

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
31. März 2016 (31.03.2016)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2016/046058 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C01B 33/035 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2015/071334

(22) Internationales Anmeldedatum:
17. September 2015 (17.09.2015)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2014 219 174.2
23. September 2014 (23.09.2014) DE

(71) Anmelder: **WACKER CHEMIE AG** [DE/DE]; Hamns-
Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(72) Erfinder: **KERSCHER, Michael**; Rosenstraße 8, 84508
Burgkirchen (DE). **VIETZ, Matthias**; Johann-Strauß-Str.
4, 5230 Mattighofen (AT).

(74) Anwälte: **POTTEN, Holger** et al.; Wacker Chemie AG,
Hanns-Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,

AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW,
BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,
DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM,
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM,
ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST,
SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG,
KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH,
CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE,
IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO,
RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)

(54) Title: **ROUNDED POLYSILICON FRAGMENTS AND PRODUCTION THEREOF**

(54) Bezeichnung : **VERRUNDETER POLYSILICIUMBRUCH UND DESSEN HERSTELLUNG**

(57) Abstract: The invention relates to polysilicon fragments, containing fragment pieces having a size of more than 5mm, wherein, for at least 90% of said fragments, a piercing force of more than 2.0 N is required such that the fragments can pierce a film made of PE-LD having a thickness of 290 µm. The invention also relates to a method for the production thereof.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der Erfindung ist Polysiliciumbruch, enthaltend Bruchstücke einer Größe von mehr als 5 mm, wobei für mindestens 90% dieser Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr als 2,0 N nötig ist, damit das Bruchstücke eine Folie aus PE-LD mit einer Dicke von 290 µm durchstoßen kann, sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung.



WO 2016/046058 A1

Verrundeter Polysiliciumbruch und dessen Herstellung

Gegenstand der Erfindung ist verrundeter Polysiliciumbruch und ein Verfahren zu dessen Herstellung.

5

Polykristallines Silicium wird üblicherweise mittels des Siemens-Prozesses hergestellt. Dabei werden in einem glockenförmigen Reaktor (dem sog. „Siemens-Reaktor“) Dünnstäbe aus Silicium durch direkten Stromdurchgang auf Oberflächentemperaturen von 900-1200 °C erhitzt und ein Reaktionsgas enthaltend eine Silicium enthaltende
10 Komponente, insbesondere ein Halogensilan, und Wasserstoff über Einlassdüsen eingeleitet. Dabei zersetzen sich die Halogensilane an der Oberfläche der Dünnstäbe. Dabei scheidet sich elementares Silicium aus der Gasphase auf den Dünnstäben ab. Die Siliciumstäbe werden dabei im Reaktor von speziellen Elektroden gehalten, die in der Regel aus hochreinem Elektrographit bestehen. Jeweils zwei Dünnstäbe mit
15 unterschiedlicher Spannungspolung an den Elektrodenhalterungen sind am anderen Dünnstabende mit einer Brücke zu einem geschlossenen Stromkreis verbunden. Über die Elektroden und deren Elektrodenhalterungen wird elektrische Energie zur Beheizung der Dünnstäbe zugeführt.

20 Während der Abscheidung wächst der Durchmesser der Dünnstäbe. Gleichzeitig wächst die Elektrode, beginnend an ihrer Spitze, in den Stabfuß der Siliciumstäbe ein. Als Werkstoff für die Elektroden wird hauptsächlich Graphit verwendet, da Graphit in sehr hoher Reinheit zur Verfügung steht und bei Abscheidebedingungen chemisch inert ist. Weiterhin hat Graphit einen sehr geringen spezifischen elektrischen
25 Widerstand.

Nach dem Erreichen eines gewünschten Solldurchmessers der Siliciumstäbe wird der Abscheideprozess beendet, die glühenden Siliciumstäbe abgekühlt und ausgebaut.

30 Anschließend werden die erhaltenen, U-förmigen Stabpaare aus Polysilicium üblicherweise elektroden- und brückenseitig abgelängt und zu Bruchstücken zerkleinert. Die Zerkleinerung erfolgt mittels eines Brechers, z.B. mit einem

Backenbrecher. Ein solcher Brecher ist beispielsweise beschrieben in EP 338 682 A2. Gegebenenfalls erfolgt zuvor eine Vorzerkleinerung mittels eines Hammers.

Polykristallines Silicium (kurz: Polysilicium) dient als Ausgangsmaterial bei der
5 Herstellung von einkristallinem Silicium mittels Tiegelziehen (Czochralski- oder CZ-Verfahren) oder mittels Zonenschmelzen (Floatzone oder FZ-Verfahren). Dieses einkristalline Silicium wird in Scheiben (Wafer) zertrennt und nach einer Vielzahl von mechanischen, chemischen und chemo-mechanischen Bearbeitungen in der Halbleiterindustrie zur Fertigung von elektronischen Bauelementen (Chips)
10 verwendet.

Insbesondere wird aber polykristallines Silicium in verstärktem Maße zur Herstellung von ein- oder multikristallinem Silicium mittels Zieh- oder Gieß-Verfahren benötigt, wobei dieses ein- oder multikristalline Silicium zur Fertigung von Solarzellen für die
15 Photovoltaik dient.

Nach dem Brechen der sprödharten Siliciumstäbe entstehen Bruchstücke mit scharfkantigen Oberflächen.

20 Die leicht abbrechenden, scharfen Kanten, führen bei weiterem Fördern des Materials zu starker Nachzerkleinerung und damit zur Entstehung unerwünschten Feinanteils im Verpackungsbeutel.

Außerdem können diese scharfen Kanten beim Verpacken der Bruchstücke in PE-
25 Beutel zu Durchstoßungen und damit zu einer Kontamination des hochreinen Materials führen.

Bei manuellem Handling besteht durch die scharfen Kanten erhöhte Verletzungsgefahr, es kommt leicht zu Stich- und Schnittverletzungen.

30

Für manche Anwendungen ist es vorteilhaft, die Bruchstücke einer nasschemischen Reinigung zu unterziehen, z.B. um metallische Fremdatome, mit denen das polykristalline Silicium durch die Brechwerkzeuge kontaminiert wurde, zu entfernen.

Auch bei einer solchen nasschemischen Reinigung resultieren durch die scharfen Kanten der Bruchstücke Nachteile:

- ein hoher Säureverbrauch für materialabtragende Behandlungen,
 - 5 - eine hohe Säureverschleppung durch den oberflächlich anhaftenden Säurefilm beim Umsetzen des Siliciumbruchs in ein Spülbad mit einer einhergehenden Kontamination des Spülwassers, und
 - ein Hinterätzen der Bruchkanten.
- 10 In US 6375011 B1 wurde ein Verfahren zur Förderung von Siliciumbruch vorgeschlagen, bei dem die Siliciumbruchstücke über eine aus Reinstsilicium gefertigte Förderfläche eines Schwingförderers geführt wird.

Dabei werden scharfkantige Siliciumbruchstücke verrundet, wenn sie auf der
15 schwingenden Förderfläche eines Schwingförderers gefördert werden. Die spezifischen Oberflächen der Siliciumbruchstücke werden reduziert, oberflächlich anhaftende Kontaminationen werden abgeschliffen.

Es hat sich jedoch gezeigt, dass es während des Betriebs von derartigen
20 Schwingfördereinheiten zur Lockerung und sogar zum Bruch der Silicium-Auskleidung der Förderfläche kommen kann. Weiterhin besteht dadurch auch die Gefahr der Produktkontamination während der Förderung.

Zudem werden die Bruchstücke durch das beschriebene Verfahren nur einseitig
25 verrundet.

Aus der beschriebenen Problematik ergab sich die Aufgabenstellung der Erfindung.

Die Aufgabe der Erfindung wird gelöst durch Polysiliciumbruch, enthaltend
30 Bruchstücke einer Größe von mehr als 5 mm, wobei für mindestens 90% dieser Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr als 2,0 N nötig ist, damit das Bruchstück eine Folie aus PE-LD mit einer Dicke von 290 µm durchstoßen kann.

Bei PE-LD handelt es sich um Polyethylen mit stark verzweigten Polymerketten und daher mit niedriger Dichte von $0,915 \text{ g/cm}^3$ bis $0,935 \text{ g/cm}^3$. „LD“ steht für „Low density“.

5 Vorzugweise ist für mindestens 90% der Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr als 5,0 N, besonders bevorzugt von mehr als 8,0 N nötig, damit das Bruchstück die Folie durchstoßen kann. Diese hohen Durchstoßkräfte sind darauf zurückzuführen, dass die Bruchstücke weitgehend verrundet sind.

10 Die Bestimmung der Durchstoßkraft ist angelehnt an DIN EN 14477.

Diese Norm beschreibt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Durchstoßfestigkeit eines flexiblen Packstoffes, also z.B. eine PE-Folie. Eine Prüfprobe des flexiblen Packstoffes wird in einem Probenhalter befestigt. Ein Messfühler durchstößt die
15 Prüfprobe mit einer konstanten Geschwindigkeit. Die zum Durchstoßen notwendige Kraft und Dehnung werden aufgezeichnet.

Gemäß der vorliegenden Erfindung dient ein polykristallines Siliciumbruchstück als Messfühler. Das Bruchstück wird in eine Spannvorrichtung eingespannt und
20 durchstößt die Folie mit einer konstanten Geschwindigkeit. Die benötigte Durchstoßkraft wird aufgezeichnet.

Um die minimale Durchstoßkraft zu ermitteln, wird das Bruchstück gedreht und in einer anderen Position erneut in die Spannvorrichtung eingespannt, woraufhin in
25 dieser Position die Durchstoßkraft bestimmt wird. Dies wird mehrfach wiederholt. Auf diese Art und Weise wird für verschiedenen Seiten/ Kanten/ Spitzen des Bruchstücks die Durchstoßkraft bestimmt.

Anschließend wird das Minimum der gemessenen Durchstoßkräfte dem Bruchstück zugeordnet.

30

Durch eine geeignete Spannvorrichtung wird sichergestellt, dass sich die Eigenschaften des Bruchstücks durch das mehrmalige Einspannen nicht verändern.

Es ist zu bevorzugen, für alle Messungen der Durchstoßkraft eine Normfolie zu verwenden, die folgenden Eigenschaften genügt:

- PE-LD mit einer Dichte von $0,9 \text{ g/cm}^3$ und einem Melt-Flow-Index von 0,26 g/10min (Prüftemperatur 190°C / Prüflast 2,16 kg, nach ISO 1133)

Der Melt-Flow-Index nach ISO 1133 wird mittels eines Kapillarrheometers ermittelt, wobei das Material in einem beheizbaren Zylinder aufgeschmolzen und unter einem durch die Auflagelast entstehenden Druck durch eine definierte Düse (Kapillare) gedrückt wird. Ermittelt wird das austretende Volumen bzw. Masse der Polymerschmelze (des sogenannten Extrudats) als Funktion der Zeit.

- 290 μm Dicke $\pm 5\%$ (nach ISO 5493 bzw. DIN 53370)

Die Dicke wird in einer Linie in der Mitte des Probestreifens an mindestens 10 Prüfpunkten über die gesamte Länge verteilt (Abstand max. 20 cm) gemessen und der arithmetische Mittelwert bestimmt.

- Durchstichfestigkeit (nach DIN EN 14477) von 5,5 N $\pm 10\%$

Mit dem Versuch nach EN 14477 wird die Durchstichfestigkeit gegenüber einer Spitze mit 0,8 mm Durchmesser gemessen. Dieser Versuch ist auch als „Parker-Pen-Test“ bekannt.

- Folienzugspannung (nach DIN EN ISO 527-3) bei 15% Dehnung in Längsrichtung von 7 MPa, in Querrichtung 9 MPa, max. Abweichungen jeweils $\pm 5\%$

- Folienbruchspannung (nach DIN EN ISO 527-3) in Längs- und Querrichtung von 10 MPa $\pm 5\%$

In der DIN EN ISO 527-3 ist beschrieben, wie die Folienzug- und Folienbruchspannung zu bestimmen sind. Es kommt der Prüfkörpertyp 2 (Streifenprobe) zum Einsatz. Dabei ist ein streifenförmiger Probekörper aus der Folie

auszuschneiden oder auszustanzen, der eine Breite von 15 mm und eine Länge von mindestens 150 mm aufweist, sowie zwei parallele Messmarken in einem Abstand von 50 mm auf der Mitte des Probekörpers anzubringen.

- 5 Die Aufgabe der Erfindung wird auch gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von Polysiliciumbruch umfassend

Abscheidung von polykristallinem Silicium auf einem in einem CVD-Reaktor befindlichen Trägerkörper, der durch direkten Stromdurchgang auf eine Temperatur aufgeheizt wird, bei der sich polykristallines Silicium auf dem Trägerkörper

- 10 abscheidet, wodurch ein polykristalliner Siliciumstab entsteht;

Ausbau des polykristallinen Siliciumstabes aus dem Reaktor;

Zerkleinerung des polykristallinen Siliciumstabes zu polykristallinen Siliciumbruchstücken;

- 15 Einbringen der polykristallinen Siliciumbruchstücke in ein Rohr mit einer Länge von größer oder gleich 0,3 m, durch das die polykristallinen Siliciumbruchstücke fallen, wobei sie während ihrer Bewegung durch das Rohr aneinander stoßen und verrundet werden.

Das polykristalline Silicium wird vorzugsweise an erhitzten Silicium-

- 20 Dünnstäben(Trägerkörper) abgeschieden, wobei als Reaktionsgas eine Silicium enthaltende Komponente und Wasserstoff verwendet werden (Siemens-Prozess). Vorzugsweise handelt es sich bei der Silicium enthaltenden Komponente um ein Chlorsilan, besonders bevorzugt um Trichlorsilan. Die Abscheidung erfolgt gemäß Stand der Technik, wobei z. B. auf WO 2009/047107 A2 verwiesen wird.

25

Nach der Abscheidung und dem Ausbau des polykristallinen Siliciumstabes aus dem Reaktor wird der polykristalline Siliciumstab zu Bruchstücken zerkleinert.

Vorzugsweise erfolgt zunächst eine Vorzerkleinerung des Polysiliciumstabs. Dazu

- 30 wird ein Hammer aus einem abriebarmen Werkstoff, z.B. Hartmetall verwendet. Das Vorzerkleinern erfolgt auf einem Arbeitstisch mit einer Oberfläche, die vorzugsweise aus verschleißarmem Kunststoff oder aus Silicium besteht.

Anschließend erfolgt vorzugsweise eine Zerkleinerung des vorzerkleinerten Polysiliciums auf die gewünschte Zielgröße.

Die Zerkleinerung erfolgt vorzugsweise mittels eines Brechers, z.B. mit einem
5 Backenbrecher. Ein solcher Brecher ist beispielsweise beschrieben in EP 338 682 A2.

Anschließend wird das gebrochene Silicium ggf. mittels eines mechanischen Siebs in die Bruchgrößen klassifiziert.

10 Die Verrundung der polykristallinen Siliciumbruchstücke erfolgt in einer Fallstrecke in Form eines Rohres.

Dazu wird vorzugsweise ein Rohr mit annähernd rechteckigem Querschnitt verwendet. Andere Rohrquerschnitte sind ebenfalls möglich.

15 Das Rohr besteht vorzugsweise aus einem verschleiß- und kontaminationsarmen Material, z. B. aus Hartmetall, Keramik, verschleißarmem Kunststoff oder aus Silicium.

Die Innenmaße des Rohres mit rechteckigem Querschnitt betragen vorzugsweise 20
20 cm x 30 cm. Die maximale mittels des Verfahrens zu verrundende Bruchstückgröße beträgt dann etwa 30 cm. Für größere Bruchstücke müsste ein größeres Rohr verwendet werden.

Das Rohr steht vorzugsweise senkrecht oder nahezu senkrecht.

25 Das Rohr kann in Rotation versetzt werden, während die Bruchstücke in das Rohr eingebracht werden und sich durch dieses bewegen.

Falls ein rotierendes Rohr zum Einsatz kommt, kann das Rohr gegen die Vertikale
30 geneigt sein.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Bruchstücke in einer so geringen Menge durch das Rohr gefördert werden, dass es nicht zu Verklemmungen kommt. Jedoch

sollte andererseits auch gewährleistet werden, dass ein konstanter Materialstrom gegeben ist, so dass sich die Bruchstücke gegenseitig ausreichend verrunden können. Anhand weniger orientierender Versuche kann für jede Bruchstückgrößenklasse eine optimale Dosiermenge ermittelt werden, die Verklemmungen
5 vermeidet und zu ausreichend verrundeten Bruchstücken führt. Alternativ kann aber auch die Länge des Rohrs erhöht werden.

Die Bruchstücke werden im einfachsten Fall über eine Abwurfkante in das Rohr gegeben. Unter dem Rohr ist ein geeigneter Auffangbehälter vorgesehen.
10 Vorzugweise besteht ein möglichst geringer Abstand zwischen Boden des Auffangbehälters und dem Rohrende, um die Fallhöhe für die Bruchstücke möglichst gering zu halten.

Während des Fallens stoßen die Bruchstücke aneinander und verrunden allseitig sehr
15 stark. Teilweise stoßen die Bruchstücke auch an die Rohrwandung.

Durch Verlängerung des Rohres ist eine noch stärkere Verrundung möglich, wie auch in den Beispielen gezeigt wird.

20 Vorzugweise beträgt die Länge des Rohrs mindestens 1 m.

Überraschenderweise ist die Verrundung jedoch bereits bei einer Länge $l = 0,3$ m deutlich besser als beim Verfahren nach US 6375011 B1.

25 Das Verfahren führt zu einer reproduzierbaren Verrundung von Bruchstücken mit wirtschaftlichen Vorteilen.

Die bezüglich der vorstehend aufgeführten Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens angegebenen Merkmale können entweder separat
30 oder in Kombination als Ausführungsformen der Erfindung verwirklicht werden. Weiterhin können sie vorteilhafte Ausführungen beschreiben, die selbstständig schutzfähig sind.

Beispiele

Zu Vergleichszwecken wurden Bruchstücke ohne weitere mechanische Behandlung bzw. Verrundung sowie Bruchstücke, die gemäß US 6375011 B1 verrundet wurden,
5 untersucht.

Als erfindungsgemäße Beispiele wurden Bruchstücke in einem senkrecht stehenden, 0,3 m langen Rohr bzw. in einem senkrecht stehenden, 1,5 m langen Rohr verrundet.

10 Die für den Versuch verwendeten Bruchstücke haben eine maximale Ausdehnung im Bereich 70-90mm sowie ein Gewicht im Bereich 100-300g.

Somit wurden folgenden vier Gruppen von Bruchstücken untersucht:

- 15 **A.** unbehandelter / unverrundeter Bruch
- B.** Bruch nach US 6375011 B1
- C.** Erfindungsgemäßer Bruch mit $l = 0,3 \text{ m}$
- D.** Erfindungsgemäßer Bruch mit $l = 1,5 \text{ m}$

20 Von jeweils 20 Bruchstücken aus diesen Gruppen wurde jeweils die minimale Durchstoßkraft an einer Normfolie bestimmt.

Die Ergebnisse sind in der **Tabelle 1** dargestellt. Es ist jeweils die minimale Durchstoßkraft für 20 untersuchte Bruchstücke angegeben sowie der sich daraus
25 ergebende Mittelwert und das 10%-Quantil.

Beim unbehandelten Bruch **A** zeigt sich, dass bei 20 von 20 untersuchten Bruchstücken, also bei 100% der Bruchstücke die Durchstoßkraft kleiner oder gleich 2,0 N beträgt. Der Mittelwert beträgt 0,7 N, das 10%-Quantil 0,4 N.

Tabelle 1

	A	B	C	D
Bruchstück Nr.	minimale Kraft [N]	minimale Kraft [N]	minimale Kraft [N]	minimale Kraft [N]
1	0,4	1,0	3,2	8,7
2	0,7	1,8	3,3	8,2
3	0,9	1,7	2,1	9,0
4	0,8	2,3	3,3	9,7
5	0,3	1,6	2,8	7,6
6	0,5	2,1	3,2	8,0
7	0,9	1,6	2,3	9,1
8	0,4	1,0	2,5	4,0
9	0,6	1,9	2,6	8,9
10	0,7	2,0	2,0	5,9
11	0,9	2,2	2,8	9,3
12	1,1	1,2	3,5	10,0
13	0,8	1,7	3,6	9,5
14	0,8	1,0	3,7	10,8
15	0,5	1,4	3,4	8,6
16	0,8	1,6	2,7	6,5
17	1,0	1,5	2,3	4,4
18	0,4	1,2	2,7	7,8
19	1,0	1,2	2,8	8,3
20	0,9	2,2	1,8	8,4
Mittelwert	0,7	1,6	2,8	8,1
10%-Quantil	0,4	1,0	2,1	5,8

Beim nach US 6375011 B1 behandelten Bruch **B** zeigt sich, dass bei 16 von 20 untersuchten Bruchstücken, also bei 80% der Bruchstücke die Durchstoßkraft kleiner oder gleich 2,0 N beträgt. Nur 20% der Bruchstücke weisen eine Durchstoßkraft von größer als 2,0 N auf. Der Mittelwert beträgt 1,6 N, das 10%-Quantil 1,0 N.

5

Beim erfindungsgemäßen Bruch **C** mit Rohrlänge $l = 0,3$ m ergibt sich, dass nur bei 2 von 20 untersuchten Bruchstücken, also bei 10% der Bruchstücke die Durchstoßkraft kleiner oder gleich 2,0 N beträgt. Bei 90% der Bruchstücke beträgt die Durchstoßkraft größer als 2,0 N. Der Mittelwert beträgt 2,8 N, das 10%-Quantil 2,1 N.

10

Beim erfindungsgemäßen Bruch **D** mit Rohrlänge $l = 1,5$ m ergibt sich, dass bei keinem der 20 untersuchten Bruchstücke die Durchstoßkraft kleiner oder gleich 2,0 N beträgt. Bei allen Bruchstücken beträgt die Durchstoßkraft mindestens 4,0 N. Der Mittelwert beträgt 8,1 N, das 10%-Quantil 5,8 N.

15

Die vorstehende Beschreibung beispielhafter Ausführungsformen ist exemplarisch zu verstehen. Die damit erfolgte Offenbarung ermöglicht es dem Fachmann einerseits, die vorliegende Erfindung und die damit verbundenen Vorteile zu verstehen, und umfasst andererseits im Verständnis des Fachmanns auch offensichtliche

20

Abänderungen und Modifikationen der beschriebenen Strukturen und Verfahren. Daher sollen alle derartigen Abänderungen und Modifikationen sowie Äquivalente durch den Schutzbereich der Ansprüche abgedeckt sein.

Patentansprüche

1. Polysiliciumbbruch, enthaltend Bruchstücke einer Größe von mehr als 5 mm, wobei für mindestens 90% dieser Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr
5 als 2,0 N nötig ist, damit das Bruchstück eine Folie aus PE-LD mit einer Dicke von 290 µm durchstoßen kann.
2. Polysiliciumbbruch nach Anspruch 1, wobei für mindestens 90% der Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr als 5,0 N nötig ist, damit das
10 Bruchstück die Folie durchstoßen kann.
3. Polysiliciumbbruch nach Anspruch 2, wobei für mindestens 90% der Bruchstücke jeweils eine Durchstoßkraft von mehr als 8,0 N nötig ist, damit das Bruchstück die Folie durchstoßen kann.
15
4. Polysiliciumbbruch nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Folie folgenden Bedingungen genügt:
 - PE-LD mit einer Dichte von 0,9 g/cm³ und einem Melt-Flow-Index von 0,26 g/10min (190 °C / 2,16 kg) (nach ISO 1133);
 - 20 - 290 µm Dicke +/- 5% (nach ISO 5493);
 - Durchstichfestigkeit (nach DIN EN 14477) von 5,5 N +/- 10%;
 - Folienzugspannung (nach DIN EN ISO 527-3) bei 15% Dehnung in Längsrichtung von 7 MPa, in Querrichtung 9 MPa, max. Abweichungen jeweils +/- 5%;
 - Folienbruchspannung (nach DIN EN ISO 527-3) in Längs- und Querrichtung von 10
25 MPa +/-5%.
5. Verfahren zur Herstellung von Polysiliciumbbruch umfassend
Abscheidung von polykristallinem Silicium auf einem in einem CVD-Reaktor befindlichen Trägerkörper, der durch direkten Stromdurchgang auf eine Temperatur
30 aufgeheizt wird, bei der sich polykristallines Silicium auf dem Trägerkörper abscheidet, wodurch ein polykristalliner Siliciumstab entsteht;
Ausbau des polykristallinen Siliciumstabes aus dem Reaktor;
Zerkleinerung des polykristallinen Siliciumstabes zu polykristallinen

Siliciumbruchstücken;

Einbringen der polykristallinen Siliciumbruchstücke in ein Rohr mit einer Länge von größer oder gleich 0,3 m, durch das die polykristallinen Siliciumbruchstücke fallen, wobei sie während ihrer Bewegung durch das Rohr aneinander stoßen und verrundet werden.

6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei das Rohr einen rechteckigen Querschnitt aufweist.

7. Verfahren nach Anspruch 5 oder nach Anspruch 6, wobei das Rohr einen Querschnitt von 20 cm x 30 cm aufweist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 7, wobei das Rohr eine Länge von mindestens 1 m aufweist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8, wobei das Rohr senkrecht oder nahezu senkrecht steht.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 9, wobei die in das Rohr eingebrachten polykristallinen Siliciumbruchstücke eine Größe von mehr als 5 mm bis 300 mm aufweisen.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/071334

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C01B33/035
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 10 2007 027110 A1 (WACKER CHEMIE AG [DE]) 18 December 2008 (2008-12-18) paragraphs [0002], [0019], [0034] - paragraph [0052]; table 3 -----	1-10
A	EP 1 334 907 A1 (WACKER CHEMIE GMBH [DE]) 13 August 2003 (2003-08-13) paragraph [0010] - paragraph [0013] -----	1-10
A	DE 10 2007 047210 A1 (WACKER CHEMIE AG [DE]) 9 April 2009 (2009-04-09) paragraph [0002] - paragraph [0009] -----	1-10
A	EP 1 043 249 A1 (WACKER CHEMIE GMBH [DE]) 11 October 2000 (2000-10-11) paragraph [0010] - paragraph [0014] -----	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 December 2015

Date of mailing of the international search report

10/12/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bomm, Jana

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/071334

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 102007027110 A1	18-12-2008	AT 508050 T	15-05-2011
		CA 2689053 A1	18-12-2008
		CN 101678905 A	24-03-2010
		DE 102007027110 A1	18-12-2008
		EP 2152588 A1	17-02-2010
		JP 2010528955 A	26-08-2010
		KR 20100018060 A	16-02-2010
		US 2010154357 A1	24-06-2010
		WO 2008151978 A1	18-12-2008

EP 1334907 A1	13-08-2003	DE 10204176 A1	14-08-2003
		EP 1334907 A1	13-08-2003
		JP 3906161 B2	18-04-2007
		JP 2003237722 A	27-08-2003
		US 2005034430 A1	17-02-2005

DE 102007047210 A1	09-04-2009	CA 2700757 A1	16-04-2009
		CN 101815671 A	25-08-2010
		DE 102007047210 A1	09-04-2009
		EP 2197787 A2	23-06-2010
		ES 2392311 T3	07-12-2012
		JP 5335797 B2	06-11-2013
		JP 2010540395 A	24-12-2010
		KR 20100065175 A	15-06-2010
		KR 20110138287 A	26-12-2011
		US 2010219380 A1	02-09-2010
		WO 2009047107 A2	16-04-2009

EP 1043249 A1	11-10-2000	DE 19914998 A1	12-10-2000
		EP 1043249 A1	11-10-2000
		JP 3493167 B2	03-02-2004
		JP 2000313513 A	14-11-2000
		US 6375011 B1	23-04-2002

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. C01B33/035
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C01B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 10 2007 027110 A1 (WACKER CHEMIE AG [DE]) 18. Dezember 2008 (2008-12-18) Absätze [0002], [0019], [0034] - Absatz [0052]; Tabelle 3 -----	1-10
A	EP 1 334 907 A1 (WACKER CHEMIE GMBH [DE]) 13. August 2003 (2003-08-13) Absatz [0010] - Absatz [0013] -----	1-10
A	DE 10 2007 047210 A1 (WACKER CHEMIE AG [DE]) 9. April 2009 (2009-04-09) Absatz [0002] - Absatz [0009] -----	1-10
A	EP 1 043 249 A1 (WACKER CHEMIE GMBH [DE]) 11. Oktober 2000 (2000-10-11) Absatz [0010] - Absatz [0014] -----	1-10



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. Dezember 2015

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

10/12/2015

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Bomm, Jana

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/071334

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 102007027110 A1	18-12-2008	AT 508050 T	15-05-2011
		CA 2689053 A1	18-12-2008
		CN 101678905 A	24-03-2010
		DE 102007027110 A1	18-12-2008
		EP 2152588 A1	17-02-2010
		JP 2010528955 A	26-08-2010
		KR 20100018060 A	16-02-2010
		US 2010154357 A1	24-06-2010
		WO 2008151978 A1	18-12-2008

EP 1334907 A1	13-08-2003	DE 10204176 A1	14-08-2003
		EP 1334907 A1	13-08-2003
		JP 3906161 B2	18-04-2007
		JP 2003237722 A	27-08-2003
		US 2005034430 A1	17-02-2005

DE 102007047210 A1	09-04-2009	CA 2700757 A1	16-04-2009
		CN 101815671 A	25-08-2010
		DE 102007047210 A1	09-04-2009
		EP 2197787 A2	23-06-2010
		ES 2392311 T3	07-12-2012
		JP 5335797 B2	06-11-2013
		JP 2010540395 A	24-12-2010
		KR 20100065175 A	15-06-2010
		KR 20110138287 A	26-12-2011
		US 2010219380 A1	02-09-2010
		WO 2009047107 A2	16-04-2009

EP 1043249 A1	11-10-2000	DE 19914998 A1	12-10-2000
		EP 1043249 A1	11-10-2000
		JP 3493167 B2	03-02-2004
		JP 2000313513 A	14-11-2000
		US 6375011 B1	23-04-2002
