

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810215096.8

[51] Int. Cl.

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 28/14 (2006.01)

C01B 33/03 (2006.01)

[43] 公开日 2009年3月25日

[11] 公开号 CN 101392408A

[22] 申请日 2008.9.18

[21] 申请号 200810215096.8

[30] 优先权

[32] 2007.9.20 [33] JP [31] 2007-244352

[32] 2008.7.8 [33] JP [31] 2008-177980

[71] 申请人 三菱麻铁里亚尔株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 远藤俊秀 石井敏由记 坂口昌晃

畠山直纪

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 庞立志 李平英

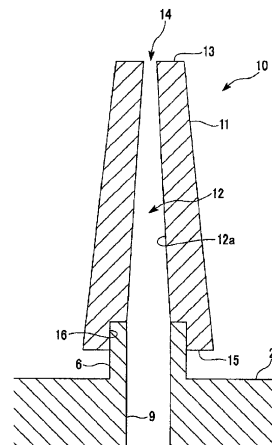
权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 4 页

[54] 发明名称

多晶硅反应炉和多晶硅的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及多晶硅反应炉和多晶硅的制备方法。该多晶硅反应炉是将设于炉内的硅芯棒进行通电加热，使供给炉内的原料气体反应，在上述硅芯棒表面生成多晶硅的多晶硅反应炉，该多晶硅反应炉具备设于炉底的原料气体供给口、和以连通状态安装在上述原料气体供给口上并向上方延伸的原料气体供给喷嘴，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，该原料气体供给喷嘴的上端设定为 -10cm 至 +5cm 范围的高度。



1. 多晶硅反应炉，该多晶硅反应炉是对设置在炉内的硅芯棒进行通电加热，使供给炉内的原料气体反应，在上述硅芯棒表面生成多晶硅的多晶硅反应炉，

该多晶硅反应炉具备设于炉底的原料气体供给口、和与上述原料气体供给口呈连通状态地安装、并向上方延伸的原料气体供给喷嘴，

以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，该原料气体供给喷嘴的上端被设定成-10 cm 至+5 cm 范围的高度。

2. 权利要求 1 的多晶硅反应炉，其中，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，上述原料气体供给喷嘴的上端被设定成-5 cm 至+1 cm 的范围的高度。

3. 权利要求 1 或 2 的多晶硅反应炉，其中，上述原料气体供给喷嘴是具有直径向着上方缩小的外周面的圆锥筒形状。

4. 权利要求 1-3 中任一项的多晶硅反应炉，其中，所述原料气体供给喷嘴具有喷嘴本体和在所述喷嘴本体前端以可装卸方式设置的喷嘴头。

5. 多晶硅的制备方法，该制备方法是将设置在多晶硅反应炉内的硅芯棒进行通电加热，

通过设于上述反应炉底的原料气体供给口、以及与上述原料气体供给口呈连通状态地安装、并向上方延伸的原料气体供给喷嘴向炉内供给原料气体，使原料气体反应，在上述硅芯棒表面生成多晶硅，

其中，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，上述原料气体供给喷嘴的上端被设定成-10 cm 至+5 cm 的范围的高度。

多晶硅反应炉和多晶硅的制备方法

技术领域

本发明涉及通过西门子法制备多晶硅时所使用的多晶硅反应炉和多晶硅的制备方法。

背景技术

作为半导体材料的高纯度多晶硅的制备方法已知有西门子法。西门子法是将含有氯硅烷和氢的混合气体的原料气体与加热的硅芯棒(籽晶)接触,使原料气体在硅芯棒表面反应,使多晶硅在其表面析出的制备方法。实施该制备方法的装置是使用在反应炉中立设有多个硅芯棒的多晶硅反应炉。通常,该硅芯棒形成上端相连的倒U字形(或 π 形),其两个下端部固定在设置于反应炉炉底的电极上。

由位于该两端的电极向硅芯棒整体通电,通过其焦耳热将硅芯棒整体加热至原料气体的加热分解温度(例如 1050°C - 1100°C 左右)。供给炉内的原料气体与所述加热的硅芯棒的表面接触,发生热分解或氢还原,在硅芯棒的表面析出多晶硅。该反应连续进行,由此可生长成棒状多晶硅(例如参照日本特许第2867306号公报)。

原料气体向多晶硅反应炉的供给通常是从炉底进行的。原料气体是从设置于炉底的原料气体供给口以向炉内的所有硅芯棒均匀扩散的方式供给的。

但是,如果原料气体直接吹向通电加热的棒状多晶硅的下部,则该部分的温度比其它部分低,在该棒状多晶硅表面析出的多晶硅的生长速度降低。结果,棒状多晶硅的下部的一部分凹陷,发生形状不良。另外,原料气体难以充分行至棒状多晶硅的上部,流动性变差。因此,在硅表面出现爆米花(popcorn)状的凹凸,发生上述形状不良。如果发生上述形状不良,则多晶硅的品质降低,导致成品率降低。

该发明是针对上述课题而进行的,其目的在于提供可稳定地向硅芯棒表面供给原料气体、可防止多晶硅形状不良的多晶硅反应炉。

发明内容

本发明的多晶硅反应炉是将设于炉内的硅芯棒通电加热，使供给炉内的原料气体反应，在上述硅芯棒表面生成多晶硅的多晶硅反应炉，在设于炉底的原料气体供给口呈连通状态地安装向上方延伸的原料气体供给喷嘴，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，该原料气体供给喷嘴的上端设置成-10 cm至+5 cm范围的高度。即，保持上述硅芯棒的电极的上端至上述原料气体供给喷嘴的上端的高度是-10 cm~+5 cm。

通过将原料气体供给喷嘴与用于将原料气体供给多晶硅反应炉内的原料气体供给口安装成连通状态，原料气体可以经由该原料气体供给喷嘴供给多晶硅反应炉内。这里，以保持硅芯棒的电极的上端为基准，如果向上方延伸的原料气体供给喷嘴的上端设定成超过+5 cm的高度，则原料气体难以供给硅芯棒的下部，因此，生成的棒状多晶硅的下部可能发生形状不良。而以电极的上端为基准，如果原料气体供给喷嘴的上端设定成小于-10 cm的高度，则原料气体难以到达炉内的上部，因此棒状多晶硅的上部容易发生形状不良。

本发明中，基于上述情况，以电极的上端为基准，原料气体供给喷嘴的上端设定成-10 cm至+5 cm范围的高度。这样，可使原料气体均匀地到达硅芯棒的上部至下部整个区域。结果，可以有效抑制生成的棒状多晶硅发生形状不良。

本发明的多晶硅反应炉中，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，优选上述原料气体供给喷嘴的上端设定成-5 cm至+1 cm范围的高度。即，优选由保持上述硅芯棒的电极的上端至上述原料气体供给喷嘴上端的高度为-5 cm~+1 cm。

本发明中，原料气体供给喷嘴的上端的高度最高时为比电极上端高1 cm左右。因此，在将硅棒（シリコンロッド）与生成的多晶硅一起从电极上取下时，所使用的操作台车的下面不会与该原料气体供给喷嘴的上端碰撞（衝突），可以顺利地进行多晶硅取出作业。并且在该作业时可以降低多晶硅与原料气体供给喷嘴碰撞的风险。另一方面，原料气体供给喷嘴的上端的高度最低时是以电极的上端为基准低5 cm左右。因此，可以将足够量的原料气体供给至炉内的上部。

并且，本发明的多晶硅反应炉中，上述原料气体供给喷嘴优选为具有随着向上方延伸直径缩小的外周面的圆锥筒形状。

原料气体供给喷嘴的外周面是直径向着上方逐渐缩小的锥状

(テーパー状)。因此可大幅减少炉内的原料气体供给喷嘴所占的体积的比例。因此，例如在从电极上取下硅棒等时，可以降低该硅棒与原料气体供给喷嘴碰撞的风险。结果可以顺利地进行作业。

在硅芯棒的表面析出的多晶硅的破碎片由上方落下时，该破碎片是沿着原料气体供给喷嘴的锥面落下。因此，可以抑制该原料气体供给喷嘴受损。并且，伴随着由原料气体供给喷嘴向炉内的上部供给的原料气体的气流，滞留在炉内下部的原料气体沿着锥面被诱导至上部。因此，可以将滞留在下部的原料气体有效地应用于多晶硅的生成。

本发明的多晶硅反应炉中，上述原料气体供给喷嘴可以具有喷嘴本体和在该喷嘴本体前端可装卸地设置的喷嘴头。

随着多晶硅的制备，在原料气体供给喷嘴的前端也会有硅的析出，使喷嘴孔径缩小，因此，在多晶硅制备结束后，要通过削刮操作等从原料气体供给喷嘴上除去硅。此时，喷嘴前端容易受损。本发明的多晶硅反应炉中，通过可装卸地设置喷嘴头，可以只更换该喷嘴头。因此可有效利用本体部分。

本发明的多晶硅的制备方法是：将设于多晶硅反应炉内的硅芯棒通电加热，通过设在上述反应炉底的原料气体供给口、以及与上述原料气体供给口安装成连通状态并向上方延伸的原料气体供给喷嘴，向炉内供给原料气体，并使该原料气体反应，在上述硅芯棒的表面生成多晶硅，其中，以保持上述硅芯棒的电极的上端为基准，上述原料气体供给喷嘴的上端设定成-10 cm至+5 cm的范围的高度。

本发明可以向硅芯棒表面稳定地供给原料气体，可以防止多晶硅的形状不良。

附图说明

图1是多晶硅反应炉的示意图。

图2是多晶硅反应炉的原料气体供给喷嘴和电极的侧视图。

图3是多晶硅反应炉的原料气体供给喷嘴的纵截面图。

图4是原料气体供给喷嘴的变形例的纵截面图。

具体实施方式

以下，参照附图对本发明的实施方案的多晶硅反应炉进行说明。图

1 是多晶硅反应炉的示意图，图 2 是多晶硅反应炉的原料气体供给喷嘴和电极的侧视图，图 3 是原料气体供给喷嘴的纵截面图。

如图 1 所示，本实施方案的多晶硅反应炉 1 设有覆盖设置成圆形的炉底 2 的上方全部区域、具有吊钟状形状的钟罩（ベルジャ）3。多晶硅反应炉 1 的内部由炉底 2 和钟罩 3 密封。这样密封的内部立设多根上端连接、大致为倒 U 字形（或 π 形）、作为生成的多晶硅的籽晶棒（種棒）的硅芯棒（籽晶）4。硅芯棒 4 的两基端部被炉底 2 的电极 5 支撑着。

电极 5 具有含有碳的大致多级圆柱状形状。电极 5 的上部配置有芯棒保持电极 8。芯棒保持电极 8 的上端部 8a 具备一定深度的开口部。通过硅芯棒 4 的一端插入到该开口部中，硅芯棒 4 被电极 5 的芯棒保持电极 8 牢固地保持。

多个原料气体供给口 6 以圆筒形的开口部面向上方的方式形成在炉底 2 上。原料气体供给口 6 向多晶硅反应炉 1 内部的硅芯棒 4 供给含有氯硅烷和氢的混合气体的原料气体。多个原料气体供给口 6 以互相之间空出适当间隔的方式配置，以使得可以对多个硅芯棒 4 均匀地供给原料气体。如图 3 所示，原料气体供给口 6 与在炉底 2 开口的原料气体供给管路 9 连接。原料气体供给管路 9 经由未图示的流量调节阀与原料气体的供给源相通。因此，原料气体可通过流量调节阀调节供给量的同时经由原料气体供给管路 9 向原料气体供给口 6 送出。

如图 2、图 3 所示，在原料气体供给口 6 的上部安装包含碳的原料气体供给喷嘴 10。该原料气体供给喷嘴 10 具有圆锥筒形状，该圆锥筒形状是以其外周面 11 和设于内部的贯通孔 12 的内周面 12a 的直径向着上方缩小的方式形成的。贯通孔 12 在作为锥的前端的小直径面 13 开口，在小直径面 13 上形成开口部 14。

小直径面 13 的相反一侧的端面——大直径面 15 上，以与贯通孔 12 相同的轴线为中心，形成凹陷成截面圆形状的内凹部 16。通过该凹部 16 嵌合在原料气体供给口 6 上，将原料气体供给喷嘴 10 安装在原料气体供给口 6 上。以电极 5 的芯棒保持电极 8 的上端部 8a 的高度为基准，作为原料气体供给喷嘴 10 的上端的小直径面 13 的高度设定成与上述上端部 8a 的相对高度 H 为 -10 cm 至 +5 cm 的高度。进一步优选设定成上述高度 H 为 -5 cm 至 +1 cm 的高度。本实施方案中，以电极 5 的上端部 8a 为基准，原料气体供给喷嘴 10 的上端的小直径面 13 的高度设定成与

上端部 8a 大致相同($H \approx 0$), 以同时满足上述条件。

炉底 2 设有用于排出从原料气体供给口 6 供给的原料气体在硅芯棒 4 上反应而生成的气体的排气口 7。该排气口 7 可以以适当的间隔配置多个, 使得可以均匀地排出反应后的气体。

本实施方案中, 将原料气体供给多晶硅反应炉 1 内的原料气体供给口 6 上以与原料气体供给喷嘴 10 的贯通孔 12 呈连通状态的方式安装有所述原料气体供给喷嘴 10, 由此, 原料气体经由该原料气体供给喷嘴 10, 由其开口部 14 供给到多晶硅反应炉 1 内。这里, 如果原料气体供给喷嘴 10 的上端的小直径面 13 以电极 5 的上端部 8a 为基准设定成超过 5 cm 的高度, 则原料气体难以供给硅芯棒 4 的下部。因此, 生成的棒状多晶硅下部可能发生形状不良。而以电极 5 的上端为基准, 如果原料气体供给喷嘴 10 的上端设定成小于 -10 cm 的高度, 则原料气体难以到达炉内的上部。因此, 棒状多晶硅的上部容易发生形状不良。

本实施方案中, 基于上述这些情况, 以电极 5 的上端部 8a 为基准, 原料气体供给喷嘴 10 的上端小直径面 13 的高度设定成与该上端部 8a 大致相同。即, 满足上述高度 H 包含在 -10 cm ~ +5 cm 的范围的条件, 因此, 可以使原料气体均匀地到达由硅芯棒 4 的上部至下部的整个区域。结果, 可以有效地抑制生成的棒状多晶硅发生形状不良。

并且, 以电极 5 的上端部 8a 为基准的原料气体供给喷嘴 10 的上端小直径面 13 的高度也满足上述高度 H 在 -5 cm 至 +1 cm 的范围的条件, 因此, 将硅棒由电极 5 取下时所使用的操作台车的下面不会与该原料气体供给喷嘴 10 的上端碰撞。结果可以顺利地操作。另外, 可以降低该作业时多晶硅与原料气体供给喷嘴 10 碰撞的风险。另一方面可以向炉内上部供给足够量的原料气体。

原料气体供给喷嘴 10 的外周面 11 为直径向着上方缩小的锥状, 因此可以大幅降低原料气体供给喷嘴 10 在炉内所占的体积比例。由此, 在由电极 5 的芯棒保持电极 5 取下硅棒等时, 可以降低硅芯棒 4 与原料气体供给喷嘴 10 碰撞的风险。结果可以顺利地操作。

并且, 在硅芯棒 4 的表面析出的多晶硅的破碎片由上方落下时, 该破碎片沿着原料气体供给喷嘴 10 的锥状外周面 11 滑落。因此, 可以抑制该原料气体供给喷嘴 10 受损伤。并且, 伴随着原料气体供给喷嘴 10 向炉内上部供给的原料气体的气体流, 滞留在炉内下部的原料气体被沿

着锥状的外周面 11 诱导至上部。因此, 可将滞留在下部的原料气体有效地应用于多晶硅的生成。

接着, 说明为了确认该原料气体供给喷嘴 10 的效果而进行的试验结果。

该试验中, 将以电极保持部上端部 8a 为基准的原料气体供给喷嘴 10 的高度如表 2 所示的各种高度的喷嘴与原料气体供给口 6 嵌合, 投入原料气体。

效果的确认方法是进行棒状多晶硅表面形状的评价。如果原料气体的供给不足, 则多晶硅具有爆玉米花状表面形状。多晶硅的品质越平滑则品质越优良。因此, 研究表面形状区域根据原料气体供给喷嘴的高度发生怎样程度的变化。

多晶硅的制备条件是表 1 所示的条件, 析出的棒状多晶硅下部的成为爆玉米花状的表面作为下部不良, 测定其长度, 同时以除去上部和下部不良部分的中间部的具有平滑表面的部分作为表面平滑部, 测定其长度, 求出这些不良部分与表面平滑部的长度比率、以及上部不良部分的长度比率。表 2 示出该表面平滑部的长度比率如何根据喷嘴高度发生变化。

该表 2 中, 喷嘴高度以与电极保持部上端部 8a 的相对位置表示。

下部不良的长度率、上部不良的长度率、表面平滑部长度率分别由下式定义。

$$\text{下部不良长度率} = (\text{下部不良长度} / \text{反应前籽晶长度}) \times 100 (\%)$$

$$\text{表面平滑部长度率} = (\text{表面平滑部长度} / \text{反应前籽晶长度}) \times 100 (\%)$$

$$\text{上部不良长度率} = 100 - \text{下部不良长度率} - \text{表面平滑部长度率} (\%)$$

上部不良长度率采取上述计算方法是由于如上所述, 硅芯棒组装成倒 U 字形, 以取出各棒状多晶硅的状态测定, 则倒 U 字形的上部的连接部出现裂缝等, 难以进行正确的边界确定。

(表 1)

制备条件		
原料气体投入	三氯硅烷	216-228 Ton
	氢	273,000-288000 m ³
反应时间		114-119 小时
棒状多晶硅的外径		11.8-12.4 cm

(表 2)

	比较例	本发明							比较例
		-15	-10	-7	-5	0	+1	+2	
喷嘴高度(cm) (与 8a 的相对高度 H)	-15	-10	-7	-5	0	+1	+2	+5	+10
下部形状不良长度率(%)	16.5	18.0	18.2	18.6	19.0	20.9	21.8	23.4	29.5
上部形状不良长度率(%)	42.7	33.1	30.1	27.6	26.1	26.0	25.4	25.3	24.1
表面平滑部长度率(%)	40.8	48.9	51.7	53.8	54.9	53.1	52.8	51.3	46.4

由该表 2 的结果可知,喷嘴高度(相对高度 H)为-15 cm 和+10 cm 时,棒状多晶硅的上部或下部的不良长度率都大,因此,中间部的表面平滑部长度率低,产品的成品率差。而喷嘴高度(相对高度 H)在-10 cm 至+5 cm 的范围时,可以确保表面平滑部占棒状多晶硅整体长度的一半以上,-5 cm 至+1 cm 的范围特别良好。

图 4 表示本发明的原料气体供给喷嘴的变形例。

该原料气体供给喷嘴 21 由喷嘴本体 22 和喷嘴头 23 构成。喷嘴本体 22 的外周面 11 与图 3 所示同样,直径向上方缩小形成锥状,但贯通孔 24 的内周面 24a 则形成直线状(ストレート状)。该贯通孔 24 的上端部形成内螺纹部 24b,在该内螺纹部 24b 上安装喷嘴头 23。该喷嘴头 23 形成大直径部 25 和小直径部 26 的带阶梯的形状,小直径部 26 上形成可旋入喷嘴本体 22 的内螺纹部 24b 中的外螺纹部 26a。另外,在该喷嘴头 23 的中心部形成比喷嘴本体 22 的贯通孔 24 直径小的贯通孔 27,在喷嘴头 23 旋入喷嘴本体 22 的状态下,两个贯通孔 24、27 连通。作为原料气体供给喷嘴 21 的开口部 14 由该喷嘴头 23 的贯通孔 27 形成。

该原料气体供给喷嘴 21 中,以电极 5 的上端部 8a 的高度为基准,

该喷嘴头 23 的上端面 23a 设定成上述位置关系，即，相对高度 H 包含在 -10 cm 至 +5 cm 的范围，优选包含在 -5 cm 至 +1 cm 的范围。

上述构成的原料气体供给喷嘴 21 的前端的喷嘴头 23 可装卸，因此可以根据需要只更换该喷嘴头 23。

例如，通过多晶硅的制备，原料气体供给喷嘴 21 的前端有硅析出，因此，在多晶硅制备结束后需要将在原料气体供给喷嘴 21 上析出的硅除去。但是，该除去作业伴随削刮作业，容易使喷嘴前端受损。在如图 3 所示的原料气体供给喷嘴中，其前端损伤时必须更换整体。但是，图 4 所示的原料气体供给喷嘴 21 中，只要更换喷嘴头 23 即可，喷嘴本体 22 可以直接再利用。另外，由于多晶硅的装载等导致喷嘴前端受损时，通过更换喷嘴头 23 也可以将喷嘴本体 22 再利用，与图 3 所示的一体型的原料气体供给喷嘴相比，可以降低设备成本。

另外，预先形成贯通孔 27 为各种直径的喷嘴头 23。分别使用该喷嘴头 23 调节喷嘴出口侧的开口部 14 的直径，由此可不影响原料气体供给口 6 的数量地使由原料气体供给喷嘴 21 流出的气体流速一定。结果，可以减少所制备的多晶硅的品质的偏差。

以上对本发明实施方案的多晶硅反应炉 1 进行了说明，但本发明并不限于此，在不脱离该发明的技术思想范围内可适当变更。例如本实施方案中，通过将原料气体供给喷嘴的凹部 16 与原料气体供给口 6 嵌合，可以将原料气体供给喷嘴安装在原料气体供给口 6 上。但是，在该凹部 16 的内周壁面设置内螺纹，同时在原料气体供给口 6 的外周面设置外螺纹，将两者螺合，也可以将原料气体供给喷嘴 10 安装在原料气体供给口 6 上。

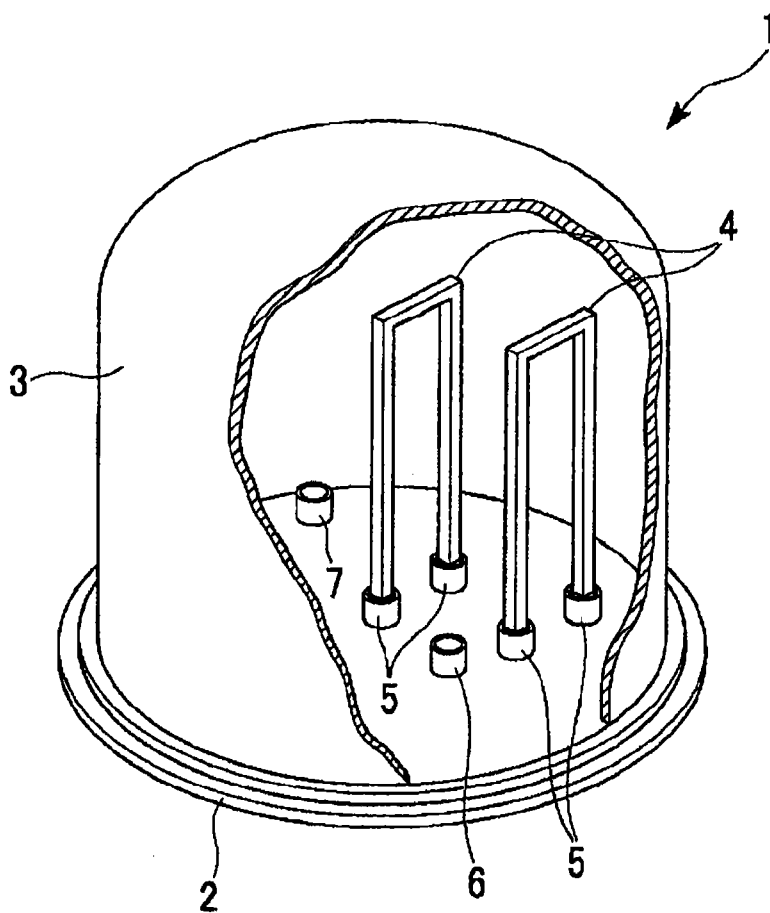


图 1

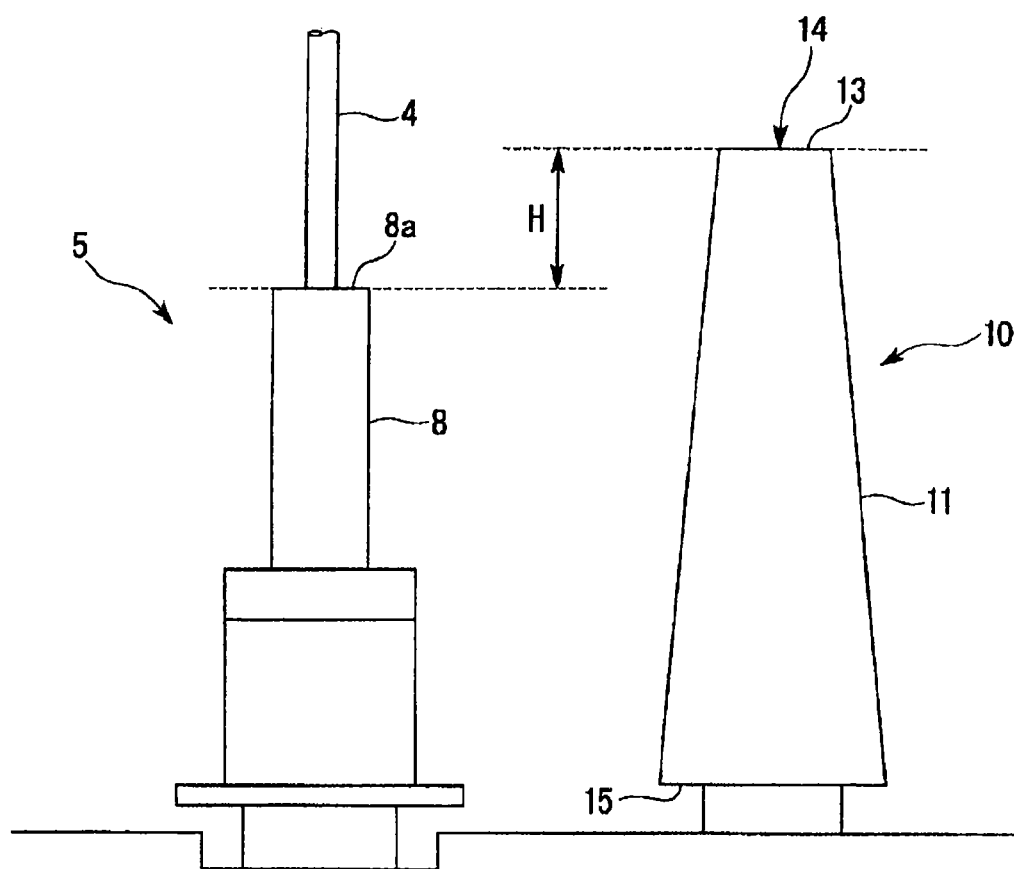


图 2

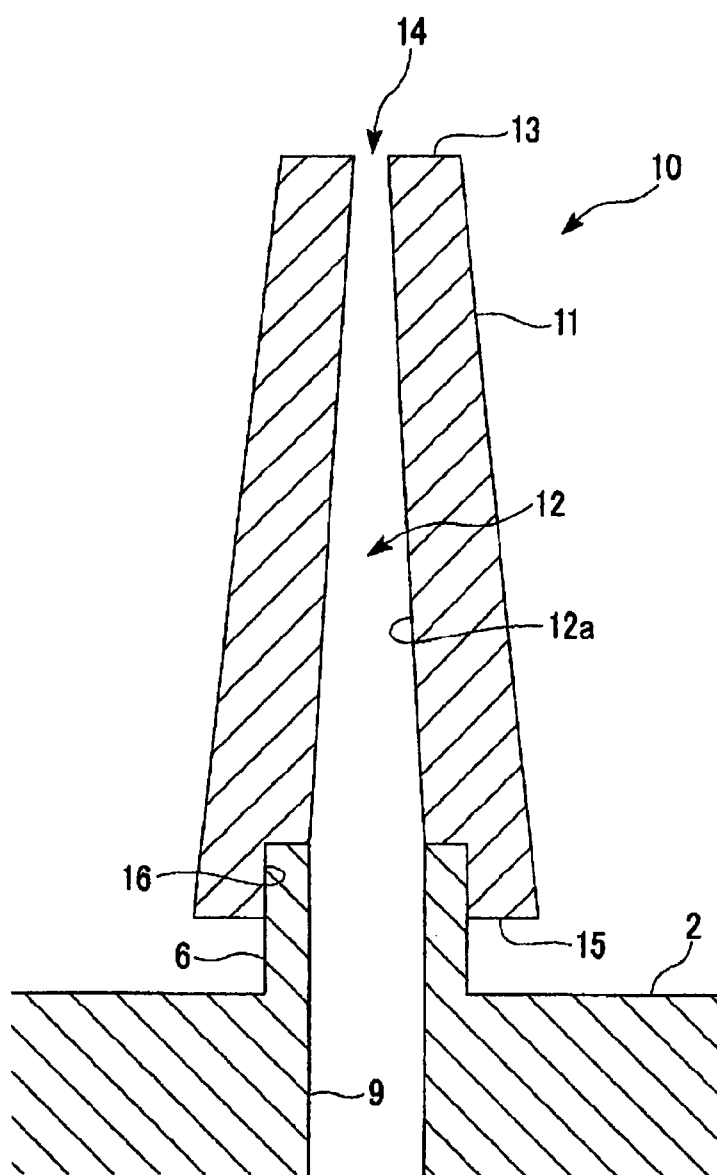


图 3

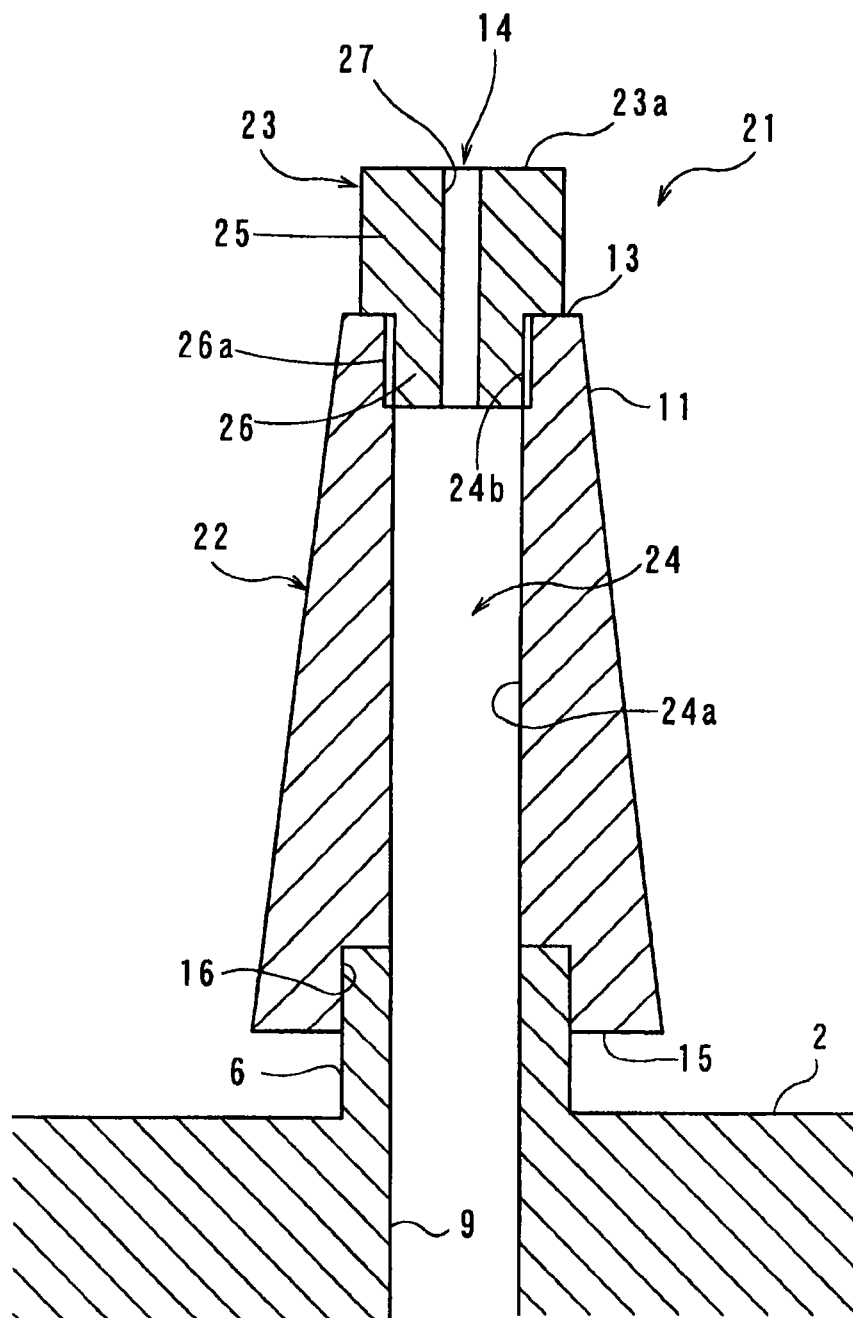


图 4