



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101378989 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 05

(21) 申请号 200780004467. 1

(22) 申请日 2007. 02. 07

(30) 优先权数据

10-2006-0011493 2006. 02. 07 KR

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 08. 04

(86) PCT申请的申请数据

PCT/KR2007/000657 2007. 02. 07

(87) PCT申请的公布数据

W02007/091834 EN 2007. 08. 16

(73) 专利权人 韩国化学研究院

地址 韩国大田

(72) 发明人 金希永 尹卿求 朴容起 崔源春

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 王健

(51) Int. Cl.

C01B 33/027(2006. 01)

C30B 29/06(2006. 01)

C30B 28/14(2006. 01)

(56) 对比文件

JP 特开 2001-146412 A, 2001. 05. 29, 权利要求 1-10, 图 1.

WO 96/41036 A2, 1996. 12. 19, 权利要求 1-23, 图 1-10.

CN 1363417 A, 2002. 08. 14, 权利要求 1-9, 图 1.

审查员 赵楠

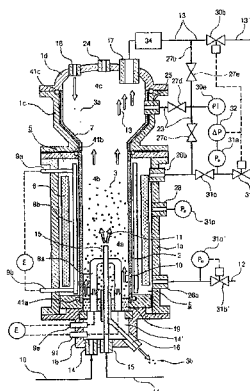
权利要求书 2 页 说明书 21 页 附图 2 页

(54) 发明名称

用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器

(57) 摘要

本发明涉及用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器,包括:(a) 反应器管,(b) 包围该反应器管的反应器壳,(c) 在该反应器管内形成的内区,其中形成硅颗粒床和进行硅沉积,和在该反应器壳和该反应器管之间形成的外区,该外区维持在惰性气氛下,和(d) 将该内区和该外区中的压力之间的差维持在 0-1 巴范围内的控制装置,由此能够维持该反应器管的物理稳定性和甚至在较高反应压力下高效地制备粒状多晶硅。



1. 用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器,包括:
反应器管;
包围该反应器管的反应器壳,其中在该反应器管内形成内区和在该反应器壳和该反应器管之间形成外区,在该内区中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而将该外区维持在惰性气氛下;
用于维持 $|P_o - P_i|$ 的值在 0-1 巴范围内的压力差控制部件,其中 P_o 是外区压力和 P_i 是内区压力。
2. 权利要求 1 的反应器,其还包括将流化气体引入该硅颗粒床的流化气体入口部件和将含硅原子的反应气体引入该硅颗粒床的反应气体入口部件。
3. 权利要求 1 的反应器,其还包括将在内区中形成的多晶硅颗粒从该流化床反应器排出的硅颗粒出口部件和将包括流化气体、未反应的反应气体和副产物气体的尾气排出的气体出口部件。
4. 权利要求 1 的反应器,其还包括在空间上分别与该内区和该外区连接的内压控制部件和外压控制部件。
5. 权利要求 4 的反应器,其中该内压控制部件经由选自下组的至少一个部件在空间上与该内区连接:内区连接部件、流化气体入口部件、反应气体入口部件、硅颗粒出口部件和气体出口部件,它们在空间上暴露出该内区。
6. 权利要求 4 的反应器,其中该外压控制部件经由选自以下的至少一个部件在空间上与该外区连接:外区连接部件和惰性气体连接部件,它们安装在反应器壳 (1) 上或穿过该反应器壳 (1) 安装并且在空间上直接或间接地暴露于该外区。
7. 权利要求 1 的反应器,其还包括在该外区中维持基本上惰性气氛的惰性气体连接部件,该惰性气体是至少一种选自氮、氩和氦的气体。
8. 权利要求 1 的反应器,其中该反应器管由至少一种选自二氧化硅、氮化硅、氮化硼、碳化硅、石墨、硅和玻璃碳的材料制成。
9. 权利要求 8 的反应器,其中该反应器管在厚度方向上具有一层或多层结构,该多层结构中的每一层由不同的材料制成。
10. 权利要求 1 的反应器,其中将至少一个加热部件安装在该内区和 / 或该外区中。
11. 权利要求 10 的反应器,其中该加热部件与安装在反应器壳上或穿过该反应器壳安装的电能供应部件电连接。
12. 权利要求 11 的反应器,其中将该加热部件安装在该硅颗粒床内。
13. 权利要求 12 的反应器,其中将该加热部件定位在比将反应气体引入该硅颗粒床的反应气体入口部件低的位置。
14. 权利要求 1 的反应器,其中该内区压力和该外区压力分别在 1-15 巴的范围内。
15. 权利要求 14 的反应器,其中将该外区压力控制在介于该内区中可测量的最大和最小压力值之间的范围内。
16. 权利要求 4 的反应器,其中该内压控制部件或该外压控制部件包括至少一个选自以下组的构件:
 - (a) 用于空间连接的连接管或接头;
 - (b) 人工操作、半自动或自动阀门;

- (c) 数字或模拟压力计或压差计；
 - (d) 压力指示器或记录器；和
 - (e) 构成具有信号转换器或算术处理器的控制器的部件。
17. 权利要求 4 的反应器,其中该内压控制部件以机械组件或信号电路形式与该外压控制部件相互连接。
18. 权利要求 17 的反应器,其中将该内压控制部件或该外压控制部件部分或完全地与选自中央控制系统、分布式控制系统和局部控制系统的控制系统集成。
19. 权利要求 17 的反应器,其中该内压控制部件或该外压控制部件部分或完全地与测量或控制选自流速、温度、气体组分和颗粒浓度的参数的部件集成。
20. 权利要求 17 的反应器,其中该内压控制部件或该外压控制部件 包括用于分离颗粒的过滤器或涤气器,或用于缓冲压力的容器。
21. 权利要求 1 的反应器,其中该压力差控制部件包括选自以下组的至少一种:连接管、人工操作阀、自动阀、压力计、压力指示器、信号转换器、具有算术处理器的控制器和用于分离颗粒的过滤器。
22. 权利要求 1 的反应器,其中该压力差控制部件保持该内区压力 (P_i) 和该外区压力 (P_o) 分别在预定的压力值,即 P_i^* 和 P_o^* 下,满足 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1$ 巴的要求。
23. 权利要求 4 的反应器,其中通过将该内压控制部件和该外压控制部件相互连接来测量该压力差,即 $\Delta P = |P_o - P_i|$,由此该压力差控制部件通过以人工、半自动或自动方式控制该内压控制部件和 / 或该外压控制部件从而将 ΔP 的值维持在 0-1 巴的范围内。
24. 权利要求 4 的反应器,该压力差控制部件包括将第一连接管和第二连接管在空间上相互连接的平衡管线,该第一连接管和该第二连接管分别包括在该内压控制部件和该外压控制部件中。
25. 权利要求 24 的反应器,其中该平衡管线包括选自以下组的至少一种:单向阀、压力平衡阀、三向阀、用于分离颗粒的过滤器、缓冲容器、填充床、活塞、辅助控制流体和使用隔膜的压力补偿设备。
26. 权利要求 8 的反应器,其中该二氧化硅为石英。

用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器

[技术领域]

[0001] 本发明涉及用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器,该高压流化床反应器能够维持反应器管的长期稳定性并且甚至在较高反应压力下高效地制备粒状多晶硅。

[背景技术]

[0002] 通常,高纯度多晶硅用作制造半导体部件或太阳能电池的基本材料。多晶硅通过将高度纯化的含硅原子的反应气体热分解和 / 或氢还原,从而引起在硅颗粒上的连续硅沉积而制备。

[0003] 对于多晶硅的大量生产,已主要使用了钟罩型反应器,它提供直径大约 50-300mm 的棒形多晶硅产物。然而,基本上由电阻加热系统构成的钟罩型反应器不能连续地操作,这归因于在延长可达到的最大棒直径方面的不可避免的限制。这种反应器还已知具有低沉积效率和高电能消耗的严重问题,原因在于受限的硅表面和高热量损失。

[0004] 替换地,最近已开发了流化床反应器以制备尺寸为 0.5-3mm 的粒状多晶硅。根据该方法,硅颗粒的流化床通过气体的上向流形成并且硅颗粒的尺寸随着硅原子从供给经加热的流化床的含硅原子的反应气体沉积在硅颗粒上而增加。

[0005] 如在常规钟罩型反应器中那样,流化床反应器也使用 Si-H-Cl 系的硅烷化合物例如甲硅烷 (SiH_4)、二氯硅烷 (SiH_2Cl_2)、三氯硅烷 (SiHCl_3)、四氯化硅 (SiCl_4) 或其混合物作为含硅原子的反应气体,该含硅原子的反应气体通常还包含氢、氮、氩、氦等。

[0006] 对于硅沉积,反应温度(即,硅颗粒的温度)应该维持在高位。该温度对于甲硅烷应该为大约 600-850°C,而对于最广泛使用的三氯硅烷为大约 900-1,100°C。

[0007] 由含硅原子的反应气体的热分解和 / 或氢还原所引起的硅沉积过程包括各种基元反应,并且存在其中硅原子依赖于反应气体长成粒状颗粒的复杂路线。然而,与基元反应和反应气体的种类无关,流化床反应器的操作提供粒状多晶硅产物。

[0008] 在此,由于连续的硅沉积或硅颗粒的附聚,较小的硅颗粒,即籽晶尺寸变大,从而损失流动性并最终向下运动。籽晶可以在流化床本身中就地制备或产生,或被连续、定时或间歇地供入反应器。如此制备的较大颗粒,即多晶硅可以从反应器的下部连续、定时或间歇地排出。

[0009] 由于硅颗粒的较大表面积,流化床反应器系统与钟罩型反应器系统相比提供更高的反应收率。此外,粒状产物可以在没有进一步加工的情况下直接地用于后续过程例如单晶生长、晶块生产、表面处理和改性、用于反应或分离的化学材料的制备或硅颗粒的模塑或粉碎。虽然这些后续过程已按间歇方式操作,但是粒状多晶硅的制造允许这些过程按半连续或连续方式进行。

[0010] 流化床反应器的这种生产率的增加是为粒状多晶硅的低成本制造所要求的。为此,在低比能耗下增加硅沉积速率是最有效的,这可通过在高压下连续操作流化床反应器来达到。对于采用流化床反应器连续操作该方法,保证反应器构件的物理稳定性是重要的。

[0011] 与常规的流化床反应器不同,在用于制备多晶硅的流化床反应器的构件的材料选

择方面遇到了严重限制。特别地,考虑到多晶硅的所需的高纯度,流化床壁的材料选择是重要的。反应器壁在物理稳定性方面弱,因为它总是与高温下流化的硅颗粒接触,并且遭受由颗粒的流化床引起的不规则振动和剧烈的剪切应力。然而,在能够承受较高压力条件的高纯度非金属无机材料当中选择适当的材料是很难的,因为金属材料是不适当的,原因在于高的反应温度和反应气体的化学性质。因此,制造多晶硅的流化床反应器不可避免地具有复杂结构。因此通常将由石英制成的反应器管置于用于加热硅颗粒的电阻加热器中,并且该反应器管和加热器都被金属壳包围。优选在加热器和反应器壳之间或在反应器壳的外部填充保温材料以降低热损失。

[0012] 例如,美国专利号 5, 165, 908 公开了其中电阻加热器封闭由石英制成的反应器管的反应器系统,该电阻加热器和反应器管都被夹套形状的不锈钢壳保护并且保温材料安装在该壳外部。

[0013] 美国专利号 5, 810, 934 公开了制造多晶硅的流化床反应器,包括反应器容器,即限定流化床的反应器管;护板,即包围反应器管的保护管;安装在该护板外部的加热器;和包围该加热器和保温材料的外部安全壳。该专利强调由石英制成的保护管安装在反应器管和加热器之间以防止反应器管的开裂和其内部空间的污染。

[0014] 同时,制造多晶硅的流化床反应器可以取决于加热方法而具有不同的结构。

[0015] 例如,美国专利号 4, 786, 477 公开了用穿透石英反应器管的微波加热硅颗粒的方法而不是在管外部施加常规的加热器。然而,该专利仍然具有反应器复杂结构的问题并且没有公开如何增加石英反应器管内部的反应压力。

[0016] 为了解决上述问题,U. S. 5, 382, 412 公开了用于制造多晶硅的简单结构的流化床反应器,其中通过金属反应器壳垂直地固定圆柱形反应器管。然而,该专利仍然具有内压不能增加到超过大气压和微波供应部件应该与反应器壳相结合的问题,因此没有暗示如何克服反应器管的在高压反应下预期的机械弱点。

[0017] 因此,在本发明的一个实施方案中,提供了用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器,其包括:(a) 反应器管,(b) 包围该反应器管的反应器壳,(c) 在该反应器管内形成的内区,其中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,和在该反应器壳和该反应器管之间形成的外区,其被维持在惰性气氛下,和(d) 保持该内区和该外区中的压力差维持在 0-1 巴范围内的控制部件,从而能够维持该反应器管的物理稳定性和甚至在较高反应压力下有效地制备粒状多晶硅。

[0018] 此外,在本发明的另一个实施方案中,提供了能够方便地适用于制造高纯度硅颗粒同时使杂质污染最小化的流化床反应器。

[发明内容]

[0019] 根据本发明的一方面,提供了用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器,其包括:

[0020] (a) 反应器管;

[0021] (b) 包围该反应器管的反应器壳;

[0022] (c) 在该反应器管内形成的内区和在该反应器壳和该反应器管之间形成的外区,其中在该内区中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而在该外区中不形成硅颗粒床并且不发生

硅沉积；

[0023] (d) 用于将气体引入硅颗粒床的入口部件；

[0024] (e) 出口部件，其包括用于分别将多晶硅颗粒和尾气从硅颗粒床排出的硅颗粒出口部件和气体出口部件；

[0025] (f) 用于在该外区中维持基本上惰性气氛的惰性气体连接部件；

[0026] (g) 用于测量和 / 或控制该内区压力 (P_i) 和该外区压力 (P_o) 的压力控制部件；和

[0027] (h) 用于将 $|P_o - P_i|$ 值维持在 0-1 巴范围内的压力差控制部件。

[0028] 参照本文附图，在下面提供了本发明的详细描述。

[0029] 图 1 和 2 是用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器的横截面图，其中按综合性方式举例说明了根据本发明的一些实施方案。

[0030] 在此，流化床反应器的内部空间被包围垂直安装的反应器管 2 的反应器壳 1 与外部空间分离。反应器管 2 将内部空间分割成内区 4 和外区 5，在内区中形成硅颗粒床和发生硅沉积，在外区中不形成硅颗粒床并且不发生硅沉积。

[0031] 反应器壳 1 可以由具有可靠机械强度和可加工性的金属材料例如碳钢、不锈钢或其它合金钢制成。为在制造、装配和拆卸方面方便起见，反应器壳 1 可以分成许多构件例如图 1 和 2 中列出的 1a、1b、1c 和 1d。

[0032] 为了完全密封，通过使用垫圈或密封材料装配反应器壳 1 的构件是重要的。所述构件可以具有以下的各种结构：圆柱管，法兰，具有接头的管，板，圆锥体，椭圆体和冷却介质在壁之间流动的双壁夹套。每个构件的内表面可以涂有保护层或安装有防护管或壁，它们可以由金属材料或非金属材料例如有机聚合物、陶瓷和石英制成。

[0033] 反应器壳 1 的一些构件，如图 1 和 2 中的 1a、1b、1c 和 1d 所示，可以通过使用冷却介质例如水、油、气体和空气维持在小于某一温度以保护设备或操作者，或防止设备中的任何热膨胀或安全事故。虽然图 1 和 2 中没有示出，但是需要被冷却的构件可以经设计在它们内或外壁处包括冷却剂循环部件。代替冷却，反应器壳 1 可以在外壁上包括保温材料。

[0034] 反应器管 2 可以具有任何形状，只要它能够被反应器壳 1 保持以致它可以将反应器壳 1 的内部空间分离成内区 4 和外区 5。反应器管 2 可以具有如图 1 中的简单直管结构、如图 2 中的异型管、圆锥体或椭圆体，并且反应器管 2 的一端或两端可以形成法兰形状。此外，反应器管 2 可以包括许多构件并且这些构件中的一些可以以衬里形式安装在反应器壳 1 的内壁上。

[0035] 反应器管 2 可以由在较高温度下稳定的无机材料，例如石英、二氧化硅、氮化硅、氮化硼、碳化硅、石墨、硅、玻璃碳或它们的组合制成。

[0036] 同时，含碳材料例如碳化硅、石墨、玻璃碳可能产生碳杂质并且污染多晶硅颗粒。因此，如果反应器管 2 由含碳材料制成，则反应器管 2 的内壁可以涂有或内衬有材料例如硅、二氧化硅、石英或氮化硅。然后，反应器管 2 可以按多层形式结构化。因此，反应器管 2 在厚度方向上具有一层或多层结构，它们中的每一层由不同的材料制成。

[0037] 密封部件 41a、41b 可以用于反应器壳 1 以安全地保持反应器管 2。密封部件可以在大于 200°C 的温度下稳定并且可以由选自有机聚合物、石墨、二氧化硅、陶瓷、金属或它们的组合的材料制成。然而，考虑到在反应器操作期间的振动和热膨胀，密封部件 41a、41b 可以较不牢固地安装以降低在装配、操作和拆卸过程中反应器管 2 的开裂可能性。

[0038] 反应器壳 1 的内部空间被反应器管 2 分割可以防止内区 4 中的硅颗粒泄漏入外区 5 并且将内区 4 和外区 5 的功能和条件区分。

[0039] 同时,加热部件 8a、8b 可以安装在反应器壳 1 中以加热硅颗粒。一个或多个加热部件 8a、8b 可以按各种方式安装在内区 4 和 / 或外区 5 中。例如,加热部件 8a、8b 可以仅安装在内区 4 中和外区 5 中,如图 1 中按综合性方式所示。同时,多个加热部件 8a、8b 可以安装在该两个区域中,或如图 2 所示仅安装在外区 5 中。此外,虽然没有在图中示出,但多个加热部件 8a、8b 可以仅安装在内区 4 中。或者,可以仅将单个加热部件安装在外区 5 中。

[0040] 经由安装在反应器壳 1 上或穿过反应器壳 1 安装的电供应部件 9a-9f 向加热部件 8a、8b 供给电能。将反应器中的加热部件 8a、8b 和反应器外部的电源 E 连接的电供应部件 9a-9f 可以包括呈电缆、棒、杆、成型体、套筒或连接器形式的金属构件。或者,电供应部件 9a-9f 可以包括电极,该电极由材料例如石墨、陶瓷(例如碳化硅)、金属或它们的混合物制成,并且按各种形状制造。备选地,电供应部件可以通过将加热部件 8a、8b 的一部分延伸来制备。在将电供应部件 9a-9f 与反应器壳 1 结合中,除防止漏气的机械密封之外电保温同样是重要的。此外,通过使用循环冷却介质例如水、油和气体将电供应部件 9 的温度冷却下来是合乎需要的。

[0041] 同时,气体入口部件应该安装在流化床反应器处以形成流化床,其中硅颗粒可以通过气流在反应器管 2 内,即在内区 4 的下部中移动,以便通过在流化硅颗粒的表面上的硅沉积制备多晶硅。

[0042] 气体入口部件包括将流化气体 10 引入硅颗粒床的流化气体入口部件 14、14' 和将含硅原子的反应气体引入的反应气体入口部件 15,它们都与反应器壳 1b 结合地安装。

[0043] 本文所使用的“流化气体”10 是指被引入以引起一些或大多数硅颗粒 3 在内区 4 内形成的流化床中流化的气体。在本发明的实施方案中,可以使用氢、氮、氩、氦、氯化氢(HCl)、四氯化硅(SiCl_4)或它们的混合物作为流化气体 10。

[0044] 本文所使用的“反应气体”11 是指含硅原子的源气体,其用来制备多晶硅颗粒。在本发明中的实施方案,可以使用甲硅烷(SiH_4)、二氯硅烷(SiH_2Cl_2)、三氯硅烷(SiHCl_3)、四氯化硅(SiCl_4)或它们的混合物作为反应气体 11。反应气体 11 可以进一步包含至少一种选自氢、氮、氩、氦和氯化氢(HCl)的气体。另外,除了用作硅沉积的源气体之外,反应气体 11 如流化气体 10 那样有助于硅颗粒 3 的流化。

[0045] 流化气体入口部件 14、14' 和反应气体入口部件 15 可以分别包括管道或喷嘴、腔室、法兰、接头、垫圈等。在这些构件中,暴露于反应器壳 1 的内部空间、特别是暴露于内区 4 的下部的部件,该部件可能接触硅颗粒 3,优选由管、衬里或成型制品组成,它们的材料选自适用于反应器管 2 的那些。

[0046] 另外,内区 4 中的流化床 4a 的下部可以包括与流化气体入口部件 14、14' 和反应气体入口部件 15 结合的用于分布流化气体 10 的气体分配部件 19。该气体分配部件 19 可以具有任何几何形状或结构,包括多穴或多孔分配板、浸没在颗粒床中的填充材料、喷嘴或它们的组合。

[0047] 为了防止在气体分配部件 19 的上表面上沉积硅,反应气体入口部件 15 的出口,反应气体 11 经由该出口注入流化床的内部中,可以布置得高于气体分配部件 19 的上部。

[0048] 在反应器内区 4 中,要求用来形成硅颗粒的流化床 4a 的流化气体 10 可以按各种

方式提供,这取决于流化气体入口部件 14、14' 如何构成。例如,如图 1 中所示,可以通过与反应器壳 1 连接的流化气体入口部件 14、14' 供给流化气体 10,以使气室可以在分配板形状的气体分配部件 19 的下部中形成。或者,如图 2 中所示,流化气体 10 可以通过与反应器壳 1 连接的流化气体入口部件 14 供给,以使一个或多个流化气体喷嘴出口可以布置在气体分配部件 19 之间,该气体分配部件 19 包括除使硅颗粒流化的填充材料以外的填充材料。同时,气体分配部件 19 和流化气体入口部件 14、14' 可以通过同时使用上述的分配板和填充材料构成。

[0049] 在本发明的实施方案中,在基于硅沉积的反应器的内区 4 中制备多晶硅颗粒。在经由反应气体入口部件 15 供给反应气体 11 之后,硅沉积在被加热部件 8a、8b 加热的硅颗粒 3 的表面上发生。

[0050] 还要求颗粒出口部件 16 与反应器壳 1 相结合以将制备的硅颗粒从内区 4 排出到流化床反应器的外部。

[0051] 构成颗粒出口部件 16 的出口管可以与反应气体入口部件 15 组装,如图 1 中所示。或者,它可以独立于反应气体入口部件 15 而安装,如图 2 中所示。当要求时,经过该颗粒出口部件 16,可以以连续、周期或间歇方式将硅颗粒 3b 从流化床 4a 排出。

[0052] 如图 1 中所示,附加的区域可以与反应器壳 1 结合。该附加的区域可以在流化气体入口部件 14' 的一些部分或下部提供,从而留出硅颗粒 3b 停留或逗留的空间,从而可能在从反应器排出之前冷却。

[0053] 硅颗粒 3,即从根据本发明的实施方案的内区 4 排出的硅产物颗粒 3b 可以输送到与反应器直接连接的多晶硅产物的储存部件或转移部件。同时,这样制备的硅产物颗粒 3b 由于流化床反应器的性质而可以具有粒度分布,并且其中包括的较小颗粒可以用作硅沉积的籽晶 3a。可以将从内区 4 排出的硅产物颗粒 3b 输送到其中能够按尺寸分离颗粒的颗粒分离部件因此是可能的。然后,可以将较大的颗粒输送到储存部件或转移部件,而使用较小的颗粒作为籽晶 3a。

[0054] 或者,考虑到硅颗粒流化床 4a 的较高温度,硅颗粒 3b 可以在经由颗粒出口部件 16 排出的同时被冷却。为此,冷却气体例如氢、氮、氩、氦或它们的混合物可以在颗粒出口部件 16 中流动,或者冷却介质例如水、油或气体可以在颗粒出口部件 16 的壁中循环。

[0055] 或者,虽然没有在图中示出,颗粒出口部件 16 可以与反应器壳 1 的内部空间(例如图 1 中的 14')或反应器壳的下部(例如图 1 和 2 中的 1b)结合地构成,从而留出硅颗粒 3b 停留或逗留的足够空间,从而有机会在从反应器排出之前冷却某个时段。

[0056] 必须防止硅产物颗粒 3b 在经过颗粒出口部件 16 从反应器排出时被污染。因此,在构成颗粒出口部件 16 中,可能接触高温硅产物颗粒 3b 的颗粒出口部件 16 的单元可以由管、衬里或成形产品制成,所述管、衬里或成形产品由适用于反应器管 2 的无机材料制成或涂有该无机材料。颗粒出口部件 16 的这些单元优选与金属反应器壳和/或防护管连接。

[0057] 与相对低温的产物颗粒接触或在它们的壁上包括冷却部件的颗粒出口部件 16 的构件可以由金属材料管、衬里或成形产品制成,其内壁涂有或衬有含氟聚合物材料。

[0058] 如上所述,可以按连续、周期性或间歇方式将硅产物颗粒 3b 经过颗粒出口部件 16 从反应器内区 4 排出到多晶硅产物的储存部件或转移部件。

[0059] 同时,颗粒分离部件可以安装在反应器和产物储存部件之间,以按尺寸分离硅产

物颗粒 3b 和使用小尺寸颗粒作为籽晶 3a。各种商业设备可以用作本发明中的颗粒分离部件。

[0060] 通过使用与用于颗粒出口部件 16 的相同的材料或不含添加剂或填料的纯聚合物材料构成颗粒分离部件的单元（它们可能与硅产物颗粒 3b 接触）是合乎需要的。

[0061] 为了连续操作流化床反应器，必须将反应器壳 1d 与安装用于从流化床反应器排出尾气的气体出口部件 17 结合。尾气 13 包括流化气体、未反应的反应气体和产物气体，并且通过内区的上部 4c。

[0062] 尾气 13 中夹带的细硅颗粒或高分子量副产物可以由附加的尾气处理部件 34 分离。

[0063] 如图 1 和 2 中所示，包括旋风分离器、过滤器、填充柱、涤气器或离心机的尾气处理部件 34 可以安装在反应器壳 1 的外部或安装在反应器壳 1 内的内区的上区 4c。

[0064] 如此由尾气处理部件 34 分离的细硅颗粒可以用于另一种目的，或在再循环到反应器内区的流化床 4a 中后作为用于制备硅颗粒的籽晶 3a。

[0065] 当按连续方式制造硅颗粒时，优选将形成流化床 4a 的硅颗粒的数目和平均粒度维持在某个范围内。这可以通过在流化床 4a 内补充与排出的硅产物颗粒 3b 几乎相同数目的籽晶来实现。

[0066] 如上所述，可以将从尾气处理部件 34 分离的细硅颗粒或粉末作为籽晶再循环，但它们的量可能是不足的。为了按要求在流化床中连续制备硅颗粒，要求进一步生产、产生或制备附加的硅籽晶。

[0067] 在这方面，可以考虑在硅产物颗粒 3b 中进一步分离较小的硅颗粒并将它们用作籽晶 3a。然而，在流化床反应器外部将籽晶 3a 从产物颗粒 3b 分离的附加工艺具有高污染概率和操作困难的缺点。

[0068] 代替产物颗粒 3b 的附加分离，还可将硅产物颗粒 3b 冷却，以使较小颗粒从它们中分离并将该较小颗粒作为籽晶再循环到流化床中。为此，附加的颗粒分离部件可以安装在排放路径的中部，该排放路径包括在颗粒出口部件 16 中。按逆流方式将气体供给到该通道中导致产物颗粒 3b 的冷却、较小颗粒从它们中分离和该较小颗粒再循环到流化床 4a 中。这降低制备或提供籽晶的负担，并增加最终硅产物颗粒 3b 的平均粒度，同时降低它们的粒度分布。

[0069] 作为另一个实施方案，硅籽晶可以如下制备：在独立的粉碎部件中将经过颗粒出口部件 16 排出的一些硅产物颗粒 3b 粉碎成籽晶。如此制备的籽晶 3a 可以根据需要按连续、周期性或间歇方式引入反应器的内区 4 中。图 1 中示出了向下将籽晶 3a 引入内区 4 的一个实例，其中籽晶入口部件 18 与反应器壳 1d 的顶侧结合。这一方法使得可以根据需要高效控制籽晶 3a 的平均尺寸和进料速率，而它具有需要独立粉碎部件的缺点。

[0070] 相反，可以通过使用与反应器壳相结合的反应气体入口部件 15 的出口喷嘴或另外安装的气体喷嘴在流化床 4a 内部将硅颗粒粉碎成籽晶，该另外安装的气体喷嘴用于使颗粒粉碎的在流化床内高速喷气。这一方法具有经济优势，因为它不需要附加的粉碎设备，而具有的缺点是难以在预定的可接受范围内控制反应器中籽晶的尺寸和产生量。

[0071] 在本发明的实施方案中，内区 4 包括为形成硅颗粒床 4a、将流化气体 10 和反应气体 11 供给到硅颗粒床 4a 中、使硅沉积和排出含流化气体、未反应的反应气体和副产物气体

的尾气 13 所需的所有空间。因此,内区 4 对硅颗粒 3 在流化床中的硅沉积和多晶硅产物颗粒的制备发挥基础作用。

[0072] 与内区 4 相反,外区 5 是在反应器管 2 的外壁和反应器壳 1 之间独立形成的空间,其中不形成硅颗粒床 3 并且硅沉积不发生,这归因于没有提供反应气体。

[0073] 根据本发明的实施方案,外区 5 还如下发挥重要作用。首先,外区 5 通过将内区 4 和外区 5 之间的压力差维持在某个范围内从而提供保护反应器管 2 的空间。

[0074] 其次,外区 5 提供安装保温材料 6 的空间,该保温材料防止或降低热从反应器损失。

[0075] 第三,外区 5 为将在反应器管 2 周围安装的加热器提供空间。

[0076] 第四,外区 5 为在反应器管 2 外部维持基本上惰性的气氛以防止含氧和杂质的危险气体引入内区 4,和为在反应器壳 1 内安全地安装和维护反应器管 2 提供空间。

[0077] 第五,外区 5 允许在操作期间实时监控反应器管 2 的状态。来自外区连接部件 28 的外区气体样品的分析或测量可以揭示可能存在于内区 4 中的气体组分的存在或浓度,其变化可以间接地揭示反应器管处的事故。

[0078] 第六,外区 5 为在反应器管 2 周围安装加热器 8b 提供空间,如图 2 中所示,以加热和化学除去由于硅沉积操作而聚集在反应器管 2 内壁上的硅沉积层。

[0079] 第七,外区 5 为高效装配或拆卸反应器管 2 和内区 4 提供所要求的空间。

[0080] 根据本发明的实施方案,外区 5 发挥如上所述的各种重要作用。因此,利用管、板、成形制品或接头作为分割部件,可以将外区在上下和 / 或径向或圆周方向分割成若干部分。

[0081] 当根据本发明进一步分割外区 5 时,分割的部分可以相互空间上连通,同时具有基本上相同的大气条件和压力。

[0082] 可以安装在外区 5 中用于大幅度降低经由辐射或传导的传热的保温材料 6 可以选自工业上可接受的无机材料,它们呈圆柱体、块体、织物、毯、毡、泡沫产品或填充材料形式。

[0083] 与反应器壳连接用于维持流化床反应器中的反应温度的加热部件 8a、8b (与电能供应部件 9 连接)可以仅安装在外区 5 中,或在内区 4 内(特别是在硅颗粒床 4a 内)单独地安装。如果需要,加热部件 8a、8b 可以同时安装在内区 4 和外区 5 中,如图 1 中所示。此外,图 2 示出当多个独立加热部件 8a、8b 安装在外区 5 中时的实例。

[0084] 当多个加热部件 8a、8b 安装在流化床反应器中时,它们可以相对于电源 E 串联或并联地电连接。或者,包括电源 E 和电能供应部件 9a-9f 的供电系统可以独立地构成,如图 1 和 2 中所示。

[0085] 如图 1 所示,安装在硅颗粒床 4a 内的加热器 8a 可以具有在流化床中将硅颗粒直接加热的优点。在这种情况下,为了防止在加热器 8a 的表面上积累硅沉积,该加热器 8a 可以布置得比反应气体入口部件 15 的反应气体出口低。

[0086] 在本发明中,惰性气体连接部件 26a、26b 安装在反应器壳上,独立于内区 4,以在外区 5 中维持基本上惰性的气氛,从而排除硅沉积。惰性气体 12 可以是选自氢、氮、氩和氦中的一种或多种。

[0087] 安装在反应器壳上的或经过该反应器壳安装的并与外区 5 空间上连接的惰性气体连接部件 26a、26b 具有用于提供或排出惰性气体 12 的管道连接的作用,并且可以选自

管、喷嘴、法兰、阀门、接头或它们的组合。

[0088] 同时,除了惰性气体连接部件 26a、26b 之外,直接或间接地空间上暴露在外区 5 中的反应器壳可以装备有外区连接部件 28。这样,该外区连接部件 28 可用来测量和控制温度、压力或气体组分。虽然即使单个惰性气体连接部件 26a、26b 可以允许在外区 5 中维持基本上惰性的气氛,但惰性气体的提供或排出可以独立地通过使用套管或多个惰性气体连接部件 26a、26b 进行。

[0089] 另外,惰性气体连接部件 26a、26b 在外区 5 中维持独立的惰性气氛,并且还可以用于测量和 / 或控制流速、温度、压力或气体组分,这也可以通过使用外区连接部件 28 进行。

[0090] 图 1 和 2 以综合的方式提供各种实例,其中通过使用惰性气体连接部件 26a、26b 或外区连接部件 28 测量或控制外区 5 中的外区压力 (P_o)。

[0091] 独立于或代表惰性气体连接部件 26a、26b,外区连接部件 28 可以经安装来测量和 / 或控制外区 5 的维护。外区连接部件 28 具有管道连接的作用,并且可以选自管、喷嘴、法兰、阀门、接头或它们的组合。如果没有安装惰性气体连接部件 26a、26b,则外区连接部件 28 可用来提供或排出惰性气体 12 以及测量或控制温度、压力或气体组分。因此,在形状和作用方面区分惰性气体连接部件 26a、26b 与外区连接部件 28 是没有必要的。

[0092] 与其中可以不拘于位置和时间将压力维持几乎恒定的外区 5 不同,内区 4 内根据硅颗粒 3 的流化床 4a 的高度不可避免地存在压力差。因此,内区 4 中的内区压力 (P_i) 根据内区 4 中的高度变化。

[0093] 虽然由固体颗粒的流化床施加的压降取决于流化床的高度,但通常由流化床维持压降小于大约 0.5-1 巴,除非该流化床的高度过高。另外,由于固体颗粒的流化的性质,压力随时间的不规则波动是不可避免的。因此,取决于位置和时间,压力可能在内区 4 中变化。

[0094] 考虑到这些性质,用于内压的压力控制部件,即用于直接或间接测量或控制内区压力 (P_i) 的内压控制部件 30 可以在各种位置中的一点安装以使它可以与内区 4 空间上连接。

[0095] 根据本发明的实施方案的压力控制部件,即内压控制部件 30 和外压控制部件 31 可以安装在各种位置上或经过各种位置安装,这取决于反应器组件的细节以及待控制的操作参数。

[0096] 用于内压的压力控制部件,即内压控制部件 30 可以经由空间上直接或间接暴露于内区 4 的内区连接部件 24、25,流化气体入口部件 14,反应气体入口部件 15,颗粒出口部件 16 或气体出口部件 17 空间上与内区 4 连接。

[0097] 同时,用于外压的压力控制部件,即外压控制部件 31 可以经由安装在反应器壳 1 上或经过反应器壳 1 安装的并且空间上直接或间接地暴露于外区 5 的外区连接部件 28 或惰性气体连接部件 26a、26b 等空间上与外区 5 连接。

[0098] 根据本发明的实施方案,内压控制部件 30 和外压控制部件 31 包括直接或间接测量和 / 或控制压力所必要的构件。

[0099] 内和外压力控制部件 30 和 31 中的任一个包括选自以下组的至少一种:(a) 用于空间连接的连接管或接头;(b) 人工操作、半自动或自动阀门;(c) 数字或模拟型压力计或压差计;(d) 压力指示器或记录器;和(e) 构成具有信号转换器或算术处理器的控制器的元

件。

[0100] 内压控制部件 30 以机械组件或信号电路形式与外压控制部件 31 相互连接。另外，内和外压力控制部件中的任一个可以部分或完全地与选自中央控制系统、分布控制系统和局部控制系统的控制系统集成。

[0101] 虽然内压控制部件 30 和外压控制部件 31 可以在压力方面独立地构成，但是内和外压力控制部件 30 和 31 中的任一个可以部分或完全地与用于测量或控制选自流速、温度、气体组分和颗粒浓度等的参数的部件集成。

[0102] 同时，内和外控制部件 30 和 31 中的任一个可以进一步包括分离设备例如用于分离颗粒的过滤器或涤气器，或用于缓冲压力的容器。这保护内和外压力控制部件 30 和 31 的构件免受杂质的污染，以及提供缓冲压力变化的手段。

[0103] 例如，内压控制部件 30 可以安装在内区连接部件 24、25 处或与其连接，该内区连接部件 24、25 安装在反应器壳上或穿过该反应器壳安装并且空间上直接或间接地暴露在内区 4 中，用于测量压力、温度或气体组分或用于在反应器内观察。通过构造内压控制部件 30 以致它可以与内区连接部件 24、25 连接，可以稳定地测量和 / 或控制内区 4 的上部 4c 中的压力，尽管难以检测由于硅颗粒的流化床引起的时间依赖性压力波动。为了更精确地检测与流化床相关的时间依赖性压力波动，内区连接部件可以经安装使得它可以空间上与流化床的内部连接。内压控制部件 30 还可以安装在或连接到其它适当的位置上，即流化气体入口部件 14 或反应气体入口部件 15 或颗粒出口部件 16 或气体出口部件 17 等，它们都与反应器壳结合，从而空间上与内区 4 连接。

[0104] 另外，多个内压控制部件 30 可以安装在两个或更多个适当的位置，这些位置最终允许经由内区连接部件 24、25 或在其它位置 (14、15、16、17) 的那些与内区 4 空间连接。

[0105] 如上所述，硅颗粒的存在影响内压 P_i 。因此， P_i 的测量值根据内压控制部件 30 安装的位置变化。遵循本发明人的观察结果， P_i 的值受流化床的特性和流化气体入口部件 14 或反应气体入口部件 15 或颗粒出口部件 16 或气体出口部件 17 的结构影响，但其根据压力测量点的位置偏差不大于 1 巴。

[0106] 作为优选实施方案，用于直接或间接测量和 / 或控制外区 5 中压力的外压控制部件 31 可以经安装以致它可以空间上与外区 5 连接。可以连接或安装外压控制部件 31 的位置包括例如，安装在反应器壳上或穿过反应器壳安装的空间上与外区 5 直接或间接连接的外区连接部件 28 或惰性气体连接部件 26a、26b。在本发明的实施方案中，外区 5 优选维持在基本上惰性的气氛下。因此，将惰性气体 12 引入外区 5 的惰性气体连接部件 26a 或将惰性气体 12 从外区 5 排出的惰性气体连接部件 26b 可用作外区连接部件 28。因此，有可能通过惰性气体连接部件 26a、26b 或外区连接部件 28 将外区 5 空间上连接到直接或间接测量和 / 或控制外区 5 中的压力的外压控制部件 31。

[0107] 在本发明的实施方案中，内压控制部件 30 和外压控制部件 31 可用来维持 $|P_o - P_i|$ 的值，即内区压力 (P_i) 和外区压力 (P_o) 之间的差在 1 巴内。然而，应当指出，在构成内压控制部件 30 中， P_i 可以取决连接到内区所选的位置而变化。

[0108] 经由内区连接部件 24、25，流化气体入口部件 14，反应气体入口部件 15 或颗粒出口部件 16 等（它们安装在空间上与流化床的内部或下部连接的位置）测量的 P_i 值高于经由内区连接部件、气体出口部件 17 或硅籽晶入口部件 18 等（它们安装在空间上与空间如

内区 4c 的上部连接的位置并且不与硅颗粒的流化床直接接触) 测量的 P_i 值。

[0109] 特别地, 经由内区连接部件、流化气体入口部件 14 或颗粒出口部件 16 (其空间上与硅颗粒的流化床的下部连接) 测量的压力值显示最大内压值 $P_{i_{max}}$ 。相反, 当经由不与流化床直接接触的气体出口部件 17 或内区连接部件 24、25 测量时, 可以获得最小内压值 $P_{i_{min}}$ 。这是因为存在取决于硅颗粒 4a 的流化床的高度的压力差并且与流化床的上部相比下部中的 P_i 值总是更高。

[0110] 这一压力差随流化床的高度增加。压力差是 1 巴或更高的过高的床不是优选的, 因为反应器的高度变得太高而不能使用。相反, 压力差为 0.01 巴或更低的非常浅的床也不是优选的, 因为该流化床的高度和体积太小而不能达到反应器的可接受的最小生产率。

[0111] 因此, 流化床中的压力差优选为 0.01-1 巴的范围内。也就是说, 内区 4 中的最大压力值 ($P_{i_{max}}$) 和最小压力值 ($P_{i_{min}}$) 之间的压力差优选在 1 巴内。

[0112] 当将 $|P_o - P_i|$ 的值, 即反应器管 2 内部和外部之间的压力差维持在 0-1 巴范围内时, 应该指出的是, 该压力差可以取决于反应器管 2 的高度而变化。

[0113] 当内压控制部件 30 经由内区连接部件、流化气体入口部件 14、反应气体入口部件 15 或颗粒出口部件 16 等 (其与压力高于内区 4c 上部的压力的硅颗粒的流化床的内部或下部连接) 空间上与内区 4 连接时, 优选满足 $P_o \leq P_i$ 且 $0 \text{ 巴} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。

[0114] 相反, 当内压控制部件 30 经由气体出口部件 17、硅籽晶入口部件 18 或内区连接部件 24、25 等 (其空间上不与硅颗粒的流化床连接而是与压力低于流化床内部或下部的压力的内区 4c 的上部连接) 空间上与内区 4 连接时, 优选满足 $P_i \leq P_o$ 且 $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。

[0115] 按 P_i 或 P_o 由在一个或多个位置测量的多个压力值的平均表示的方式构成内压控制部件 30 或外压控制部件 31 也可能是容许的。特别地, 因为内区 4 中可能存在取决于内压控制部件 30 的连接位置的压差, 所以内压控制部件 30 可以包括具有算术处理器的控制部件, 该算术处理器能够由采用两个或更多个压力计测量的那些值估算压力的平均值。

[0116] 因此, 当将 $|P_o - P_i|$ 的值, 即反应管内部和外部之间的压力差值维持在 1 巴内时, 优选维持外区压力 P_o 在 $P_{i_{max}}$ 和 $P_{i_{min}}$ 之间, 该 $P_{i_{max}}$ 和 $P_{i_{min}}$ 分别是可以通过与内区 4 空间连接的那些压力控制部件测量的最大和最小压力值。

[0117] 根据本发明的实施方案的内压控制部件 30 和 / 或外压控制部件 31 可以包括维持 $|P_o - P_i|$ 的值在 1 巴内的压力差控制部件。

[0118] 压力差控制部件可以仅包括在内压控制部件 30 或外压控制部件 31 中的一个内, 或独立地包括在控制部件的两个内, 或共同包括在两个控制部件 30、31 内。

[0119] 然而, 考虑到压力值取决于为测量内区 4 的内区压力 P_i 选择的位置而变化, 优选应用和保持压力差控制部件。当经由流化气体入口部件 14、反应气体入口部件 15、颗粒出口部件 16 或内区连接部件等 (其空间上与流化床的内部, 特别是流化床的下部连接, 其中压力高于内区 4c 的上部中的压力) 测量 P_i 时, 压力差控制部件优选可以经操作以致满足 $P_o \leq P_i$ 并且 $0 \text{ 巴} \leq (P_i - P_o) \leq 1$ 。然后, 压力差控制部件使外区压力 (P_o) 和内区压力 (P_i) 能够满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求, 其中内压控制部件 30 经由流化气体入口部件 14 或反应气体入口部件 15 或颗粒出口部件 16 或内区连接部件空间上与流化床的内部连接。

[0120] 相反, 如果在空间上与内区 4 的各部分中的内区 4c 的上部连接的位置测量 P_i , 则

优选应用和保持压力差控制部件以致可以满足 $P_i \leq P_o$ 并且 $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。然后,压力差控制部件能够满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求,其中内压控制部件 30 经由不与硅颗粒的流化床直接接触的气体出口部件 17、硅籽晶入口部件 18 或内区连接部件 24、25 空间上与内区 4 连接。

[0121] 在本发明的实施方案中,由于仅包括在内压控制部件 30 或外压控制部件 31 中的一个内,或独立地包括在两个控制部件 30、31 的两个内,或共同包括在两个控制部件 30、31 内,压力差控制部件将 $|P_o - P_i|$ 的值维持在 1 巴内。

[0122] 当通过使用压力差控制部件将 P_o 和 P_i 之间的差维持在 1 巴内时, P_i 或 P_o 的非常高或低的值对反应器管 2 没有影响,因为反应器管 2 的内区和外区之间的压力差小。

[0123] 如果在本发明的实施方案中按绝对单位表示压力,则考虑到生产率优选维持反应压力高于至少 1 巴而不是维持在小于 1 巴的真空状态。

[0124] 基于摩尔数或摩尔质量每单位时间,流化气体 10 和反应气体 11 的进料速率按接近正比的方式随压力增加。因此,流化床 4a 中的用于将反应气体从入口温度加热到反应所需的温度的热负荷也随反应压力,即 P_o 或 P_i 增加。

[0125] 在反应气体 11 的情况下,不可能在预加热到高于大约 $350\text{--}400^\circ\text{C}$ (即初始分解温度) 后将该气体供入反应器。同时,将流化气体 10 预加热到低于该反应温度是不可避免的,因为在流化床反应器外部的预加热步骤期间杂质污染是高度可能的,并且流化气体入口部件 14 几乎不能被保温而实现气体预加热到大于该反应温度。因此,加热方面的困难随压力增加。当反应压力超过大约 15 巴时,难以按要求加热流化床 4a,尽管还在反应器壳的内部空间安装了多个加热部件 8a、8b。考虑到这些实际限制,外区压力 (P_o) 或内区压力 (P_i) 优选在大约 1–15 巴内 (基于绝对压力)。

[0126] 根据反应器内的压力,内压控制部件 30 和 / 或外压控制部件 31 可以包括压力差控制部件,该压力差控制部件可以降低反应器管 2 内部和外部之间的压力差。这可以按各种方法实施,其中的一些实例将在下文中进行描述。

[0127] 可以通过使用压力差控制部件将反应压力设定到高水平而不会使反应器管 2 的稳定性劣化,从而能够增加流化床反应器的生产率和稳定性。

[0128] 例如,不管内压控制部件 30 的最终连接到内区 4 上的安装位置如何,内压控制部件 30 和外压控制部件 31 都可以包括各自的压力差控制部件以致内区压力 (P_i) 和外区压力 (P_o) 可以分别控制在预定的压力值,即 P_i^* 和 P_o^* ,满足 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。

[0129] 为此,内压控制部件 30 可以包括将 P_i 维持在预定值 P_i^* 的压力差控制部件。同时,外压控制部件 31 也可以包括压力差控制部件,该压力差控制部件将 P_o 维持在预定值 P_o^* 以致与高度无关地满足 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。同样地,外压控制部件 31 可以包括维持 P_o 在预定值 P_o^* 的压力差控制部件。同时,内压控制部件 30 也可以包括压力差控制部件,该压力差控制部件将 P_i 维持在预定值 P_i^* 以致与高度无关地满足 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求。

[0130] 作为另一个实施方案,不管内压控制部件 30 的最终连接到内区 4 上的安装位置如何,内压控制部件 30 可以包括将 P_i 维持在预定值 P_i^* 的压力差控制部件,而外压控制部件 31 可以包括根据实时内压的变化控制外压 P_o 以致与高度无关地满足 $|P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的要求的压力差控制部件。

[0131] 同时,当确定为了维持 P_i 和 P_o 之间的差在 1 巴内而预先确定的控制参数 P_i^* 和

P_{o^*} 的值时,可能有必要考虑杂质组分是否可能经过反应器管 2 的密封部件 41a、41b 迁移。

[0132] 在装配用于根据本发明的实施方案的操作的流化床反应器中,存在在反应器管 2 的密封部件 41a、41b 处可能不可获得足够气密密封度的实际限制。另外,由于硅颗粒 3 的流化而施加于反应器管 2 上的剪切应力可能降低其密封度。在本发明的实施方案中,在内区 4 和外区 5 之间的杂质组分可能经过密封部件 41a、41b 迁移的问题可以通过为压力差控制部件适当地预定控制参数值,即 P_{i^*} 和 P_{o^*} 来解决。

[0133] 根据本发明的实施方案,待在压力差控制部件处用于分别控制内区和外区中的压力的压力控制参数可以根据对尾气 13 的组成或外区 5 中存在的气体的分析预先确定。例如,在内区 4 和外区 5 之间杂质经过密封部件 41a、41b 迁移的模式可以根据对经由气体出口部件 17 或尾气处理部件 34 取样的尾气 13,或对经由外区连接部件 28 或惰性气体连接部件 26b 取样的存在于外区 5 中的气体的组分分析推导出。如果经验证尾气包含没有供入内区的惰性气体 12 的成分,则杂质元素从外区 5 向内区 4 中的流入可以通过将 P_{i^*} 的值预定到高于 P_{o^*} 的值,即 $P_{i^*} > P_{o^*}$,来降低或阻止。相反,如果经验证从外区 5 中排出的气体除惰性气体 12 的成分之外还包含内区 4 的尾气 13 的成分,则杂质元素从内区 4 向外区 5 中的流入可以通过将 P_{o^*} 的值预置到高于 P_{i^*} 的值(即 $P_{o^*} > P_{i^*}$)来降低或阻止。

[0134] 如上所述,尽管在流化床反应器的装配或操作期间反应器管 2 的密封部件 41a、41b 可能没有按令人满意的方式安装或维持,但是可以通过压力控制部件的控制参数的适当选择使两个区域 4 和 5 之间的杂质组分经过密封部件的不希望的迁移最小化或被阻止。在此,可以在压力差控制部件中将 P_{i^*} 和 P_{o^*} 预定在任何值,但是根据本发明的实施方案应该满足 $|P_{o^*} - P_{i^*}| \leq 1$ 巴的要求。

[0135] 作为实现本发明目标的另一实例,可以通过将内压控制部件 30 和外压控制部件 31 相互连接来测量压力差,即 $\Delta P = |P_{o^*} - P_{i^*}|$,由此压力差控制部件可以通过按人工、半自动或自动方式控制内压控制部件 30 和 / 或外压控制部件 31 而将 ΔP 的值维持在 0-1 巴的范围内,而与内区 4 的选择用于测量 P_{i^*} 的位置无关。

[0136] 作为实现本发明目标的又一实例,压力差控制部件可以包括平衡管线,它在空间上将包括在内压控制部件 30 中的连接管和包括在外压控制部件 31 中的连接管相互连接。包括在内压控制部件 30 中并且构成平衡管线 23 的连接管可以安装在为与内区 4 空间连接而选择的位置,包括但不限于内区连接部件 24、25;流化气体入口部件 14、14';反应气体入口部件 15;颗粒出口部件 16;气体出口部件 17;或籽晶入口部件 18,它们都按直接或间接方式空间上暴露于内区。同时,包括在外压控制部件 31 中并且构成平衡管线 23 的连接管可以安装在为与外区 5 空间连接而选择的位置,包括但不限于外区连接部件 28 或惰性气体连接部件 26a、26b,它们都与反应器壳连接并按直接或间接方式空间上暴露于外区。

[0137] 空间上将内压控制部件 30 和外压控制部件 31 相互连接的平衡管线 23 可以称为压力差控制部件的最简单形式,因为它可以总将两个相互连接的区域 4、5 之间的压力差维持在接近零。

[0138] 尽管有这一优点,但是当单独通过平衡管线 23 构成压力差控制部件时,气体和杂质组分可能不希望地在两个区域 4、5 之间交换。在这种情况下,从安装在外区 5 中的保温材料或加热部件产生或排出的杂质元素可能污染内区 4,特别是多晶硅颗粒。同样地,从内区 4 排出的硅细粉末或残留反应气体或反应副产物的组分可能污染外区 5。

[0139] 因此,当平衡管线 23 用作压力差控制部件时,可以进一步将压力平衡部件添加到平衡管线 23 中,该压力平衡部件可以降低或阻止气体和杂质组分在两个区域 4、5 之间的可能的交换。压力平衡部件可以包括至少一个选自以下的部件:单向阀、压力平衡阀、三向阀、用于分离颗粒的过滤器、缓冲容器、填充床、活塞、辅助控制流体和使用隔膜的压力补偿设备,它们各自能够阻止气体和杂质组分的可能的交换而不会使压力均衡效果恶化。

[0140] 此外,压力差控制部件可以包括用于控制压力或流速的手动阀,或可以进一步包括根据压力或压力差的预定值发挥(半)自动控制功能的(半)自动阀。这些阀门可以与显示压力或压力差的压力计或压力指示器结合安装。

[0141] 压力计或压力指示器可以以模拟、数字或混合设备形式商购,并且如果与数据处理部件例如信号转换器或信号处理器等,和/或与局部控制器、分布式控制器或包括执行算术运算的电路的中央控制器相结合,则可以包括在数据采集、储存和控制的集成系统中。

[0142] 将在下文中根据用于将制备粒状多晶硅的高压流化床反应器中的反应器管 2 内部和外部之间的压力差降低的压力差控制部件的应用阐明根据本文附图的示例性实施方案。

[附图说明]

[0143] 图 1 是用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器的横截面图,其中以综合的方式示出了本发明的若干实施方案。

[0144] 图 2 是用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器的横截面图,其中以综合的方式示出了根据本发明的一些其它实施方案。

[0145] 附图标记说明

[0146] 1:反应器壳,2:反应器管,3:硅颗粒,3a:硅籽晶,3b:硅产物颗粒,4:内区,5:外区,6:保温材料,7:衬里,8:加热器,9:电能供应部件,10:流化气体,11:反应气体,12:惰性气体,13:尾气,14:流化气体入口部件,15:反应气体入口部件,16:颗粒出口部件,17:气体出口部件,18:硅籽晶入口部件,19:气体分配部件,23:平衡管线,24,25:内区连接部件,26:惰性气体连接部件,27:开/关阀门,28:外区连接部件,30:内压控制部件,31:外压控制部件,32:压力差计,33:波动降低部件,34:尾气处理部件,35:气体分析部件,36:过滤器,41:密封部件,E:电源

[具体实施方式]

[0147] 将通过以下实施例更具体地描述本发明。本文的实施例仅用来举例说明本发明,但是无论如何也不限制本发明的范围。

[0148] 实施例 1

[0149] 下面提供了一个实施方案的描述,其中独立地将内区压力(P_i)和外区压力(P_o)分别控制在预定值 P_i^* 和 P_o^* ,并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0150] 如图 1 和 2 中所示,可以如下构成内压控制部件 30:经由用于除去细硅颗粒的尾气处理部件 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口部件 17 相互连接,它们是通过连接管彼此相互连接的。可以通过使用充当压力差控制部件的单元的第一压力控制阀 30b 来将内区

4 的上部的压力控制在预定值 P_i^* 。

[0151] 同时,如图 1 中所示,可以通过将惰性气体连接部件 26a、第四压力计 31a' 和第四压力控制阀 31b' 相互连接构成外压控制部件 31。尽管在图 1 中是单独安装的,但是第四压力计 31a' 和第四压力控制阀 31b' 可以彼此通过电路集成,并从而构成为能够同时测量和控制压力的单一设备。

[0152] 当内压控制部件 30 与内区 4c 的上部(其压力低于流化床中或其下面的那些压力)连接时,优选预置 P_i^* 和 P_o^* 以致可以满足 $P_o^* \geq P_i^*$ 的条件。

[0153] 在这一实施例中,可以通过使用两者都充当压力差控制部件的单元的第四压力计 31a' 和第四压力阀 31b', 将外区中的压力控制在预定值 P_o^* 以致可以满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_o^* - P_i^*) \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0154] 然而,当通过气体分析部件 35(其可以如图 2 中所示安装)在尾气 13 中检测到惰性气体 12 组分时,可以将 P_o^* 预置在较低值以致可以满足 $P_i^* \geq P_o^*$ 的条件。

[0155] 同时,内压控制部件 30 和外压控制部件 31 可以进一步分别包括它们自己的压力差控制部件,从而能够满足 $0 \text{ 巴} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件 其中 P_o 和 P_i 分别是与外区 5 和内区 4 中的任何位置相关测量的压力值。

[0156] 实施例 2

[0157] 下面提供了另一个实施方案的描述,其中独立地将内区压力 (P_i) 和外区压力 (P_o) 分别控制在预定值 P_i^* 和 P_o^* , 并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0158] 如图 1 和 2 中所示,可以如下构成内压控制部件 30:经由用于除去细硅颗粒的尾气处理部件 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口部件 17 相互连接,它们是通过连接管彼此相互连接的。可以通过使用充当压力差控制部件的单元的第一压力控制阀 30b,将内区 4 的上部的压力控制在预定值 P_i^* 。

[0159] 同时,如图 1 中所示,可以通过将惰性气体连接部件 26b、开/关阀门 31c、第三压力计 31a 和第三压力控制阀 31b 相互连接而构成外压控制部件 31。尽管在图 1 中是单独安装的,但是第三压力计 31a 和第三压力控制阀 31b 可以彼此通过电路集成,并且由此构成为能够同时测量和控制压力的单一设备。

[0160] 与实施例 1 中不同,可以通过第三压力控制阀 31b 结合 P_o 控制来控制惰性气体 12 的供应,而不是将惰性气体连接部件 26a 连接到压力差控制部件例如第四压力计 31a' 和第四压力阀 31b'。

[0161] 当内压控制部件 30 与内区 4c 的上部(其压力低于流化床中或其下面的那些压力)连接时,优选预置 P_i^* 和 P_o^* 以致可以满足 $P_o^* \geq P_i^*$ 的条件。

[0162] 在这一实施例中,可以通过使用两者都充当压力差控制部件的单元的第三压力计 31a 和第三压力控制阀 31b,将外区中的压力控制在预定值 P_o^* 以致可以满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_o^* - P_i^*) \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0163] 然而,当通过气体分析部件 35(其可以如图 2 中所示安装)在尾气 13 中检测到惰性气体 12 组分时,可以将 P_o^* 预置在较低值以致可以满足 $P_i^* \geq P_o^*$ 的条件。

[0164] [0164] 同时,内压控制部件 30 和外压控制部件 31 可以进一步分别包括它们自己的压力差控制部件,从而能够满足 $0 \text{ 巴} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件,其中 P_o 和 P_i 分别是与外区

5 和内区 4 中的任何位置相关而测量的压力值。

[0165] 实施例 3

[0166] 下面提供了一个实施方案的描述,其中根据外区压力 (P_o) 的变化控制内区压力 (P_i),并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0167] 如图 1 和 2 中所示,通过连接管将气体出口部件 17、用于除去细硅颗粒的尾气处理部件 34 和第一压力控制阀 30b 彼此相互连接。然后,可以通过将连接管与开 / 关阀门 27e 和压力差计 32 相互连接而构成内压控制部件 30。

[0168] 同时,如图 1 中所示,可以通过将惰性气体连接部件 26b 和压力差计 32 相互连接而构成外压控制部件 31,通过连接管将该惰性气体连接部件 26b 和压力差计 32 彼此相互连接。在此,可以经由惰性气体连接部件 26a 将惰性气体 12 供给外区。

[0169] 在本实施例中,压力差计 32 是内压控制部件 30 和外压控制部件 31 两者的共用单元。此外,可以省去压力控制阀 31b、31b'。

[0170] 当如上所述构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31 时,可以通过使用两者都充当压力差控制部件的单元的压力差计 32 和第一压力控制阀 30b,独立于外区压力 (P_o) 的变化将外区压力 (P_o) 和内区上部中的内区压力 (P_i) 间的差维持到小于 1 巴。

[0171] 另外,内压控制部件 30 可以与内区 4c 的上部连接,该内区 4c 的上部的压力低于流化床中或其下面的那些压力,并且优选控制第一压力控制阀 30b 以致可以满足 $P_o \geq P_i$ 的条件。

[0172] 然而,当通过气体分析部件 35(其可以如图 2 中所示安装)在尾气 13 中检测到惰性气体 12 组分时,可以控制第一压力控制阀 30b 以致可以满足 $P_i \geq P_o$ 的条件。

[0173] 在流化床反应器的上述构成和操作之后,可以在内区 4 中的任何位置满足 $0 \text{ 巴} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0174] 同时,本实施例的目标可以如下实现:自动控制压力差计 32 和第一压力控制阀 30b 的集成电路,或根据采用压力差计 32 测得的 ΔP 的值手工操作第一压力控制阀 30b。

[0175] 代替压力差计 32,可以仅安装第一压力计 30a 和第三压力计 31a 分别作为内压控制部件 30 和外压控制部件 31。或者,通过除了压力差计 32 之外还分别在内压控制部件 30 和外压控制部件 31 中装备第一压力计 30a 和第三压力计 31a 来进一步校正或改进压力差控制部件。

[0176] 实施例 4

[0177] 下面提供了另一个实施方案的描述,其中根据外区压力 (P_o) 的变化控制内区压力 (P_i),并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0178] 如图 1 和 2 中所示,可以如下构成内压控制部件 30:经由用于除去细硅颗粒的尾气处理部件 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口部件 17 相互连接,它们是通过连接管彼此相互连接的。

[0179] 同时,如图 1 中所示,可以通过将供应惰性气体 12 的惰性气体连接部件 26a 和第四压力计 31a' 相互连接而构成外压控制部件 31,通过连接管将该惰性气体连接部件 26a 和第四压力计 31a' 彼此相互连接。在此,可以经由惰性气体连接部件 26b 排出惰性气体 12。此外,可以省去图 1 中的压力控制阀 31b、31b'。

[0180] 当如上所述构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31 时,可以通过使用两者都

充当压力差控制部件的单元的第四压力计 31a' 和第一压力控制阀 30b, 独立于外区压力 (P_o) 的变化将外区压力 (P_o) 和内区 4c 上部中的内区压力 (P_i) 间的差维持到小于 1 巴。

[0181] 另外, 因为内压控制部件 30 可以与内区 4c 的上部连接, 该内区 4c 上部的压力低于流化床中或其下面的那些压力, 所以优选控制第一压力控制阀 30b 以致可以满足 $P_o \geq P_i$ 的条件。

[0182] 然而, 当通过气体分析部件 35 (其可以如图 2 中所示安装) 在尾气 13 中检测到惰性气体 12 组分时, 可以控制第一压力控制阀 30b 以致可以满足 $P_i \geq P_o$ 的条件。

[0183] 在流化床反应器的上述构成和操作之后, 可以在内区 4 中的任何位置满足 $0 \text{ 巴} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0184] 同时, 本实施例的目标可以如下实现: 自动控制第四压力计 31a' 和第一压力控制阀 30b 的集成电路, 或根据采用第四压力计 31a' 测得的压力值手工操作第一压力控制阀 30b。

[0185] 代替将第四压力计 31a' 连接到惰性气体连接部件 26, 还可以通过将第五压力计 31p 连接到外区连接部件 28 (如图 1 中所示) 或将第五压力计 31p 连接到外区连接部件 28a (如图 2 中所示) 或将第三压力计 31a 连接到惰性气体连接部件 26b (如图 2 中所示) 而构成外压控制部件 31。然后, 用于外压控制部件 31 的各个压力计也可以充当压力差控制部件的另一个单元。因此, 本实施例的目标可以如下实现: 根据包括在各种外压控制部件 31 内的压力差控制部件的其它单元调节第一压力控制阀 30b, 该第一压力控制阀 30b 充当包括在内压控制部件 30 内的压力差控制部件的单元。

[0186] 实施例 5

[0187] 下面提供了一个实施方案的描述, 其中根据内区压力 (P_i) 的变化控制外区压力 (P_o), 并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0188] 如图 1 和 2 所示, 可以通过将开 / 关阀门 27d 和压力差计 32 与外区连接部件 25 而不是气体出口部件 17 相互连接而构成内压控制部件 30, 通过连接管将开 / 关阀 27d、压力差计 32 和外区连接部件 25 彼此相互连接。

[0189] 同时, 如图 1 中所示, 可以通过将第三压力控制阀 31b 和压力差计 32 与惰性气体连接部件 26b 相互连接而构成外压控制部件 31, 通过连接管将第三压力控制阀 31b、压力差计 32 和惰性气体连接部件 26b 彼此相互连接。这种情况与其中将开 / 关阀门 27c、27e 闭合的构成情况对应。在本实施例中, 压力差计 32 是内压控制部件 30 和外压控制部件 31 两者的共用单元。

[0190] 当如上所述构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31 时, 可以通过使用两者都充当压力差控制部件的单元的压力差计 32 和第三压力控制阀 31b, 独立于内区压力 (P_i) 的变化而将外区压力 (P_o) 和内区 4c 上部中的内区压力 (P_i) 间的差维持到小于 1 巴。

[0191] 另外, 因为内压控制部件 30 可以与内区 4c 的上部连接, 该内区 4c 上部的压力低于流化床中或其下面的那些压力, 所以可以控制第三压力控制阀 31b 以致可以满足 $P_o \geq P_i$ 的条件。

[0192] 然而, 当通过气体分析部件 35 (其可以如图 2 中所示安装) 在尾气 13 中检测到惰性气体 12 组分时, 可以控制第一压力控制阀 30b 以致可以满足 $P_i \geq P_o$ 的条件。

[0193] 在流化床反应器的上述构成和操作之后, 可以在内区 4 中的任何位置满足 0 巴

$\leq |P_o - P_i| \leq 1$ 巴的条件。

[0194] 同时,本实施例的目标可以如下实现:自动控制压力差计 32 和第三压力控制阀 31b 的集成电路,或根据采用压力差计 32 测得的 ΔP 值手工操作第三压力控制阀 31b。

[0195] 代替压力差计 32,可以仅安装第一压力计 30a 和第三压力计 31a 分别作为内压控制部件 30 和外压控制部件 31。或者,通过除了压力差计 32 之外还分别在内压控制部件 30 和外压控制部件 31 中装备第一压力计 30a 和第三压力计 31a 来进一步校正或改进压力差控制部件。

[0196] 在这一实施例中的外压控制部件可以按另一个形式构成。例如,代替图 1 中将压力控制阀 31b 和压力差计 32 与惰性气体连接部件 26b 相互连接,还可以通过将第四压力阀 31b' 和压力差计 32 与供应惰性气体的惰性气体连接部件 26a 相互连接而构成外压控制部件,通过连接管将它们彼此相互连接。如果压力差控制部件的对应单元进一步一同用外压控制部件的这种变型替换,则也可以由此实现本实施例的目标。

[0197] 实施例 6

[0198] 下面提供了另一个实施方案的描述,其中根据内区压力 (P_i) 的变化控制外区压力 (P_o),并且由此维持该内区压力和外区压力的值之间的差在 0-1 巴的范围内。

[0199] 如图 2 中所示,可以通过将第二压力计 30a' 和压力差计 32 与流化气体入口部件 14 彼此相互连接而构成内压控制部件 30,通过连接管和 / 或通过电集成将第二压力计 30a'、压力差计 32 和流化气体入口部件 14 彼此相互连接。

[0200] 同时,如图 2 中所示,可以通过将两者都与惰性气体连接部件 26b 连接的第三压力计 31a 和压力差计 32 与第二压力控制阀 30b' 相互连接而构成外压控制部件 31,该第二压力控制阀 30b' 与惰性气体连接部件 26a 连接。在此,可以通过连接管和 / 或通过电集成实现该相互连接。

[0201] 在本实施例中,压力差计 32 是内压控制部件 30 和外压控制部件 31 两者的共用单元。压力差计 32 显示 P_i 和 P_o 间差值的物理和 / 或电信号,该 P_i 和 P_o 是分别采用第二压力计 30a' 和第三压力计 31a 测得的。

[0202] 可以进一步将波动降低部件 33 应用于压力差计,原因在于流化床中硅颗粒的流化自然地将波动引入通过第二压力计 30a' 测量的 P_i 值。波动降低部件 33 可以包括压力波动衰减 (或缓冲) 部件例如物理设备或基于软件的设备,其将波动信号转换成预定短时间段 (例如 1 秒) 的平均 P_i 值。

[0203] 然后,通过使用两者都充当压力差控制部件的单元的压力差计 32 和第二压力控制阀 30b', 独立于经由与内区连接的流化气体入口部件 14 测得的内区压力 (P_i) 的变化将外区压力 (P_o) 和内区压力 (P_i) 间的差值维持到小于 1 巴。

[0204] 另外,因为内压控制部件 30 可以与流化床的下部连接,该流化床下部的压力高于内区 4c 上部中的压力,所以可以控制第二压力控制阀 30b' 以致可以满足 $P_o \leq P_i$ 的条件。

[0205] 然而,当通过气体分析部件 35 (其可以如图 2 所示安装) 在惰性气体 12' 中检测到尾气 13 组分时,可以控制第二压力控制阀 30b' 以致可以满足 $P_o \geq P_i$ 的条件。

[0206] 在流化床反应器的上述构成和操作之后,可以在内区 4 中的任何位置满足 $0 \text{ 巴} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0207] 同时,本实施例的目标可以如下实现:自动控制压力差计 32 和第二压力控制阀

30b' 的集成电路,或根据采用压力差计 32 测得的 ΔP 值手工操作第二压力控制阀 30b' 。

[0208] 另外,代表与惰性气体连接部件 26b 连接的第三压力计 31a,可以将另一个外压计与压力差计 32 连接以便实现本实施例的目标。例如,外压计还可以选自与外区连接部件 28a 连接的第五压力计 31p 或与惰性气体连接部件 26a 连接的第六压力计 31q。

[0209] 实施例 7

[0210] 下面提供了一个实施方案的描述,其中通过使用空间上将内区和外区相互连接的平衡管线而将内区压力 P_i 和外区压力 P_o 的值之间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0211] 如图 1 所示,平衡管线 23 可以由空间上将内区连接部件 25 与惰性气体连接部件 26b 相互连接的连接管组成。

[0212] 在这种情况下,内压控制部件 30 可以基本上由内区连接部件 25 和连接管组成,并且可以进一步包括开/关阀门 27d 和第一压力计 30a,如图 1 所示。同时,外压控制部件 31 可以基本上由连接部件(其选自惰性气体连接部件 26a 或外区连接部件 28)和连接管组成,并且可以进一步包括开/关阀门 31c 和第三压力计 31a,如图 1 所示。

[0213] 在本实施例中,平衡管线 23 由两个连接管组成,该两个连接管分别构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31。因此,平衡管线 23 自身充当压力差控制部件。由于空间上将内区 4c 的上部与外区 5 相互连接,该平衡管线 23 自然地阻止这两个区域之间的明显压力差。

[0214] 在流化床 4a 的在该床中 P_i 最高的下部测得的内区压力 P_i 和在内区 4c 上部测得的外区压力 P_o 间的压力差通常小于 1 巴。因此,如果平衡管线 23 用作压力差控制部件,则 P_i 和 P_o 间的压力差,即反应器管 2 内部与外部间的压力差可以与 P_i 的测量点无关地维持在小于 1 巴。

[0215] 本实施例的目标还可以通过选择与气体出口部件 17 而不是内区连接部件 25 连接的空间来构成内压控制部件 30 来实现。

[0216] 同时,当进一步将压力平衡阀 27c 装备在平衡管线 23 上,从而空间上分割内区和外区时,还可以获得归因于平衡管线 23(其是本实施例中的压力差控制部件)的 P_i 和 P_o 的压力均衡效果。

[0217] 实施例 8

[0218] 下面提供了另一个实施方案的描述,其中通过使用空间上将内区和外区相互连接的平衡管线将内区压力和外区压力的值之间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0219] 如图 2 所示,平衡管线 23 可以由空间上将内区连接部件 25 和外区连接部件 28b 相互连接的连接管组成。在这种情况下,内压控制部件 30 可以基本上由内区连接部件 25 和连接管组成。同时,外压控制部件 31 可以基本上由外区连接部件 28b 和连接管组成。

[0220] 在本实施例中,平衡管线 23 由两个连接管组成,该两个连接管分别构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31。因此,平衡管线 23 自身充当压力差控制部件。由于空间上将内区 4c 的上部与外区 5 相互连接,该平衡管线 23 自然地阻止这两个区域之间的表观压力差。

[0221] 在流化床 4a 的在该床中 P_i 最高的下部测得的内区压力 P_i 和在内区 4c 上部测得的 P_o 间的压力差通常小于 1 巴。因此,如果平衡管线 23 用作压力差控制部件,则 P_i 和 P_o 间的压力差,即反应器管 2 内部与外部间的压力差可以与 P_i 的测量点无关地维持在小于 1

巴。

[0222] 同时,为了阻止杂质颗粒和组分经过平衡管线 23 迁移,过滤器 36 和 / 或开 / 关阀门 27d 可以进一步装备在平衡管线 23 上,如图 2 所示。

[0223] 实施例 9

[0224] 下面提供了又一个实施方案的描述,其中通过使用空间上将内区和外区相互连接的平衡管线将内区压力和外区压力的值之间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0225] 如图 2 所示,平衡管线 23 可以由空间上将气体出口部件 17 与惰性气体连接部件 26b 相互连接的连接管组成。

[0226] 在这种情况下,内压控制部件 30 可以基本上由气体出口部件 17、尾气处理部件 34 和连接管组成,并且可以进一步包括第一压力计 30a、开 / 关阀门 31d、过滤器 36 等,如图 2 所示。同时,外压控制部件 31 可以基本上由连接部件 (其选自惰性气体连接部件 26a 或外区连接部件 28) 和连接管组成,并且可以进一步包括开 / 关阀门 31b、31e、31f、31g,气体分析部件 35 和第三压力计 31a 等,如图 2 所示。

[0227] 在本实施例中,平衡管线 23 由两个连接管组成,该两个连接管分别构成内压控制部件 30 和外压控制部件 31。因此,平衡管线 23 自身充当压力差控制部件。由于空间上将内区 4c 的上部与外区 5 相互连接,该平衡管线 23 自然地阻止这两个区域之间的表观压力差。

[0228] 在流化床 4a 的在该床中 P_i 最高的下部测得的内区压力 P_i 和在内区 4c 上部测得的 P_o 间的压力差通常小于 1 巴。因此,如果平衡管线 23 用作压力差控制部件,则 P_i 和 P_o 间的压力差,即反应器管 2 内部与外部间的压力差可以与 P_i 的测量点无关地维持在小于 1 巴。

[0229] 当通过选择与反应气体入口部件 15 而不是气体出口部件 17 连接的空间构成内压控制部件 30 而将反应气体入口部件 15 与外区 5 相互连接时,也可以实现本实施例的目标。

[0230] 同时,当进一步将空间上分割内区和外区的图 2 中的压力平衡阀 27c 装备在平衡管线 23 上时,还可以获得归因于平衡管线 23 (其是本实施例中的压力差控制部件) 的 P_i 和 P_o 的压力均衡效果。

[0231] 实施例 10

[0232] 下面提供了又一个实施方案的描述,其中根据内区压力 (P_i) 的变化控制外区压力 (P_o),并且由此维持该内压和外压的值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0233] 在本实施例中,可以由在两个以上空间测得的两个以上压力值估算内区压力的平均值 $P_i(\text{avg})$,该两个空间独立地与流化气体入口部件 14 和气体出口部件 17 空间上连接。然后,可以根据 $P_i(\text{avg})$ 的估计值控制 P_o ,从而维持 P_i 和 P_o 值之间的差值在 1 巴、优选 0.5 巴内。

[0234] 在本实施例中,第二压力计 30a' 和第一压力计 30a 经安装分别与流化气体入口部件 14 和气体出口部件 17 连接。内压控制部件 30 可以构成为图 2 的压力差计 32 和包括算术处理器的控制器的集成电路,其中该控制器基于两个压力计 30a'、30a 的实时测量值产生 $P_i(\text{avg})$ 的估计值。同时,如图 2 所示,外压控制部件 31 可以构成为压力差计 32 以及第二压力控制阀 30b' 和第三压力计 31a 的集成电路,该第二压力控制阀 30b' 和第三压力计 31a 分别与惰性气体连接部件 26a 和惰性气体连接部件 26b 连接。在此,压力差计 32 显

示 $P_i(\text{avg})$ 和 P_o 之间的差值,并且产生对应于该差值的电信号,从而操作第二压力控制阀 30b'。因此,由于是内压控制部件 30 和外压控制部件 31 的共用单元,压力差计 32 的基于软件的功能可以耦合到控制器中用于 $P_i(\text{avg})$ 的估算。

[0235] 因为通过第二压力计 30a' 测量的 P_i 值依赖于流化床的流化状态而波动,所以包括用于估算 $P_i(\text{avg})$ 的算术处理器的控制器可以进一步包括基于软件的衰减部件,该部件基于 P_i 的波动实时值以例如 10 秒或 1 分钟的间隔产生压力的时间平均值 $P_i^*(\text{avg})$ 。这种衰减部件可以允许基于时间平均值而不是波动 P_i 平稳地操作第二压力控制阀 30b'。

[0236] 使用包括算术处理器的控制器和第二压力控制阀 30b' 作为压力差控制部件,有可能根据在与内区连接的不同位置处测量的 P_i 值的平均值 $P_i(\text{avg})$ 或 P_i 值的时间平均值 $P_i^*(\text{avg})$ 的变化控制外压 (P_o),然后维持 P_o 与 $P_i(\text{avg})$ 的差值或 P_o 与 $P_i^*(\text{avg})$ 的差值在 0-1 巴的范围内。

[0237] 根据内压的平均值 $P_i(\text{avg})$ 或时间平均值 $P_i^*(\text{avg})$ 操纵第二压力控制阀 30b' 以便控制外压可以在对经过气体出口部件 17 或尾气处理部件 34 的尾气和 / 或对经过外区连接部件 28 或惰性气体连接部件 26b 从外区排出的气体进行气体组分分析之后来调节。如果在尾气中检测到大量惰性气体组分,则优选降低 P_o ,从而减少杂质从外区 5 迁移到内区 4 中。相反,如果除惰性气体 12 之外还在来自外区的气体中检测到尾气 13 组分,则优选提高 P_o ,从而减少杂质从内区 4 迁移到外区 5 中。尽管如此,根据本实施例,不管控制 P_o 的条件如何,应该满足 $|P_o - P_i^*(\text{avg})| \leq 1$ 的条件。如果未检出杂质组分,则优选操控第二压力控制阀 30b' 以致 P_o 可以基本上与 $P_i^*(\text{avg})$ 相同。因此,通过控制内区 4 和外区 5 之间的压力差有可能使不希望的杂质迁移最小化或被阻止,尽管在流化床反应器的操作期间反应器管 2 的密封部件 41a、41b 没有被维持完善。

[0238] 本实施例的目标还可以通过按不同的方式构成外压控制部件 31 来实现。例如,代替与惰性气体连接部件 26b 连接的第三压力计 31a,可以将分别与外区连接部件 28a 或惰性气体连接部件 26a 连接的第五压力计 31p 或第六压力计 31q 选择作为待与压力差计 32 连接的的压力计。另外,代替与惰性气体连接部件 26a 连接的第二压力控制阀 30b',可以选择与惰性气体连接部件 26b 连接的第三压力控制阀 31b 作为压力控制阀。

[0239] 同时,本实施例的目标还可以通过按不同的方式构成内压控制部件 30 来实现。例如,代替与流化气体入口部件 14 连接的第二压力计 30a',可以选择与硅产物颗粒出口部件 16 空间连接的的压力计用于与和气体出口部件 17 连接的第一压力计 30a 一同测量 $P_i(\text{avg})$ 。

[0240] 除上述实施例之外,可以按各种方式构成内压控制部件 30、外压控制部件 31 和压力差控制部件用于制备根据本发明的粒状多晶硅。

[0241] 如上所述,本文中用于制备粒状多晶硅的高压流化床反应器具有如下优越性。

[0242] 1. 反应器管两侧之间的压力差被维持得如此低以致高压硅沉积是可能的,而不会使反应器管的物理稳定性劣化,从而能够根本上阻止反应器管由于压力差引起的破坏,和增加反应器的长期稳定性。

[0243] 2. 硅沉积反应甚至可以在高压下进行,从而能够显著地提高每一流化床反应器的多晶硅的生产收率。

[0244] 3. 有可能降低制备反应器管的成本,因为反应器管的材料或厚度可以不受压力影

响地确定。

[0245] 4. 可以在相对低的成本下将内压和外压之间的差值维持在预定范围内,而不需要连续地将大量惰性气体提供到反应器的外区中。

[0246] 5. 维持反应器的外区在惰性气氛下并且惰性气体可以经过独立的出口排出。因此,虽然将保温材料和非必要的加热器安装在外区中并且该外区可以在径向或垂直方向上包括附加的分割部件,但是有可能显著地降低来自这些部件的杂质可能迁移到内区中并且使多晶硅产物的质量劣化的可能性。

[0247] 6. 可以显著地提高反应器的长期稳定性,因为在外区中那些附加部件的化学及物理特性方面的任何热劣化在惰性气氛下是不可能的。

[0248] 7. 甚至当流化气体、反应气体或尾气或细硅颗粒的组分偶然从内区迁移到外区中时,可以通过引入外区的惰性气体容易地从中除去它们,从而能够阻止由于外区中的污染引起的操作中断。

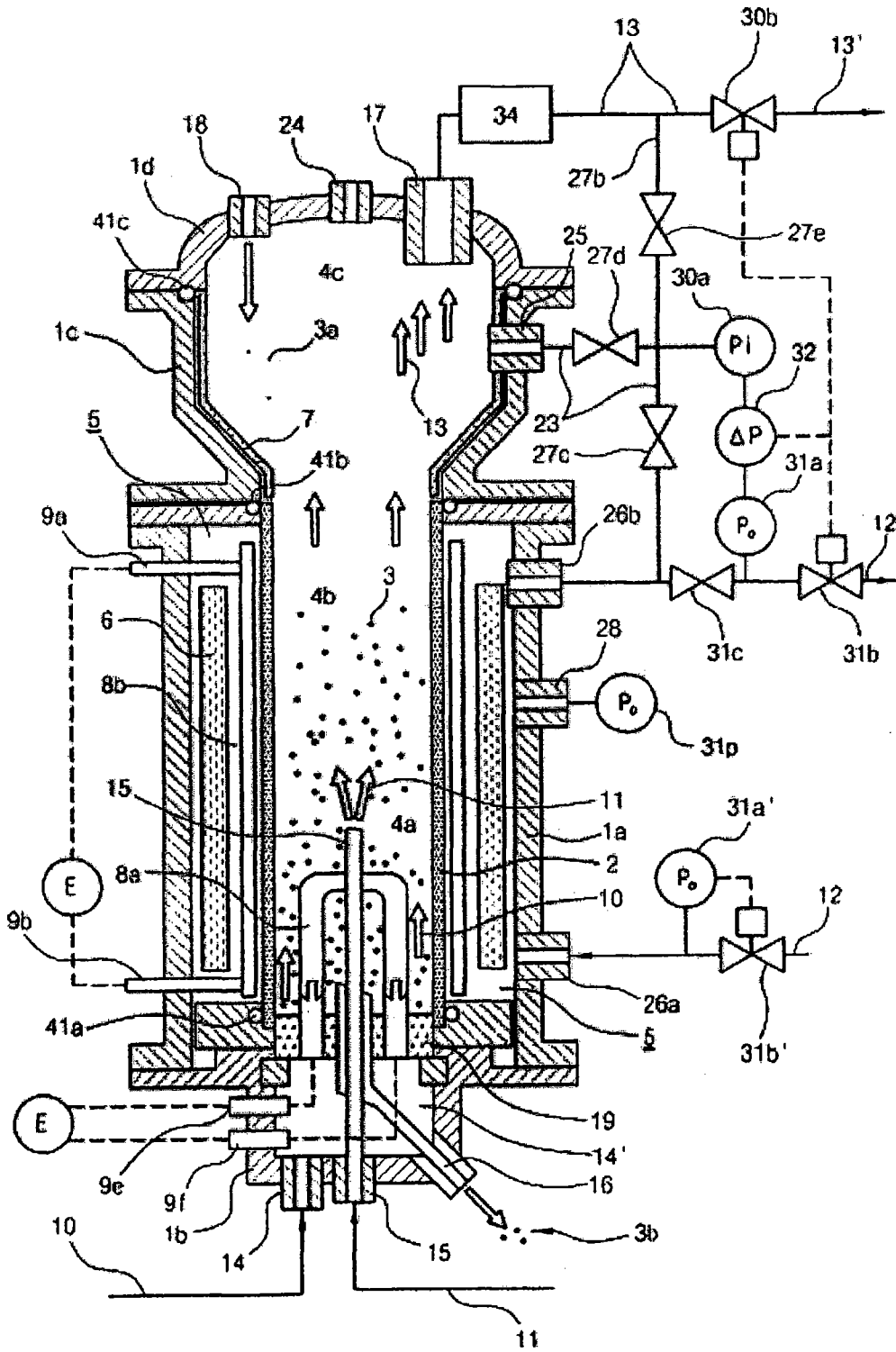


图 1

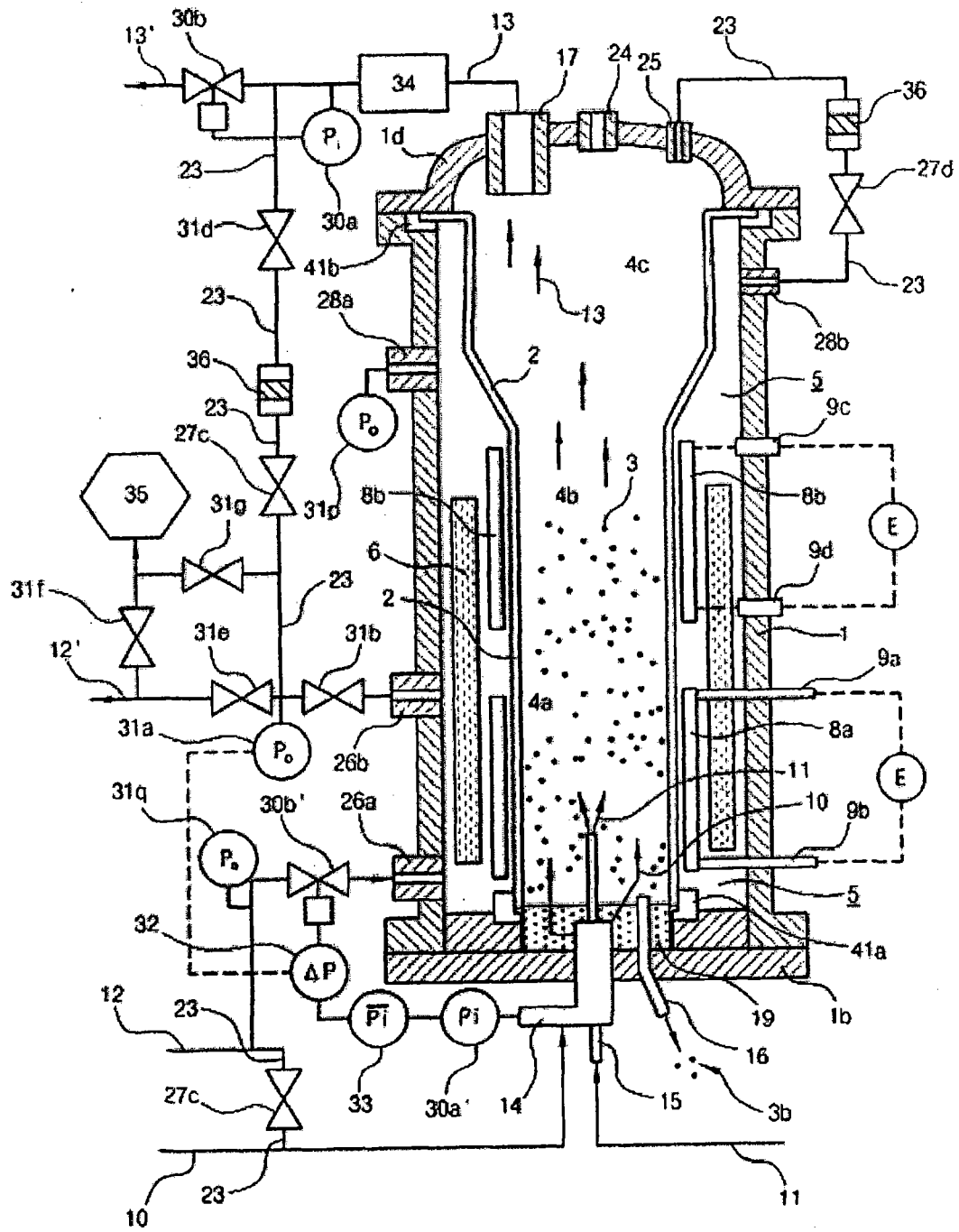


图 2