

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

137 017

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 82 06 29 (P. 237160)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 01 02

Opis patentowy opublikowano: 1987 06 30

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Warszawa

Int. Cl.³ C01B 33/02

Twórcy wynalazku: Teresa Zych, Stanisław Ludwiczak, Władysław Łabuz,
Roman Jezior, Andrzej Kasznia, Henryk Bernady,
Krystyna Łabuz, Wiktoria Mazur, Jan Boruta, Józef
Gwizdak, Tadeusz Witek

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. F.Dzierżyńskiego, Tarnów /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA PRĘTÓW KRZEMU POLIKRYSTALICZNEGO

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania prętów krzemu polikrystalicznego na drodze redukcji wodorem związku zawierającego krzem w piecach redukcyjnych.

Piece redukcyjne mają postać gazoszczelnej komory wykonanej z metalu lub kwarcu. W dnie komory pieca umieszczone są elektrody, w których końcówkach zamocowane są krzemowe pręty osadczce. Pręty te grzane oporowo osięgają temperaturę 1000-1200°C. Przez komorę płynie mieszanina związku zawierającego krzem np. trójchlorosilanu i wodoru. Na powierzchni prętów osadczczych wydzielą się zredukowany krzem. W zależności od typu pieca i wymaganej końcowej grubości prętów krzemu polikrystalicznego proces trwa od 50 do 500 godzin.

Przebieg i rodzaj reakcji zachodzących w komorze pieca redukcyjnego zależy od szeregu czynników, między innymi od składu mieszanki wprowadzanej do pieca, ale głównie od temperatury. Konieczna jest zatem kontrola tego parametru. Stosuje się optyczną kontrolę temperatury. W tym celu piec redukcyjny zaopatrzony jest w wzierniki. Zwykle umiejscawia się wziernik w ścianie bocznej komory pieca i w jego podstawie. Przez te wzierniki mierzona jest temperatura i wzrost prętów.

W początkowej fazie procesu różnica temperatury między powierzchnią prętów, a pozostałą przestrzenią komory pieca, głównie ścianami jest dostatecznie wysoka, aby wydzielanie krzemu odbywało się tylko na prętach. W miarę jednak wzrostu ich średnicy rośnie temperatura ścianek komory i na ich powierzchni a także na powierzchni wziernika zachodzi wydzielanie krzemu, co uniemożliwia dokonanie pomiaru temperatury.

W piecu redukcyjnym oprócz wydzielania krzemu zachodzą także inne reakcje chemiczne. Biegą one w całej objętości komory pieca, w szerokim zakresie temperatur. W ich wyniku powstają polisilany i chloropolisilany, związki które w niższych temperaturach, na przykład przy podstawie komory pieca ulegają kondensacji i pokrywają

wziernik umieszczony w podstawie pieca. Po około 150 godzinach przebiegu procesu redukcji pomiar temperatury prętów przez ten wziernik staje się niemożliwy.

Znanym na przykład z polskiego opisu patentowego nr 115 365 środkiem zaradczym jest umiejscowienie wziernika tylko w podstawie pieca z tym, że okienko wizerne umocowane jest we wprowadzonym do wnętrza komory pieca tubusie, w pewnej odległości od jego końca. Nie chroni to jednak skutecznie okienka wziernika przed utratą przejrzystości.

Stwierdzono, że niedogodności tych można uniknąć sposobem według wynalazku. Polega on na tym, że część wodoru kieruje się do pieca redukcyjnego poza strumieniem mieszaniny reakcyjnej, na wewnętrzne powierzchnie okienek wzierników. Na wziernik umieszczony w ścianie bocznej pieca kieruje się taką ilość wodoru, aby zapewnić przy powierzchni okienka wziernika obniżenie stężenia związku zawierającego krzem, wykluczające reakcję jego redukcji do krzemu. Natomiast na wziernik w podstawie pieca kieruje się wodór w takiej ilości, aby przy powierzchni okienka wziernika nie dopuścić do wykroplenia polisilanów i chloropolisilanów lub zapewnić ich odparowanie. Ustalono, że warunki te są spełnione, jeżeli na powierzchnię każdego wziernika kieruje się 1-1,5 % objętościowych całości wodoru.

P r z y k ł a d. Do pieca redukcyjnego wyposażonego w dwa wzierniki do optycznej kontroli temperatury i wzrostu prętów umieszczone w ścianie bocznej pieca i w jego podstawie, wprowadzano 5000 litrów na godzinę mieszaniny tróchlorosilanu i wodoru o składzie: 800 litrów SiHCl_3 i 4200 litrów H_2 . Osobno wprowadzono do pieca wodór kierując go na wewnętrzne powierzchnie okienek wzierników. Na każdy wziernik kierowano po 50 litrów na godzinę. Proces prowadzono przez 400 godzin. Przez cały czas, bez trudu obserwowano przez oba wzierniki wzrost prętów polikryształu krzemu i badano temperaturę procesu. Po ukończeniu procesu otrzymano pręty polikryształu krzemu o grubości 130 mm.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania prętów krzemu polikrystalicznego na drodze redukcji związku zawierającego krzem wodorem, w piecu redukcyjnym zaopatrzonym w wzierniki do optycznej kontroli przebiegu procesu, z n a m i e n n y t y m, że część wodoru kieruje się do pieca poza strumieniem mieszaniny reakcyjnej na wewnętrzne powierzchnie okienek wzierników.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że na każdy wziernik kieruje się 1 - 1,5 % objętościowych całości wodoru.