetzte nichtgeschmolzene polykristalline Silizium fortgesetzt, wodurch die Breite des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (d) beibehalten wird, wie hierin ausführlich beschrieben. Das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium und das periodisch beschickte polykristalline Silizium werden geschmolzen, um die Siliziumschmelze zu bilden.

Beispiel 1

[0053] Etwa 40 kg stückförmiges polykristallines Silizium wurden in einen Tiegel mit einem Durchmesser von 20 Inch (51 cm) geladen und erhitzt, wodurch geschmolzenes Silizium und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium gebildet wurden. Ein vertikales Beschickungsrohr, leicht entfernt von der Zentrumslinie des Tiegels (etwa 15 mm) und ungefähr 10 Inch (25 cm) über der Schmelzoberfläche positioniert, wurde verwendet, um etwa 40 kg granuläres polykristallines Silizium in den Tiegel für eine Gesamtbeschickung von etwa 80 kg zu beschicken. Die Fließgeschwindigkeit (f) von granulärem polykristallinem Silizium betrug ungefähr 17 Gramm/Sekunde aus dem Trichter, durch das Injektorrohr und in den Tiegel.

[0054] Die Leistung der Ofenseitenheizvorrichtung betrug etwa 118 kW und die Tiegelrotationsgeschwindigkeit (r) betrug etwa 2 U/min. Das stückförmige polykristalline Silizium wurde nach etwa 3,5 Stunden geschmolzen (d. h., der Durchmesser der stückförmigen polykristallinen Insel, in der Mitte des Tiegels angeordnet, betrug etwa 75 % des Tiegeldurchmessers). Anfänglich wurde die Zeitdauer der Ein-Periode (t_{on}) auf etwa 5 Sekunden eingestellt, und die Zeitdauer der Aus-Periode (t_{off}) wurde auf etwa 20 Sekunden eingestellt, wodurch eine Beschickungsrate (F) von etwa 11,5 kg/h erhalten wurde. Die anfängliche Ein/Aus-Periode-Kombination wurde gewählt, um eine Beschickungsrate bereitzustellen, die, basierend auf der Erfahrung mit der kontinuierlichen Beschickung, die Breite (d) des Inseldurchmessers des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums (Insel) bei etwa 75 % des Tiegeldurchmessers (D) (d. h. etwa 38 cm) beibehalten würde. Die vorhergehenden Einstellungen führten zu dem 6-Segment-Beschickungsmuster, das in [Fig. 8a](#) gezeigt ist.

[0055] Bei den t_{on}/t_{off} -Einstellungen von 5 s/20 s war die Schmelzrate viel schneller als erwartet und das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium (Insel) schrumpfte in Bezug auf die Größe auf weniger als etwa 75 % des Tiegeldurchmessers. Nach etwa 1 Stunde wurde das t_{off} auf etwa 15 Sekunden verringert, wodurch eine Beschickungsrate von etwa 14,5 kg/h erhalten wurde. Mit dieser t_{on}/t_{off} -Kombination wuchs die Insel schnell in Bezug auf die Größe auf etwa 75 % des Tiegeldurchmessers. Nach etwa 2 Stunden bei der 5 s/15 s-Einstellung (angegeben in [Fig. 8b](#)) war es notwendig, t_{off} auf etwa zehn Sekunden zu verringern, um den Durchmesser der Insel bei etwa 75 % des Tiegeldurchmessers zu halten. Die 5 s/10 s-Kombination (angegeben in [Fig. 8c](#)) führte zu einer Beschickungsrate von etwa 19,2 kg/h. Die 40-kg-Zugabe von granulärem polykristallinem Silizium wurde in etwa 3 Stunden und 15 Minuten beendet und die Insel hörte nach weiteren 30 Minuten auf zu schmelzen. Die Gesamtschmelzzeit betrug etwa 7 Stunden und 15 Minuten.

[0056] Im Vergleich zum kontinuierlichen Beschicken von granulärem polykristallinem Silizium auf eine anfängliche Beschickung von stückförmigem polykristallinem Silizium, die typischerweise granuläres polykristallines Silizium bei etwa 8 bis 12 kg/h beschicken/schmelzen kann, während die Breite der Insel bei etwa 75 % des Tiegeldurchmessers gehalten wird, war die Schmelzgeschwindigkeit des granulären polykristallinen Siliziums, das bei 5 s/20 s beschickt wurde, überraschend schnell (d. h. die Insel schrumpfte in Bezug auf die Größe unter etwa 75 % des Tiegeldurchmessers). Überraschenderweise waren die Beschickungs-/Schmelzraten bei 5 s/15 s und 5 s/10 s für eine Schmelzmasse überraschend langsam, die auf etwa 52 kg beziehungsweise 60 kg erhöht worden ist.

Beispiel 2

[0057] Basierend auf dem in Beispiel 1 beschriebenen Test wurde bestimmt, daß das periodische Beschickungsverfahren die Beschickungsrate (F) signifikant erhöhen kann, bei der eine geeignete Inselbreite aufrechterhalten werden kann, wodurch sich die Beschickungszeit im Vergleich zu einem kontinuierlichen Beschi-

ckungsverfahren verringert. Speziell wurde bestimmt, daß das Maximieren des Rotationsgrades zwischen nacheinander abgeschiedenen Keilen und das Maximieren der Anzahl an Ein-Perioden vor dem Wiederabscheiden des Beschickungsmaterials auf einem speziellen Teil oder Segment der polykristallinen Insel stark die Fließgeschwindigkeit, bei der die 75%ige Tiegeldurchmesser-Inselgröße gehalten werden kann, erhöht.

[0058] Im Hinblick auf die vorhergehenden Prinzipien wurde ein optimaler Satz an Parametern bestimmt und getestet, um die Beschickungs-/Schmelzrate von granulärem polykristallinem Silizium in den beladenen Tiegel zu erhöhen. Wie in Beispiel 1, wurde der Tiegel anfänglich mit 40 kg stückförmigem polykristallinem Silizium beladen, die Schwerkraftbeschickungsvorrichtung beschickte granuläres polykristallines Silizium bei einer Fließgeschwindigkeit (f) von etwa 17 g/s und die Seitenheizvorrichtungsleistung betrug etwa 118 kW. Ein Abscheidungsmuster, angegeben in [Fig. 10](#), wurde zusammen mit einer Ein/Aus-Periode-Kombination von etwa 5 s/12 s gewählt. Es wurde bestimmt, daß der Tiegel bei einer Geschwindigkeit (r) von etwa 2,1 U/min, basierend auf der folgenden Gleichung, rotiert werden sollte:

$$U/min = 60 s / (1 \times \text{Anzahl an Sekunden EIN} + 2 \times \text{Anzahl an Sekunden AUS}).$$

[0059] Gemäß den vorhergehenden Parametern wurde das granuläre polykristalline Silizium bei einer Geschwindigkeit (F) von etwa 20 kg/h auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium (Insel) beschickt, während eine Breite der Insel bei etwa 75 % des Tiegeldurchmessers gehalten wird. Daher verringerte das periodische Beschickungsverfahren die Beschickungszeit auf etwa 2 Stunden, was etwa die Hälfte an Zeit ist, die für ein kontinuierliches Beschickungsverfahren erforderlich ist.

[0060] Im Lichte der ausführlichen Beschreibung der Erfindung und der Beispiele, die oben dargestellt sind, kann angenommen werden, daß die einzelnen Gegenstände der Erfindung erreicht werden.

[0061] Die hierin dargestellten Erklärungen und Darstellungen sollen andere Fachleute mit der Technik der Erfindung, ihren Grundlagen und ihrer praktischen Anwendung vertraut machen. Der Fachmann kann die Erfindung in ihren zahlreichen Formen anpassen und anwenden, wie es für die Anforderungen einer speziellen Verwendung am besten geeignet ist. Folglich sollen die speziellen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wie dargestellt, nicht ausschließlich oder für die Erfindung einschränkend sein.

[0062] Wenn Elemente der vorliegenden Erfindung oder der bevorzugten Ausführungsform(en) davon eingeführt werden, bedeuten die Artikel „ein“, „eine“, „der/die/das“ und „der/die das besagte“, daß eines oder mehrere der Elemente vorliegen. Die Ausdrücke „umfassend“, „einschließlich“ und „aufweisend“ sollen inklusive sein und bedeuten, daß es zusätzliche andere Elemente als die aufgelisteten Elemente geben kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Siliziumschmelze in einem Tiegel zur Verwendung für das Ziehen eines Einkristall-Siliziumblocks mittels des Czochralski-Verfahrens, wobei das Verfahren umfaßt:

- a. das Bilden einer teilweise geschmolzenen Beschickung in dem Tiegel, wobei die teilweise geschmolzene Beschickung geschmolzenes Silizium und nicht-geschmolzenes polykristallines Silizium umfaßt, wobei das geschmolzene Silizium eine obere Oberfläche aufweist, und wobei das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium einen ausgesetzten Anteil umfaßt, der oberhalb der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums liegt;
- b. das Rotieren des Tiegels;
- c. das Beschicken von zusätzlichem polykristallinen Silizium in den rotierenden Tiegel durch periodisches Beschicken des zusätzlichen polykristallinen Siliziums auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium, wobei die periodische Beschickung eine Vielzahl von alternierenden Ein-Perioden bzw. eingeschalteten Perioden und Aus-Perioden bzw. ausgeschalteten Perioden umfaßt, wobei jede Ein-Periode das Strömen des zusätzlichen polykristallinen Siliziums durch eine Beschickungsvorrichtung, welche den Strom des zusätzlichen polykristallinen Siliziums auf das nicht-geschmolzene polykristalline Silizium der teilweise geschmolzenen Beschickung in dem Tiegel für eine Ein-Zeitdauer bzw. eingeschaltete Zeitdauer richtet, umfaßt und jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stroms des zusätzlichen polykristallinen Siliziums für eine Aus-Zeitdauer bzw. ausgeschaltete Zeitdauer umfaßt; und
- d. das Schmelzen des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums und des zusätzlichen polykristallinen Siliziums unter Bildung der Siliziumschmelze in dem Tiegel, wovon der Einkristall-Siliziumblock gezogen wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, weiter umfassend das Bilden der teilweise geschmolzenen Beschickung in Schritt a. durch Beladen des Tiegels mit polykristallinem Silizium und Erhitzen des beladenen polykristallinen Siliziums unter Bildung der teilweise geschmolzenen Beschickung.

3. Verfahren gemäß Anspruch 2, wobei der Tiegel eine innere Wand umfaßt und einen inneren Durchmesser D aufweist, wobei der beladene Tiegel mit einer Geschwindigkeit r rotiert wird, wobei das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium ein Zentrum bzw. eine Mitte und eine Breite bzw. Ausdehnung d aufweist, die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht, wobei das zusätzliche polykristalline Silizium in den rotierenden Tiegel mit einer Beschickungsrate F beschickt wird, wobei die Breite des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums d beibehalten wird, wobei jede Ein-Periode das Strömen des zusätzlichen polykristallinen Siliziums mit einer Fließgeschwindigkeit f für eine Zeitdauer t_{on} durch eine Beschickungseinrichtung, welche das zusätzliche polykristalline Silizium auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium richtet, umfaßt und wobei jede Aus-Periode das Unterbrechen des Stromes des zusätzlichen polykristallinen Siliziums durch die Beschickungsvorrichtung für eine Dauer t_{off} umfaßt.

4. Verfahren gemäß Anspruch 3, wobei die Grenzfläche zwischen dem nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums annähernd equidistant von der Mitte des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums ist.

5. Verfahren gemäß Anspruch 4, wobei die Grenzfläche zwischen nichtgeschmolzenem polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums annähernd equidistant von der inneren Wand des Tiegels ist.

6. Verfahren gemäß Anspruch 5, wobei das polykristalline Silizium, das in den Tiegel beladen wird, polykristalliner Siliziumbrocken bzw. -stück ist, und das zusätzliche polykristalline Silizium, welches in den Tiegel beschickt wird, granuläres polykristallines Silizium ist.

7. Verfahren gemäß Anspruch 6, wobei der zugesetzte polykristalline Siliziumbrocken etwa 40 Gew.-% bis etwa 65 Gew.-% der Siliziumschmelze umfassen.

8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 oder 7, wobei d von etwa 65% bis etwa 85% von D reicht.

9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 8, wobei r mindestens etwa 1 Upm ist.

10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 8, wobei r von etwa 2 Upm bis etwa 3 Upm reicht.

11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 10, wobei F mindestens etwa 1 kg/h beträgt.

12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 11, wobei F von etwa 10 kg/h bis etwa 20 kg/h reicht.

13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 12, wobei f mindestens etwa 1 g/s beträgt.

14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 13, wobei f von etwa 10 g/s bis etwa 25 g/s reicht.

15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 14, wobei t_{on} mindestens etwa 1 Sekunde beträgt.

16. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 15, wobei t_{on} von etwa 2 Sekunden bis etwa 10 Sekunden reicht.

17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 16, wobei t_{off} mindestens etwa 1 Sekunde beträgt.

18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 17, wobei t_{off} mindestens etwa 5 Sekunden beträgt.

19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 18, wobei t_{off} von etwa 10 Sekunden bis etwa 30 Sekunden reicht.

20. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 19, wobei der Strom des granulären polykristallinen Siliziums während der Aus-Periode unter Verwendung eines Schüttwinkelventils unterbrochen wird.

21. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 20, wobei die Beschickungsvorrichtung das granuläre polykristalline Silizium auf einen Anteil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums richtet.

22. Verfahren gemäß Anspruch 21, wobei die Beschickungsvorrichtung, durch welche das granuläre polykristalline Silizium strömt, ein Beschickungsrohr vom vertikalem Typ ist, welches derart angeordnet ist, daß es nicht direkt oberhalb der Mitte des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums ist.

23. Verfahren gemäß Anspruch 21, wobei die Beschickungsvorrichtung, durch welche das granuläre polykristalline Silizium strömt, ein Beschickungsrohr vom Sprüh Typ ist.

24. Verfahren gemäß Anspruch 21, wobei der Anteil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums, worauf das granuläre polykristalline Silizium beschickt wird, eine Keilfläche bzw. ein Keil ist, der sich radial nach außen von etwa der Mitte zu der Grenzfläche zwischen dem nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums erstreckt.

25. Verfahren gemäß Anspruch 24, wobei der Keil einen Keilwinkel aufweist, der etwa 180° beträgt.

26. Verfahren gemäß Anspruch 24, wobei der Keil einen Keilwinkel aufweist, der weniger als etwa 180° beträgt.

27. Verfahren gemäß Anspruch 24, wobei der Keil einen Keilwinkel aufweist, der zwischen etwa 40° bis etwa 72° liegt.

28. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 24 bis 27, wobei jeder Keil auf dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium im wesentlichen nicht mit dem unmittelbar vorhergehenden Keil überlappt.

29. Verfahren gemäß Anspruch 28, wobei granuläres polykristallines Silizium auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium vor dem Wiederabscheiden von granulärem polykristallinen Silizium auf jedwedem Keil abgeschieden wird.

30. Verfahren gemäß Anspruch 29, wobei jeder nachfolgende Keil angrenzend zu dem unmittelbar vorhergehenden Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden wird.

31. Verfahren gemäß Anspruch 29, wobei jeder nachfolgende Keil angrenzend an den unmittelbar vorhergehenden Keil und folgend mindestens einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden wird.

32. Verfahren gemäß Anspruch 29, wobei jeder nachfolgende Keil nahezu entgegengesetzt von dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem zweitletzten Keil abgeschieden wird.

33. Verfahren gemäß Anspruch 29, wobei jeder nachfolgende Keil nahezu entgegengesetzt von dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und folgend mindestens einer Rotation des Tiegels nach dem zweitletzten Keil abgeschieden wird.

34. Verfahren gemäß Anspruch 28, wobei granuläres polykristallines Silizium auf einem Keil vor dem Abscheiden von granulärem polykristallinen Silizium auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium wiederabgeschieden wird.

35. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei der Tiegel mit einer Geschwindigkeit r rotiert wird, wobei der Tiegel eine innere Wand umfaßt und einen inneren Durchmesser D aufweist, und wobei das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium eine Mitte bzw. Zentrum und eine Breite D aufweist die dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht, wobei das Verfahren weiter umfaßt:

a. das Bilden der teilweise geschmolzenen Beschickung in dem Tiegel durch Beschicken des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums auf eine an geschmolzenem Silizium verarmte Beschickung mit einem Gewicht w derart, daß das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium eine Mitte bzw. Zentrum und Breite d aufweist, welche dem längsten Abstand zwischen zwei Punkten entlang der Grenzfläche zwischen dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums entspricht,

- b. wobei das Beschicken des zusätzlichen polykristallinen Siliziums auf das ausgesetzte nicht-geschmolzene polykristalline Silizium die Breite des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums d beibehält, und
- c. wobei die Ein-Periode den Strom von zusätzlichem polykristallinen Silizium mit einer Fließgeschwindigkeit f für eine Zeitdauer t_{on} umfaßt, und die Aus-Periode den Strom von zusätzlichem polykristallinen Silizium durch die Beschickungsvorrichtung für eine Zeitdauer t_{off} unterbricht.

36. Verfahren gemäß Anspruch 35, wobei w etwa 15 Gew.-% bis etwa 40 Gew.-% der Siliziumschmelze beträgt.

37. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 oder 36, wobei die Grenzfläche zwischen dem nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums annähernd equidistant von der Mitte des nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums und annähernd equidistant von der inneren Wand des Tiegels ist.

38. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 37, wobei das polykristalline Silizium und das zusätzliche polykristalline Silizium, welches in den Tiegel beschickt wird, granuläres polykristallines Silizium sind.

39. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 38, wobei d von etwa 65% bis etwa 85% von D reicht.

40. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 39, wobei r von etwa 1 Upm bis etwa 5 Upm reicht.

41. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 40, wobei F von etwa 5 g/s bis etwa 35 g/s reicht.

42. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 41, wobei t_{on} von etwa 2 Sekunden bis etwa 10 Sekunden reicht.

43. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 42, wobei t_{off} mindestens etwa 5 Sekunden beträgt.

44. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 43, wobei die Beschickungsvorrichtung das granuläre polykristalline Silizium auf einen Anteil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums richtet.

45. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 35 bis 44, wobei der Anteil des ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Siliziums, worauf das granuläre polykristalline Silizium beschickt wird, ein Keil ist, der sich radial nach außen von etwa der Mitte zu der Grenzfläche zwischen dem nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium und der oberen Oberfläche des geschmolzenen Siliziums erstreckt.

46. Verfahren gemäß Anspruch 45, wobei der Keil einen Keilwinkel aufweist, der weniger als etwa 180° beträgt.

47. Verfahren gemäß Anspruch 45, wobei der Keil einen Keilwinkel aufweist, der von etwa 40° bis etwa 72° reicht.

48. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 45 bis 47, wobei jeder Keil auf dem ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium im wesentlichen nicht mit dem unmittelbar vorhergehenden Keil überlappt.

49. Verfahren gemäß Anspruch 48, wobei granuläres polykristallines Silizium auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium vor dem Wiederabscheiden von granulärem polykristallinen Silizium auf jedwedem Keil abgeschieden wird.

50. Verfahren gemäß Anspruch 49, wobei jeder nachfolgende Keil angrenzend an den unmittelbar vorhergehenden Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden wird.

51. Verfahren gemäß Anspruch 49, wobei jeder nachfolgende Keil angrenzend an den unmittelbar vorhergehenden Keil und folgend mindestens einer Rotation des Tiegels nach dem unmittelbar vorhergehenden Keil abgeschieden wird.

52. Verfahren gemäß Anspruch 49, wobei jeder nachfolgende Keil nahezu entgegengesetzt zu dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und innerhalb einer Rotation des Tiegels nach dem zweitletzten Keil abgeschieden wird.

53. Verfahren gemäß Anspruch 49, wobei jeder nachfolgende Keil nahezu entgegengesetzt zu dem unmittelbar vorhergehenden Keil und angrenzend an den zweitletzten Keil und folgend mindestens einer Rotation nach dem zweitletzten Keil abgeschieden wird.

54. Verfahren gemäß Anspruch 48, wobei granuläres polykristallines Silizium auf einem Keil vor dem Abscheiden von granulärem polykristallinen Silizium auf dem gesamten ausgesetzten nicht-geschmolzenen polykristallinen Silizium wiederabgeschieden wird.

55. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 54, weiter umfassend das Ziehen eines Einkristall-Siliziumblocks durch das Czochralski-Verfahrens aus der Siliziumschmelze in dem Tiegel.

Es folgen 5 Blatt Zeichnungen

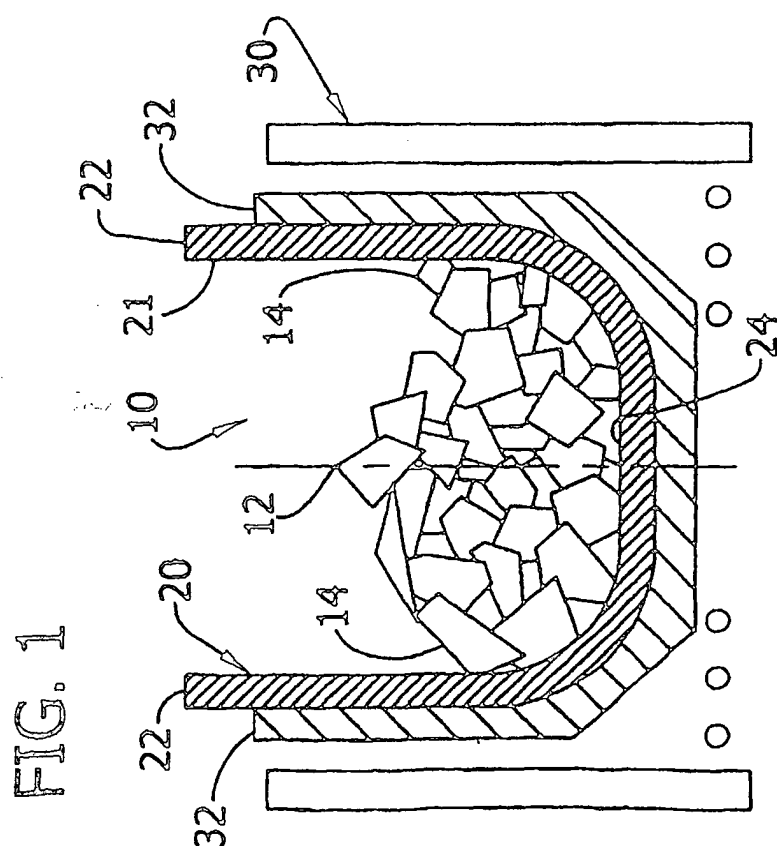
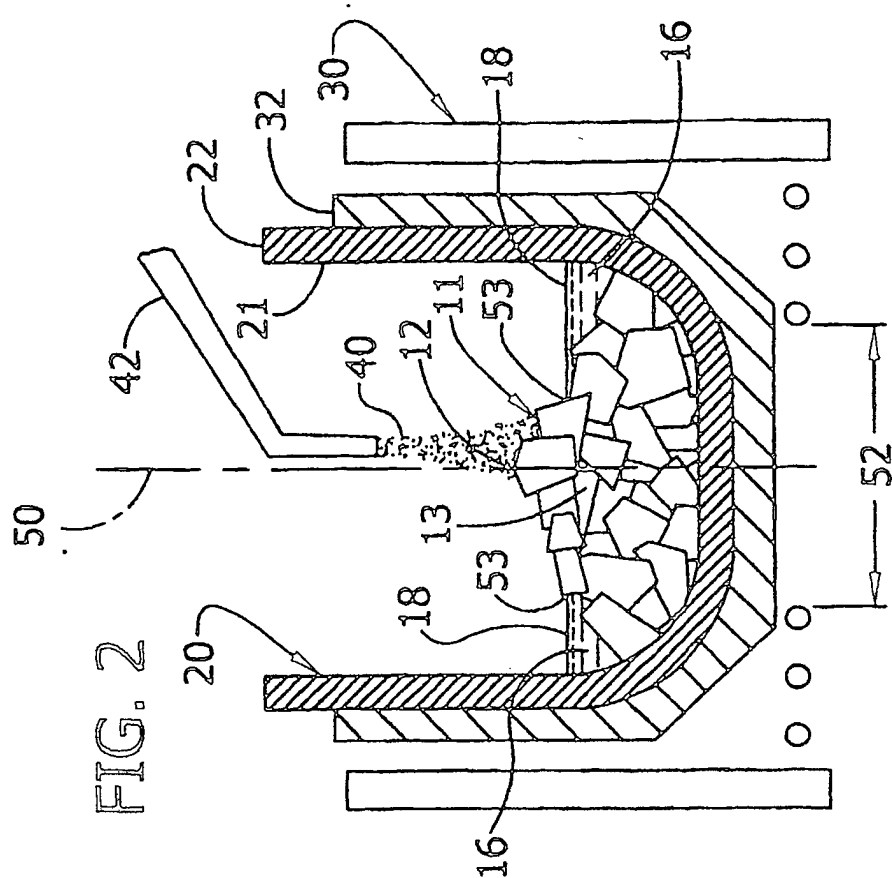


FIG. 4

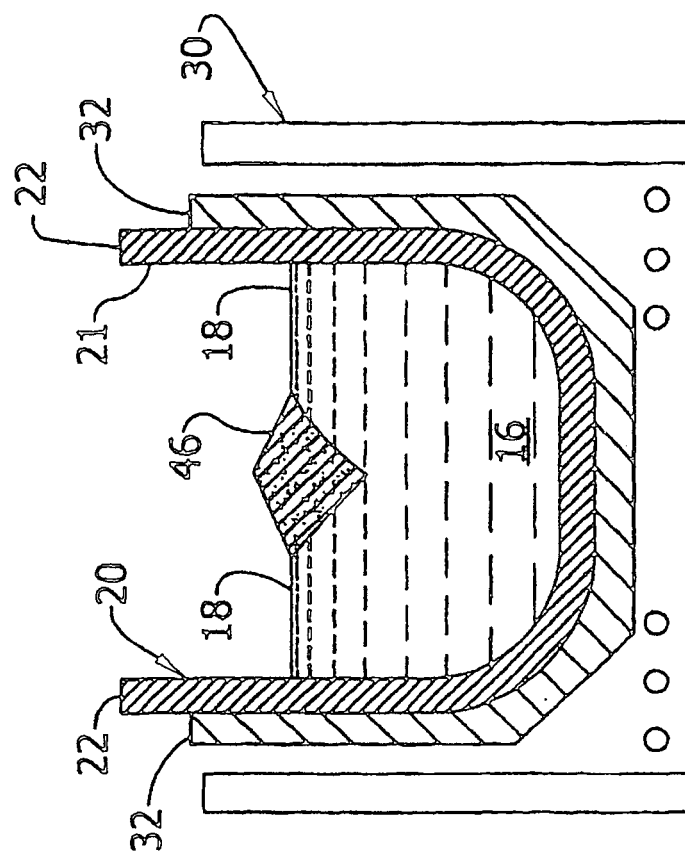
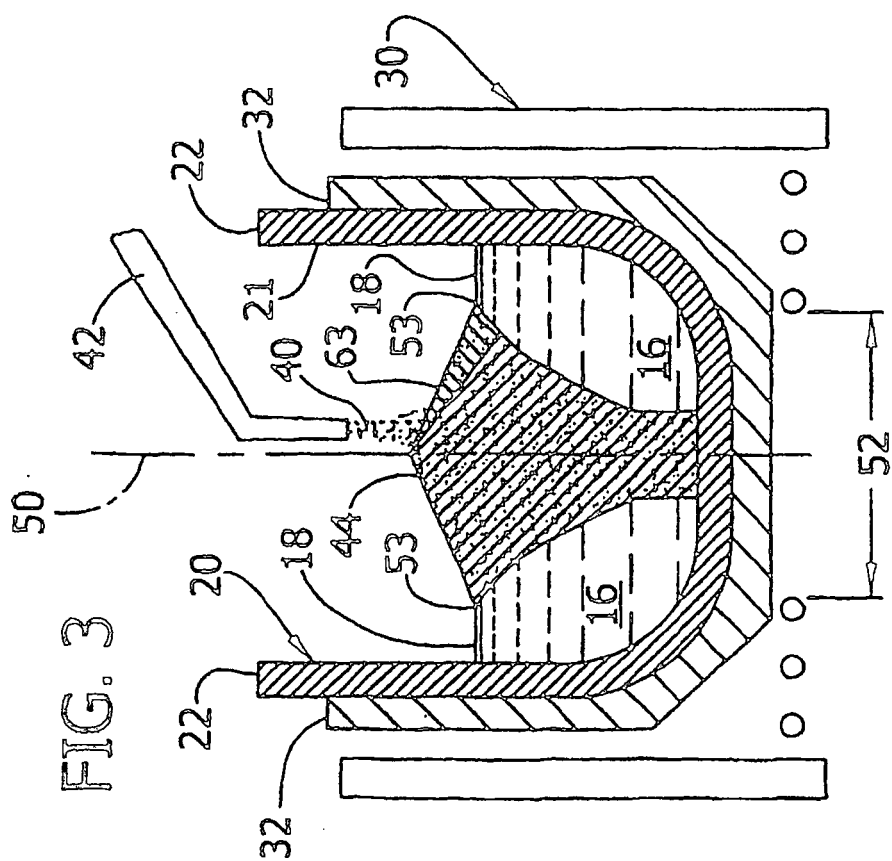
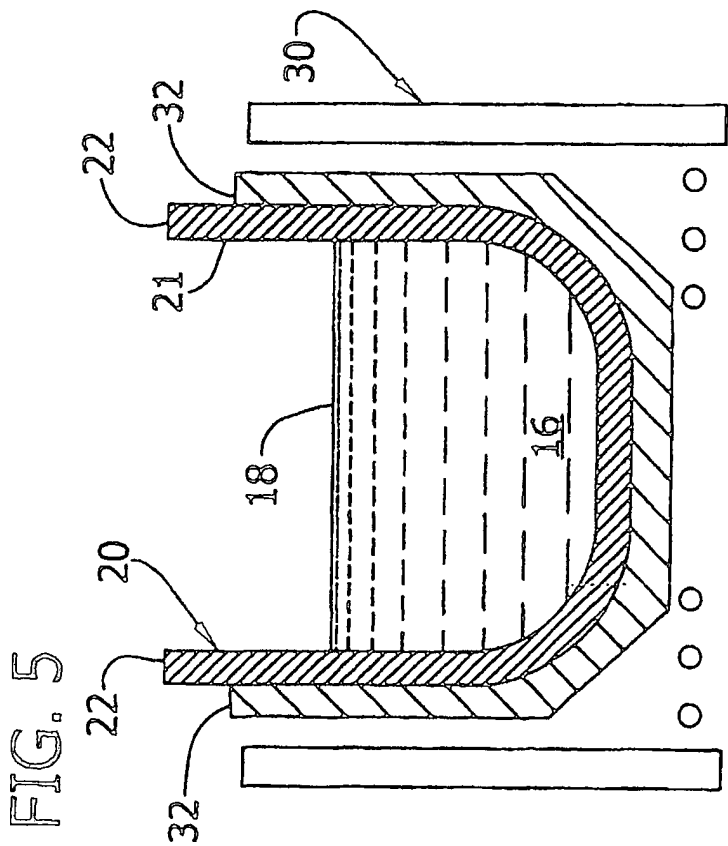
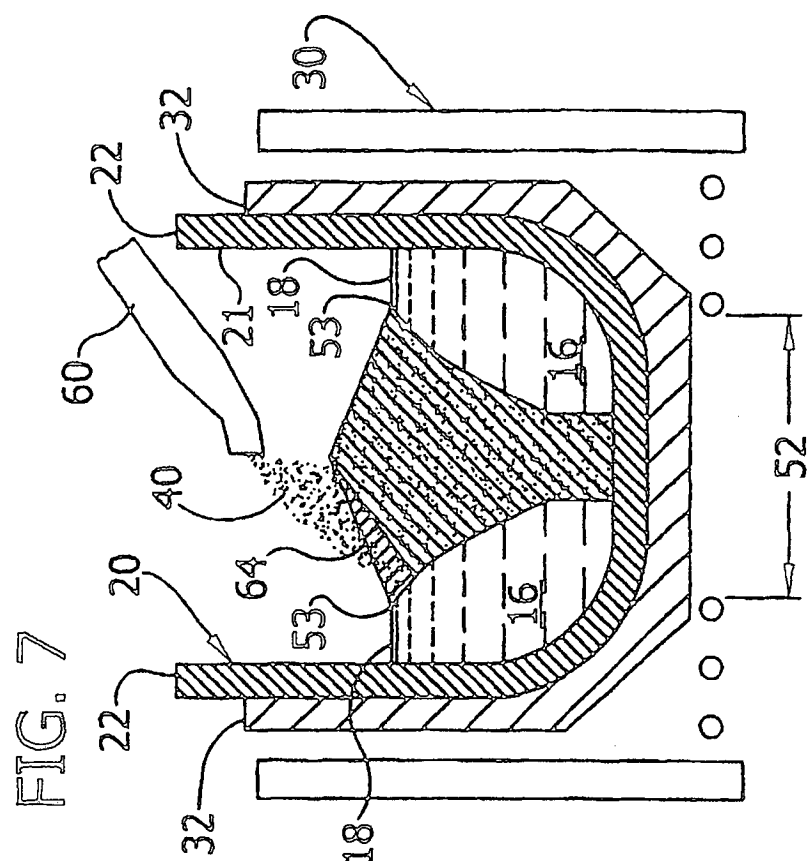


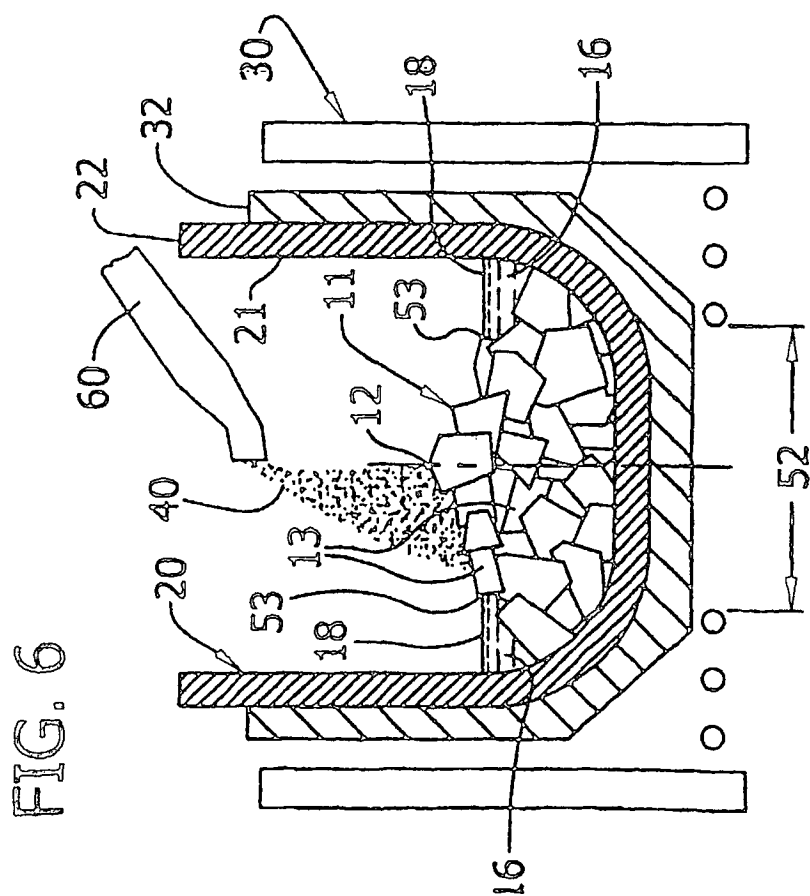
FIG. 3







761



6511

FIG. 8A

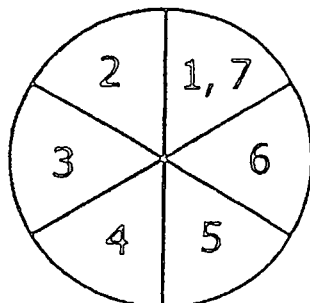


FIG. 8B

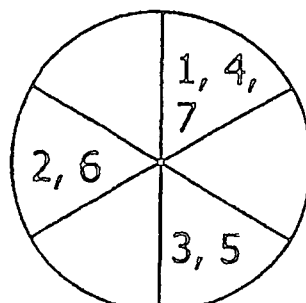


FIG. 8C

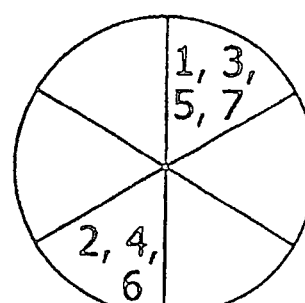


FIG. 9A

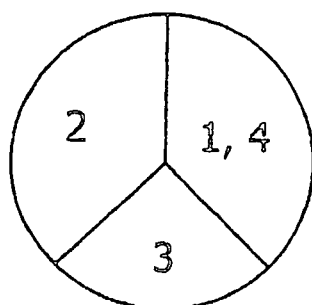


FIG. 9B

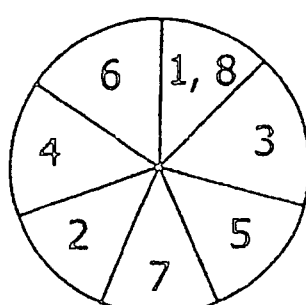


FIG. 9C

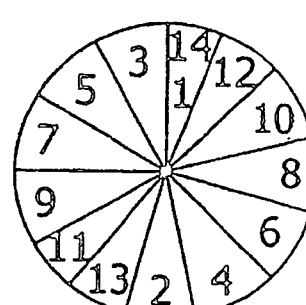


FIG. 10

