



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101384510 B

(45) 授权公告日 2012. 08. 29

(21) 申请号 200780005483. 2

(22) 申请日 2007. 02. 14

(30) 优先权数据

10-2006-0013973 2006. 02. 14 KR

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 08. 14

(86) PCT申请的申请数据

PCT/KR2007/000781 2007. 02. 14

(87) PCT申请的公布数据

W02007/094607 EN 2007. 08. 23

(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 郭建新

(51) Int. Cl.

B01J 8/24(2006. 01)

C01B 33/027(2006. 01)

C30B 29/06(2006. 01)

C30B 28/14(2006. 01)

(56) 对比文件

DE 19948395 A1, 2001. 05. 03,

JP 平 1-168333 A, 1989. 07. 03,

审查员 付佳

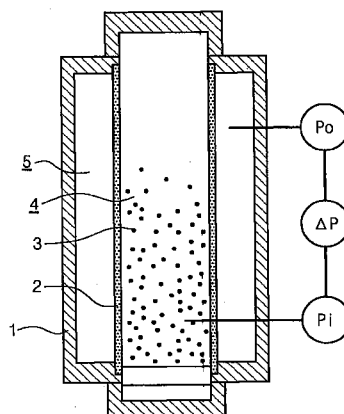
权利要求书 1 页 说明书 23 页 附图 3 页

(54) 发明名称

使用流化床反应器制备颗粒多晶硅的方法

(57) 摘要

本发明涉及在流化床反应器中大规模制备颗粒状多晶硅的方法,所述流化床反应器包含:(a) 反应器管;(b) 包围所述反应器管的反应器壳;(c) 在所述反应器管内形成的内区,以及在所述反应器壳和所述反应器管之间形成的外区,其中在所述内区中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而所述外区被保持在惰性气氛下;(d) 控制装置,用于将所述内区与所述外区之间的压力差维持在 0 至 1 巴的范围内,从而甚至在较高的反应压力下也能够维持所述反应器管的物理稳定性并且高效地制备颗粒状多晶硅。



1. 使用流化床反应器制备多晶硅的方法,包括:

(a) 采用流化床反应器,其中将反应器管垂直地放置在反应器壳内以致被所述反应器壳包围,由此将所述反应器壳的内部空间划分成在所述反应器管内形成的内区和在所述反应器壳和反应器管中间形成的外区,其中在所述内区中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而在所述外区中不形成硅颗粒床并且不发生硅沉积;

(b) 使用内压控制装置直接或间接地测量和 / 或控制内区压力,使用外压控制装置直接或间接地测量和 / 或控制外区压力,并且当经由选自与所述硅颗粒床空间连接的流化气体入口装置、反应气体入口装置、硅颗粒出口装置和内区连接装置中的至少一个装置将内压控制装置与内区空间连接时,维持所述内区压力  $P_i$  和外区压力  $P_o$  之间的差值以致满足  $0 \text{ 巴} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ 巴}$  的条件;

(c) 使用流化气体入口装置将流化气体引入该硅颗粒床;

(d) 使用反应气体入口装置将含硅原子的反应气体引入所述硅颗粒床;

(e) 将惰性气体引入所述外区,由此在所述外区中维持大体惰性的气氛,其中所述惰性气体包含至少一种选自氢气、氮气、氩气和氦气的气体;

(f) 使用安装在所述内区和 / 或外区中的加热装置加热所述硅颗粒床;

(g) 将在所述内区内制备的多晶硅颗粒排放到所述流化床反应器的外部;

(h) 将尾气排放到所述流化床反应器的外部,所述尾气包括通过所述硅颗粒床的流化气体、未反应的反应气体和副产物气体。

2. 权利要求 1 的方法,其中所述反应气体是含硅原子的气体,选自由甲硅烷、二氯甲硅烷、三氯硅烷、四氯化硅和它们的混合物组成的组。

3. 权利要求 2 的方法,其中所述反应气体还包含至少一种选自由氢气、氮气、氩气、氦气、氯化氢和它们的混合物的气体组成的组。

4. 权利要求 1 的方法,其中所述流化气体是选自由氢气、氮气、氩气、氦气、氯化氢、四氯化硅和它们的混合物的气体组成的组。

5. 权利要求 1 的方法,其中维持外区压力  $P_o$  或内区压力  $P_i$  在 1-15 巴的范围内。

6. 权利要求 1 的方法,其中可以将外区压力  $P_o$  控制在介于内区中可测量的最大和最小压力值之间的范围内。

7. 根据权利要求 1 的方法,其中通过使用气体分析装置基于气体的气体分析确定包含在内压控制装置和 / 或外压控制装置中的压力差控制装置的压力控制条件,所述气体存在于所述内区和 / 或外区中或是从所述内区和 / 或外区排放的。

8. 权利要求 1 的方法,其中在硅颗粒床的下部中形成了填充材料的填充床,所述填充材料没有被流化气体的流动流化,其中所述填充床的高度布置得低于借以将反应气体引入硅颗粒床的反应气体入口装置的出口。

## 使用流化床反应器制备颗粒多晶硅的方法

### [ 技术领域 ]

[0001] 本发明涉及使用流化床反应器大规模生产颗粒多晶硅的方法,所述流化床反应器甚至在较高压力下也能在长期操作期间维持稳定。

### [ 技术问题 ]

[0003] 通常,高纯度多晶硅用作制造半导体装置或太阳能电池的基本材料。多晶硅是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、从而允许硅在硅颗粒上连续沉积而制备的。

[0004] 对于多晶硅的大规模生产,主要使用钟罩型反应器,它提供直径大约 50-300mm 的杆式多晶硅产物。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杆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损失。

[0005] 替换地,最近已开发了流化床反应器制备尺寸为 0.5-3mm 的颗粒多晶硅。根据这一方法,硅颗粒的流化床通过气体的上升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颗粒上而增加。

[0006] 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 体系的硅烷化合物例如甲硅烷 ( $\text{SiH}_4$ )、二氯甲硅烷 ( $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ )、三氯硅烷 ( $\text{SiHCl}_3$ )、四氯化硅 ( $\text{SiCl}_4$ ) 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气、氮气、氩气、氦气等。

[0007] 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。

[0008] 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能提供颗粒多晶硅产物。

[0009] 在此,由于连续的硅沉积或硅颗粒的附聚,较小的硅颗粒(即种晶)尺寸变大,从而损失流动性并最终向下运动。种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,即多晶硅可以从排出反应器的下部连续、定时或间歇地排出。

[0010] 由于硅颗粒的较高的表面积,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产量。此外,颗粒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,晶块或薄膜生产,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。虽然这些后续过程是按间歇方式操作的,但是颗粒多晶硅的制造允许这些过程按半连续或连续方式进行。

[0011] 流化床反应器的这种生产率的增加是为颗粒多晶硅的低成本制造所要求的。为此,在低单位能量消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。

[0012] 与制备常用化学产品的常规的流化床反应器不同,在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较弱,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所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能。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。因此通常的是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中间或在反应器壳的外部填充绝缘材料以降低热损失。

[0013] 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绝缘材料安装在该壳外部。

[0014] 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;和包围该加热器和绝缘材料的外部安全壳。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中间以防止反应器管的破裂和其内部空间的沾染。

[0015] 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。

[0016] 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合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。

[0017] 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,这一专利仍然具有内压不能增加到超过大气压和微波供应装置应该与反应器壳相结合的问题,因此没有提供方法来克服反应器管的在高压反应下预期的机械弱点。

[0018] [技术解决方案]

[0019] 因此,本发明的目的是提供通过流化床反应器的稳定、长期的操作制备多晶硅的改进方法,而不受反应压力增加的约束。

[0020] 在这一方面,本发明人基于以下实验结果完成了本发明,即如果将反应器管两侧之间的压力差维持在预定范围内,则流化床反应器可能甚至在高压下长期稳定地操作,从而满足基于流化床法制备多晶硅所要求的各种条件。

[0021] 本发明的另一个目的是提供改进的流化床反应器的制备方法,该流化床反应器虽然由为制备多晶硅的常压操作可接受的材料组成,但是却可以应用于高压操作。

[0022] 本发明的又一个目的是提供制备多晶硅的方法,该方法允许容易安装加热装置用于将硅颗粒加热到为制备多晶硅所要求的高反应温度。

[0023] 本发明的另一个目的是提供多晶硅的制备方法,该方法可以在承受由硅颗粒的流化而施加于反应器管上的物理应力的同时保证长期稳定性。

[0024] 本发明的又一个目的是提供制备多晶硅的方法,其中尽管反应器管暴露在处于高温和压力下的连续流化的硅颗粒中但仍可以保证反应器的稳定性。

[0025] 本发明还旨在提供一种方法,该方法可以方便地应用于制备高纯度多晶硅颗粒同时使杂质污染最小化。

[0026] [发明的模式]

[0027] 为了实现上述目的,本发明提供使用流化床反应器制备多晶硅的方法,包括以下程序:(a) 采用流化床反应器,其中将反应器管垂直地放置在反应器壳内以致被所述反应器壳包围,由此将所述反应器壳的内部空间划分成在所述反应器管内形成的内区和在所述反应器壳和反应器管中间形成的外区,其中在所述内区中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而在所述外区中不形成硅颗粒床并且不发生硅沉积;(b) 使用内压控制装置直接或间接地测量和/或控制内区压力,使用外压控制装置直接或间接地测量和/或控制外区压力,并使用压力差控制装置将所述内区压力和外区压力之间的差值维持在1巴内;(c) 使用流化气体入口装置将流化气体引入所述硅颗粒床;(d) 使用反应气体入口装置将含硅原子的反应气体引入所述硅颗粒床;(e) 将惰性气体引入所述外区,由此在所述外区中维持大体惰性的气氛;(f) 使用安装在所述内区和/或外区中的加热装置加热所述硅颗粒床;(g) 将在所述内区内制备的多晶硅颗粒排放到所述流化床反应器的外部;(h) 将尾气排放到所述流化床反应器的外部,所述尾气包括通过所述硅颗粒床的流化气体、未反应的反应气体和副产物气体。

[0028] 在一个优选的实施方案中,所述反应气体是含硅原子的气体,选自由甲硅烷、二氯甲硅烷、三氯硅烷、四氯化硅和它们的混合物组成的组。

[0029] 任选地,所述反应气体还包含至少一种选自由氢气、氮气、氩气、氦气、氯化氢和它们的混合物组成的组的气体。

[0030] 在一个优选的实施方案中,所述流化气体是选自由氢气、氮气、氩气、氦气、氯化氢、四氯化硅和它们的混合物组成的组的气体。

[0031] 在一个优选的实施方案中,惰性气体包含至少一种选自由氢气、氮气、氩气和氦气组成的组的气体。

[0032] 在一个优选的实施方案中,维持外区压力( $P_o$ )或内区压力( $P_i$ )在1-15巴的范围内。

[0033] 具体来说,可以将外区压力( $P_o$ )控制在介于内区中可测量的最大和最小压力值之间。

[0034] 同时,当经由选自与所述硅颗粒床空间连接的流化气体入口装置、反应气体入口装置、硅颗粒出口装置和内区连接装置中的至少一个装置将内压控制装置与内区空间连接时,维持外区压力( $P_o$ )和内区压力( $P_i$ )之间的差值以满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0035] 相反,当经由选自与该内区的上部而不是硅颗粒床空间连接的气体出口装置、硅种晶入口装置和内区连接装置中的至少一个装置将内压控制装置与内区空间连接时,维持外区压力( $P_o$ )和内区压力( $P_i$ )之间的差值以致满足 $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$ 的条件。

[0036] 在一个优选的实施方案中,通过使用气体分析装置基于气体的气体分析确定包括在内压控制装置和/或外压控制装置中的压力差控制装置的压力控制条件,该气体存在于所述内区和/或外区中或是从所述内区和/或外区排放的。

[0037] 在一个优选的实施方案中,在硅颗粒床的下部中形成了填充材料的填充床,所述填充材料没有被流化气体的流动流化,其中所述填充床的高度布置得低于借以将反应气体引入硅颗粒床的所述反应气体入口装置的出口。

[0038] 参照本文附图,在下面提供了本发明的详细描述。

[0039] 为了制备根据本发明的多晶硅,需要采用如图 1 示意性示出的流化床反应器,其中反应器管由反应器壳包围以致所述反应器壳内的空间可以由所述反应器管分成内区和外区。根据本发明的主要方面,在反应器的操作期间维持该两个区域之间的压力差在 1 巴内。

[0040] 即,反应器管 2 垂直地放置在反应器壳 1 内以被所述反应器壳 1 包围,由此将所述反应器壳 1 的内部空间划分成在反应器管 2 内形成的内区 4 和在反应器壳 1 和反应器管 2 中间形成的外区 5,其中在所述内区中形成硅颗粒 3 的床,即硅颗粒床并且发生硅沉积,而在所述外区中不形成硅颗粒床并且不发生硅沉积。然后,根据本发明如下制备多晶硅:采用流化床反应器并维持内区压力和外区压力之间的差值在 1 巴内。

[0041] 基于这一方法,可以如下制备颗粒多晶硅:使用内压控制装置直接或间接地测量和/或控制内区压力,使用外压控制装置直接或间接地测量和/或控制外区压力并通过控制压力差将内区压力和外区压力之间的差值维持在 1 巴内。

[0042] 此外,可以如下制备颗粒多晶硅:使用流化气体入口装置将流化气体引入该硅颗粒床;使用反应气体入口装置将含硅原子的反应气体引入所述硅颗粒床;将惰性气体引入外区 5,由此在所述外区 5 中维持大体惰性的气氛;将在所述内区 4 内制备的多晶硅颗粒排放到所述流化床反应器的外部;和将尾气排放到所述流化床反应器的外部,所述尾气包括通过硅颗粒床的流化气体、未反应的反应气体和副产物气体。

[0043] 首先,下文提供了关于如何构成待根据本发明的方法采用的流化床反应器的详细描述。

[0044] 图 2 和 3 是制备颗粒多晶硅的高压流化床反应器的横剖面图,其中按全面的方式举例说明了根据本发明的一些实施方案。

[0045] 用于本发明的流化床反应器的结构由反应器管和反应器壳组成。在这里流化床反应器的内部空间与外部空间分离。反应器壳 1 包围反应器管 2,该反应器管 2 基本上垂直地放置在所述反应器壳 1 内。反应器管 2 将反应器壳 1 的内部空间划分成在反应器管 2 内形成的内区 4 和在反应器壳 1 和反应器管 2 中间形成的外区 5,其中在所述内区 4 中形成硅颗粒床并且发生硅沉积,而在所述外区 5 中不形成硅颗粒床并且不发生硅沉积。

[0046] 反应器壳 1 优选由具有可靠机械强度和可加工性的金属材料制成例如碳钢、不锈钢或其它合金钢。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 2 和 3 所列出的 1a、1b、1c 和 1d。

[0047] 为了完全密封,通过使用衬垫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,具有接头的管道,板,锥,椭圆体和冷却介质在壁中间流动的双壁夹套。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。

[0048] 反应器壳 1 的一些构件(如图 2 和 3 中的 1a、1b、1c 和 1d 所示)优选通过使用冷却介质例如水、油、气体和空气维持在小于某种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 2 和 3 中没有给出,但是需要被冷却的构件优选可以在它们内或外壁处安装有制冷剂流通装置。代替冷却,反应器壳 1 可以在外壁上包括绝缘材料。

[0049] 反应器管 2 可以具有任何形状,只要它可以被反应器壳 1 固定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 2 中的简单直管结构,

如图 3 中的异形管,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呈衬垫形式安装在反应器壳 1 的内壁上。

[0050] 反应器管 2 优选由在较高温度下稳定的无机材料制成,例如石英、二氧化硅、氮化硅、氮化硼、碳化硅、石墨、硅、玻璃化炭黑或它们的结合物。

[0051] 同时,含碳材料例如碳化硅、石墨、玻璃化炭黑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 的内壁优选涂有或衬有材料例如硅、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。

[0052] 密封装置 41a、41b 可以用于反应器壳 1 以安全地固定反应器管 2。密封装置优选在大于 200°C 的温度下是稳定的并且可以选自有机聚合物、石墨、二氧化硅、陶瓷、金属或它们的结合物。然而,考虑到在反应器操作期间的振动和热膨胀,密封装置 41a、41b 可以较不紧密地安装以降低在装配、操作和拆卸过程中反应器管 2 的破裂可能性。

[0053] 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 中的硅颗粒漏入外区 5 并且将内区 4 和外区 5 之间的作用和条件区分。

[0054] 除了制备根据本发明的上述颗粒多晶硅的方法之外,进行高温硅沉积反应还需要通过安装在内区 4 和 / 或外区 5 中的加热装置加热硅床中的硅颗粒。一个或多个加热装置 8a、8b 可以按各种方式安装在内区 4 和 / 或外区 5 中。例如,加热装置可以按综合性方式仅安装在内区 4 中或外区 5 中,如图 2 中所示。同时,多个加热装置可以安装在该两个区域中,或如图 3 所示仅安装在外区 5 中。此外,虽然没有在图中示出,但是多个加热装置 8a、8b 可以仅安装在内区 4 中。或者,可以仅将单个加热装置安装在外区 5 中。

[0055] 经由安装在反应器壳 1 上或经过反应器壳 1 安装的电能供应装置 9a-9f 为加热装置 8a、8b 供给电能。将反应器中的加热装置 8a、8b 和反应器外部的电源 E 连接的电能供应装置 9a-9f 可以包括呈电缆、棒、杆、成形体、插座或连接器形式的导电性金属构件。或者,电能供应装置 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以便将电源 E 与加热装置连接。备选地,电能供应装置可以通过加热装置 8a、8b 的一部分延伸来制备。在将电能供应装置 9a-9f 与反应器壳 1 结合中,除防止漏气的机械密封之外电绝缘同样是重要的。此外,通过使用循环冷却介质例如水、油和气将电能供应装置的温度冷却下来是合乎需要的。

[0056] 同时,气体入口装置应该安装在流化床反应器上以形成流化床,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硅沉积制备多晶硅。

[0057] 气体入口装置包括将流化气体 10 引入硅颗粒床的流化气体入口装置 14、14' 和将含硅原子的反应气体引入硅颗粒床的反应气体入口装置 15,它们都与反应器壳 1b 结合地安装。

[0058] 在这一方面,可以根据本发明如下制备颗粒多晶硅:使用流化气体入口装置 14、14' 将流化气体 10 引入硅颗粒床,并使用反应气体入口装置 15 将含硅原子的反应气体 11 引入硅颗粒床。

[0059] 本文所使用的“流化气体”10 是指被引入而引起一些或大部分硅颗粒 3 在内区 4 内

形成的流化床中流化的气体。在本发明中,可以使用氢气、氮气、氩气、氦气、氯化氢(HCl)、四氯化硅( $\text{SiCl}_4$ )或它们的混合物作为流化气体10。

[0060] 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,可以使用甲硅烷( $\text{SiH}_4$ )、二氯甲硅烷( $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ )、三氯硅烷( $\text{SiHCl}_3$ )、四氯化硅( $\text{SiCl}_4$ )或它们的混合物作为含硅反应气体11。反应气体11可以进一步包含至少一种选自氢气、氮气、氩气、氦气和氯化氢的气体。另外,除了用作硅沉积的源物质之外,反应气体11还像流化气体10那样有助于硅颗粒3的流化。

[0061] 流化气体入口装置14、14'和反应气体入口装置15可以分别包括管道或喷嘴、腔室、法兰、接头、衬垫等。在这些构件当中,暴露于反应器壳1内部空间中的,特别是暴露于内区4下部中的部件(当该部件很可能接触硅颗粒3时)优选由管道、衬垫或成形制品制成,它们的材料选自适用于反应器管2的那些。

[0062] 任选地,内区4中的流化床4a的下部可以包括与流化气体入口装置14、14'和反应气体入口装置15结合的用于分布流化气体10的附加气体分布装置19。该气体分布装置19可以具有任何几何形状或结构,包括多穴或多孔分布板,浸入在颗粒床之中的填充材料的填充床,喷嘴或它们的结合。当另外采用气体分布装置19时,其构件,如很可能接触硅颗粒3的气体分布装置19的上表面优选由可以用于反应器管2的无机材料制成。为了防止在气体分布装置19的上表面上的硅沉积,反应气体入口装置15的出口(反应气体11经由该出口注入流化床的内部中)优选布置得高于气体分布装置19的上部。

[0063] 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装置14、14'如何构成。例如,如图2所示,可以通过与反应器壳1连接的流化气体入口装置14、14'提供流化气体10以致气室可以在分布板形状的气体分布装置19的下部中形成。或者,如图3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装置14提供以致一个或多个流化气体喷嘴出口可以布置在气体分布装置19中间,该气体分布装置19包括除使硅颗粒流化的填料以外的第三填充材料的填充床。同时,气体分布装置19和流化气体入口装置14、14'可以通过同时使用分布板和填充材料构成。

[0064] 例如,除了用于引入流化气体10的分布板和/或喷嘴之外,还有可能采用填充材料的填充床而不是待包括在硅产物颗粒3b中的硅颗粒3。该填充材料可以具有足够的尺寸或质量,以免被流化气体10的流动流化,并且可以具有形状如球体、椭圆体、粒料、小块、管道、杆或环等。该填充材料组合物可以选自适用于反应器管2的那些以及高纯度硅,其中它们的平均尺寸在5-50mm的范围之内。

[0065] 当用作气体分布装置19时,优选可以在硅颗粒床的下部中形成填充材料的填充床,该填充材料没有被流化气体10的流动流化,其中该填充床的高度布置得低于该反应气体入口装置15的将反应气体11引入硅颗粒床的出口。在这种情况下,硅颗粒的运动和流化气体的流动可以在填充材料之间形成的空间中发生,同时从被加热装置加热的硅颗粒3的流化床向下传递的热用于预加热即将到来的流化气体10。

[0066] 在本发明中,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装置15供给反应气体11之后,硅沉积在被加热装置8a、8b加热的硅颗粒3的表面上发生。



[0067] 此外,可以通过将在内区 4 内制备的多晶硅颗粒排放到流化床反应器的外部来制备颗粒多晶硅。

[0068] 颗粒出口装置 16 还要求与反应器壳 1 相结合以将所制备的硅颗粒从内区 4 排出到流化床反应器的外部。

[0069] 构成颗粒出口装置 16 的出口管可以与反应气体入口装置 15 组装,如图 2 所示。或者,它可以独立于反应气体入口装置 15 安装,如图 3 所示。经过该颗粒出口装置 16,可以在当要求时按连续、周期或间歇方式将硅颗粒 3b 从流化床 4a 排出。

[0070] 如图 2 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装置 14' 的一些部分或下部提供,从而允许硅颗粒 3b 停留或逗留的间隔,从而可能从反应器排出之前冷却。

[0071] 硅颗粒 3,即从内区 4 排放到根据本发明的反应器的外部的硅颗粒 3 可以送达多晶硅产物的储存元件或转移元件,所述元件与反应器直接连接。同时,所制备的硅产物颗粒 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种晶 3a。可以将从内区 4 排放到反应器外部的硅产物颗粒 3b 送达其中可以按尺寸分离颗粒的颗粒分离元件因此是可能的。然后,可以将较大的颗粒送达储存元件或转移元件,而使用较小的颗粒作为种晶 3a。

[0072] 或者,考虑到内区 4 内的硅颗粒床 4a 的较高温度,优选硅颗粒 3b 在经由颗粒出口装置 16 排出的同时被冷却下来。为此,冷却气体例如氢气、氮气、氩气、氦气或它们的混合物可以在颗粒出口装置 16 中流动,或者冷却介质例如水、油或气体可以在颗粒出口装置 16 的壁中循环。

[0073] 或者,虽然没有在图中显示,颗粒出口装置 16 可以与反应器壳 1 的内部空间(例如如图 2 中的 14')或反应器壳的下部(图 2 和 3 中的 1b)结合地构成,从而允许硅颗粒 3b 停留或逗留的足够空间,以可能在排放到反应器外部之前冷却某个时段。

[0074] 必须防止硅产物颗粒 3b 在经过颗粒出口装置 16 从反应器排出时被污染。因此,在构成颗粒出口装置 16 中,可能接触高温硅产物颗粒 3b 的元件可以由管道、衬垫或成形产品制成,所述管道、衬垫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。颗粒出口装置 16 的这些元件优选与金属反应器壳和/或防护管连接。

[0075] 与相对低温的产物颗粒接触或在它们的壁上包括冷却装置的颗粒出口装置 16 的构件可以由金属材料管道、衬垫或成形产品制成,其内壁涂有或衬有含氟聚合物材料。

[0076] 如上所述,可以按连续、周期性或间歇方式将硅产物颗粒 3b 经过颗粒出口装置 16 从反应器内区 4 排出到多晶硅产物的储存元件或转移元件。

[0077] 同时,颗粒分离元件可以安装在反应器和产物储存元件中间,以按尺寸分离硅产物颗粒 3b 和使用小尺寸颗粒作为种晶 3a。各种商业设备可以用作本发明中的颗粒分离元件。

[0078] 通过使用与用于颗粒出口装置 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元件的单元(它们可能与硅产物颗粒 3b 接触)是合乎需要的。

[0079] 为了连续操作流化床反应器,必须将反应器壳 1d 与经安装用于从流化床反应器排出尾气的气体出口装置 17 结合。尾气 13 包含穿过硅颗粒床的流化气体,未反应的反应气体和副产物气体,穿过内区 4c 的上部,并且最终排放到流化床反应器的外部。

[0080] 尾气 13 中夹带的细小硅颗粒或高分子量副产物可以与附加的尾气处理装置 34 分离。

[0081] 如图 2 和 3 所示,包括旋风分离器、过滤器、填充塔、洗涤器或离心机的尾气处理装置 34 可以安装在反应器壳 1 的外面或安装在反应器壳 1 内的内区的上区 4c。

[0082] 如此与尾气处理装置 34 分离的细小硅颗粒可以用于另一种目的,或作为种晶 3a 在再循环到反应器内区的流化床 4a 中后用于制备硅颗粒。

[0083] 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颗粒尺寸维持在某个范围内。这可以通过在流化床 4a 内补充与排出的硅产物颗粒 3b 几乎相同数目的种晶来达到。

[0084] 如上所述,可以将与尾气处理装置 34 分离的细小硅颗粒或粉末作为种晶再循环,但是它们的量可能是不足够的。为了按要求在流化床中连续制备硅颗粒,进一步产出,产生或制备附加的硅种晶则是需要的。

[0085] 在这方面,可能必需在硅产物颗粒 3b 当中进一步分离较小的硅颗粒并将它们用作种晶 3a。然而,在流化床反应器外面将种晶 3a 与产物颗粒 3b 分离的附加方法具有的缺陷是高的沾染概率和操作中的困难。

[0086] 代替产物颗粒 3b 的附加分离,还可能使较小颗粒从它们当中分离并将所述较小作为种晶再循环到流化床中。为此,附加的颗粒分离元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装置 16 中。按逆流方式将气体供入所述通道导致产物颗粒 3b 的冷却,较小颗粒从它们当中分离和所述较小颗粒再循环到流化床 4a 中。这降低制备或提供种晶的负担,并增加最终硅产物颗粒 3b 的平均颗粒尺寸同时降低它们的颗粒尺寸分布。

[0087] 作为另一个实施方案,硅种晶可以如下制备:在独立的粉碎设备中将经过颗粒出口装置 16 排出的一些硅产物颗粒 3b 粉碎成种晶。如此制备的种晶 3a 可以根据需要接连续、周期性或间歇方式引入反应器的内区 4。图 2 示出了当向下将种晶 3a 引入内区 4 时的一个实例,其中种晶入口装置 18 与反应器壳 1d 的顶边结合。这一方法允许有效地根据需要控制种晶 3a 的平均尺寸和进料速率,而它具有需要附加粉碎设备的缺陷。

[0088] 相反,可以通过使用与反应器壳或另外安装的气体喷嘴相结合的反应气体入口装置 15 的出口喷嘴在流化床 4a 内部将硅颗粒粉碎成种晶,所述另外安装的气体喷嘴用于在允许颗粒粉碎的流化床内高速喷气。这一方法具有经济利益,因为它不需要附加的粉碎设备,而具有的缺陷是难以在预定的可接受范围内控制反应器中正在产生的种晶的尺寸和量。

[0089] 在本发明中,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 引入到硅颗粒床 4a 中,允许硅沉积和排出合流化气体、未反应的反应气体和副产物气体的尾气 13 所需要的所有空间。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。

[0090] 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 中间独立形成的空间,其中硅颗粒床 3 不形成并且硅沉积不发生,原因在于在其中没有提供反应气体。因此,外区 5 可以定义为反应器壳 1 内的排除在反应器壳 1 和反应器管 2 中间形成的内区或空间的内部空间。

[0091] 除了根据本发明的上述实施方案之外,可以通过将惰性气体引入外区 5 来制备颗

粒多晶硅,由此在外区 5 中维持大体惰性的气氛。

[0092] 根据本发明在惰性气氛中维持的外区 5 的重要作用和作用可以概述如下。

[0093] 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提供保护反应器管 2 的空间。

[0094] 其次,外区 5 提供安装绝缘材料 6 的空间,该绝缘材料防止或降低热从反应器损失。

[0095] 第三,外区 5 为待安装在反应器管 2 周围安装的加热器提供空间。

[0096] 第四,外区 5 为在反应器管 2 外面维持大体上惰性的气氛以防止含氧气和杂质的危险气体引入内区 4,和为在反应器壳 1 内安全地安装和维持反应器管 2 提供空间。

[0097] 第五,外区 5 允许在操作期间实时监控反应器管 2 的状态。得自外区连接装置 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的事故。

[0098] 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 3 所示,以便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。

[0099] 最后,外区 5 为有效装配或拆卸反应器管 2 和内区 4 提供所要求的空间。

[0100] 根据本发明,外区 5 发挥如上所述的许多重要作用。因此,利用管道、板、成形制品或接头作为分割装置,可以将外区按上下和 / 或径向或圆周方向分割成若干部分。

[0101] 当根据本发明进一步分割外区 5 时,已分割的部分优选相互空间连通,同时具有基本上相同的大气条件和压力。可以安装在外区 5 中用于显著降低经由辐射或传导的热传递的绝缘材料 6 可以选自工业上可接受的无机材料,它们呈筒体、块体、织物、毯子、毡、泡沫产品或填料材料形式。

[0102] 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装置 8a、8b (与电能供应装置 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,加热装置 8a、8b 可以同时安装在内区 4 和外区 5 中,如图 2 所示。图 3 示出了当多个独立加热装置 8a、8b 安装在外区 5 中时的实例。

[0103] 当多个加热装置 8a、8b 安装在流化床反应器中时,它们可以相对于电源 E 串联或并行地电连接。或者,包括电源 E 和电能供应装置 9a-9f 的供电系统可以独立地构成,如图 2 和 3 所示。

[0104] 如图 2 所示,安装在硅颗粒床 4a 内的加热器 8a 可以具有将流化床中的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 表面上的累积硅沉积,该加热器 8a 优选布置得比反应气体入口装置 15 的反应气体出口低。

[0105] 在本发明中,惰性气体连接装置 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 可以是选自氢气、氮气、氩气和氦气中的一种或多种。

[0106] 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 空间连接的惰性气体连接装置 26a、26b 具有管道连接的作用用于提供或排出惰性气体 12,并且可以选自管道、喷嘴、法兰、阀门、接头或它们的结合。

[0107] 同时,除了惰性气体连接装置 26a、26b 之外,直接或间接地空间暴露在外区 5 中的反应器壳还可以安装有外区连接装置 28。则,该外区连接装置 28 可用来测量和 / 或控制温

度、压力或气体组分。虽然即使单个惰性气体连接装置 26a、26b 可以允许在外区 5 中维持基本上惰性的气氛,但是惰性气体的提供或排出可以独立地通过使用双套管或多个惰性气体连接装置 26a、26b 进行。

[0108] 另外,惰性气体连接装置 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装置 28 进行。

[0109] 图 2 和 3 按全面的方式提供各种实例,其中通过使用惰性气体连接装置 26a、26b 或外区连接装置 28 测量或控制外区压力 ( $P_o$ ),即外区 5 中的压力。

[0110] 独立于或代表惰性气体连接装置 26a、26b,外区连接装置 28 可以经安装来测量和 / 或控制外区 5 的运转。外区连接装置 28 具有管道连接的作用,并且可以选自管道、喷嘴、法兰、阀门、接头或它们的结合。如果没有安装惰性气体连接装置 26a、26b,则外区连接装置 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装置 26a、26b 与外区连接装置 28 是没有必要的。

[0111] 同时,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 内不可避免存在按照硅颗粒 3 的流化床 4a 的高度的压力差。因此,内区压力 ( $P_i$ ),即内区 4 中的压力按照内区 4 中的高度变化。

[0112] 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,但是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性质,压力的不规则波动随时间是不可避免的。因此,根据位置和时间,压力可能在内区 4 中变化。

[0113] 考虑到这些性质,用于内区压力 ( $P_i$ ) 的压力控制装置,即用于直接或间接地测量和 / 或控制内区 4 中的压力的内压控制装置 30 可以在各种位置当中的这样一个位置安装,即满足它可以与内区 4 空间连接。

[0114] 根据本发明的压力控制装置,即内压控制装置 30 和外压控制装置 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。

[0115] 内压控制装置 30 可以经由空间上直接或间接暴露到内区 4 中的内区连接装置 24、25,流化气体入口装置 14,反应气体入口装置 15,颗粒出口装置 16 或气体出口装置 17 空间上与内区 4 连接。

[0116] 同时,用于外区压力 ( $P_o$ ) 的压力控制装置,即外压控制装置 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到外区 5 中的外区连接装置 28 或惰性气体连接装置 26a、26b 等空间上与外区 5 连接。

[0117] 根据本发明的制备颗粒多晶硅的一个优选的实施方案,内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 包括直接或间接测量和 / 或控制压力所必要的构件。

[0118] 压力控制装置 30 和 31 中的任一个包括选自以下装置中的至少一种:(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) 数字或模拟型压力表或压差表;(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。

[0119] 内压控制装置 30 以机械组件或信号电路形式与外压控制装置 31 相互连接。另外,该压力控制装置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。

[0120] 虽然内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 可以在压力方面独立地构成,但是

所述压力控制装置中的任一个可以部分和 / 或完全地与测量和 / 或控制选自流速、温度、气体组分和颗粒浓度等的参数的装置集成。

[0121] 同时,控制装置 30 或 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洗涤器,或用于缓冲压力的容器。这保护压力控制装置的构件免受杂质的污染,以及提供缓冲压力变化的装置。

[0122] 例如,内压控制装置 30 可以安装在内区连接装置 24、25 处或与其连接,该内区连接装置 24、25 安装在反应器壳上或经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。通过构成内压控制装置 30 以致它可以与内区连接装置 24、25 连接,可以稳定地测量和 / 或控制内区 4c 上部中的压力,但是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,内区连接装置可以经安装使得它可以空间上与流化床的内部连接。

[0123] 内压控制装置 30 还可以安装在或连接到其它适当的位置上,即流化气体入口装置 14 或反应气体入口装置 15 或颗粒出口装置 16 或气体出口装置 17 等,它们都与反应器壳结合,从而空间上与内区 4 连接。

[0124] 另外,多个内压控制装置 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装置 24、25 或在其它位置的那些与内区 4 空间连接。

[0125] 如上所述,硅颗粒的存在影响内区压力  $P_i$ 。因此, $P_i$  的测量值根据内压控制装置 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装置 14 或反应气体入口装置 15 或颗粒出口装置 16 或气体出口装置 17 的结构的影响,但是其根据压力测量点的位置偏差通常观察到不大于 1 巴。

[0126] 然后,本发明允许使用内压控制装置 30 直接或间接地测量和 / 或控制内区压力,使用外压控制装置 31 直接或间接地测量和 / 或控制外区压力和使用压力差控制装置维持内区压力和外区压力之间的差值在 1 巴内。

[0127] 在一个优选的实施方案中,直接或间接测量和 / 或控制外区压力,即外区 5 中压力的外压控制装置 31 优选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装置 31 的位置包括例如,安装在反应器壳上或经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装置 28 或惰性气体连接装置 26a、26b。在本发明中,需要外区 5 被维持在大体上惰性的气氛中。因此,外区连接装置 28 还可以包括可以用于将惰性气体引入外区 5 的惰性气体连接装置 26a 或可以用于将惰性气体 12 从外区 5 排出的惰性气体连接装置 26b 的功能。这意味着惰性气体入口装置 26a 或惰性气体出口装置 26b 可以用作惰性气体连接装置 26 和外区连接装置 28。另外,惰性气体入口装置 26a 和惰性气体出口装置 26b 可以单独地安装在那些连接装置 26、28 处或与那些连接装置 26、28 中任一连接为集成双管型结构。因此,有可能经由惰性气体连接装置 26a、26b 或外区连接装置 28 将外区 5 空间上连接到外压控制装置 31 上以便直接或间接地测量和 / 或控制外区 5 中的压力。

[0128] 在本发明中,内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 可用来维持  $|P_o - P_i|$  的值,即内区 4 中的压力,即内区压力 ( $P_i$ ) 和外区 5 中的压力,即外区压力 ( $P_o$ ) 之间的差值在 1 巴内。然而,应当指出,在构成内压控制装置 30 中, $P_i$  可以根据为连接到内区所选的位置变化。

[0129] 经由内区连接装置 24、25, 流化气体入口装置 14, 反应气体入口装置 15 或颗粒出口装置 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装置, 气体出口装置 17 或硅种晶入口装置 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。

[0130] 特别地, 经由内区连接装置, 流化气体入口装置 14 或颗粒出口装置 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装置 17 或内区连接装置 24、25 测量时, 可以获得最小内区压力值  $P_{i_{min}}$ 。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中的相比在下部中的  $P_i$  值总是更高。

[0131] 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。

[0132] 因此, 流化床中的压力差优选为 0.01-1 巴。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。

[0133] 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 至 1 巴范围内时, 应该指出的是, 该压力差可以根据反应器管 2 的高度变化。

[0134] 当内压控制装置 30 经由内区连接装置, 流化气体入口装置 14, 反应气体入口装置 15 或颗粒出口装置 16 等 (其与硅颗粒的流化床的内部或下部连接, 其压力高于内区 4c 上部的压力) 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。

[0135] 相反, 当内压控制装置 30 经由气体出口装置 17、硅种晶入口装置 18 或内区连接装置 24、25 等 (其空间上不与硅颗粒床连接而是与内区 4c 的上部连接, 其压力低于流化床内部或下部的压力) 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。

[0136] 按满足  $P_i$  或  $P_o$  由在一个或多个位置测量的多个压力值的平均值表示的方式构成内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 还可能是容许的。特别地, 因为内区 4 中可能存在根据连接位置的压差, 所以内压控制装置 30 可以包括具有算术处理器的控制装置, 该算术处理器能够根据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。

[0137] 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 5 的压力值  $P_o$  在  $P_{i_{max}}$  和  $P_{i_{min}}$  中间, 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装置测量的最大和最小值。

[0138] 根据本发明的内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 应该包括维持  $|P_o - P_i|$  的值在 1 巴内的压力差控制装置。

[0139] 压力差控制装置可以仅包括在内压控制装置 30 或外压控制装置 31 中的一个内, 或独立地包括在控制装置的两个内, 或共同包括在两个控制装置 30、31 内。

[0140] 然而, 考虑到压力值根据为测量内区 4 中的压力  $P_i$  所选择的位置变化, 优选应用和保持压力差控制装置。当经由流化气体入口装置 14, 反应气体入口装置 15, 颗粒出口装置 16 或内区连接装置等 (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, 压力差控制装置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,压力差控制装置使外区压力 ( $P_o$ ) 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,其中内压控制装置 30 经由流化气体入口装置 14 或反应气体入口装置 15 或颗粒出口装置 16 或内区连接装置空间上与流化床的内部连接。

[0141] 相反,如果在空间上与内区 4 的各部分当中的内区 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装置以致可以满足  $P_i \leq P_o$  并且  $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$  的要求。然后,压力差控制装置能够满足  $0 \text{ 巴} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ 巴}$  的要求,其中内压控制装置 30 经由不与硅颗粒的流化床直接接触的气体出口装置 17,硅种晶入口装置 18 或内区连接装置 24、25 空间上与内区 4 连接。

[0142] 在本发明中,由于仅包括在内压控制装置 30 或外压控制装置 31 中的一个内,或独立地包括在两个控制装置 30、31 的两个内,或共同包括在两个控制装置 30、31 内,压力差控制装置将  $|P_o - P_i|$  的值维持在 1 巴内。

[0143] 当通过使用压力差控制装置将  $P_o$  和  $P_i$  之间的差值维持在 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。

[0144] 如果在本发明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。

[0145] 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。

[0146] 在反应气体 11 情况下,不可能在预加热直到高于大约  $350\text{--}400^\circ\text{C}$  (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,并且流化气体入口装置 14 几乎不能被绝缘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装置 8a、8b。考虑到这些实际限制,外区压力 ( $P_o$ ) 或内区压力 ( $P_i$ ) 优选维持在大约 1-15 巴内 (基于绝对压力)。

[0147] 根据反应器内的压力,内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 可以包括压力差控制装置,该压力差控制装置可以降低反应器管 2 内部和外部之间的压力差。这可以按各种方法实践,其中的一些实例在下文中进行了描述。

[0148] 可以通过使用压力差控制装置将反应压力调节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。

[0149] 例如,不管内压控制装置 30 的最终连接到内区 4 上的安装位置如何,内压控制装置 30 和外压控制装置 31 都可以包括各自的压力差控制装置以致内区 4 中的内区压力 ( $P_i$ ) 和外区 5 中的外区压力 ( $P_o$ ) 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。

[0150] 为此,内压控制装置 30 可以包括将  $P_i$  维持在预定值  $P_i^*$  的压力差控制装置。同时,外压控制装置 31 也可以包括一种压力差控制装置,该压力差控制装置将  $P_o$  维持在以致与高度无关地满足  $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ 巴}$  的要求的预定值  $P_o^*$ 。同样地,外压控制装置 31 可以包括维持  $P_o$  在预定值  $P_o^*$  的压力差控制装置。同时,内压控制装置 30 也可以包括一种压力差控制装置,该压力差控制装置将  $P_i$  维持在以致与高度无关地满足  $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ 巴}$  的要

求的预定值  $P_i^*$ 。

[0151] 作为另一个实施方案, 不管内压控制装置 30 的最终连接到内区 4 上的安装位置如何, 内压控制装置 30 可以包括将  $P_i$  维持在预定值  $P_i^*$  的压力差控制装置, 而外压控制装置 31 可以包括根据实时内区压力的变化控制外区压力  $P_o$  以致与高度无关地满足  $|P_o - P_i| \leq 1$  的要求的压力差控制装置。

[0152] 同时, 当确定为了维持  $P_o$  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 的密封装置 41a、41b 迁移。

[0153] 在装配用于根据本发明操作的流化床反应器中, 存在在反应器管 2 的密封装置 41a、41b 处可能不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。在本发明中, 在内区 4 和外区 5 之间的杂质组分可能经过密封装置 41a、41b 迁移的问题可以通过为压力差控制装置适当地预置控制参数值, 即  $P_i^*$  和  $P_o^*$  来解决。

[0154] 根据本发明, 待在压力差控制装置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 之间的杂质迁移经过密封装置 41a、41b 的模式可以根据对经由气体出口装置 17 或尾气处理装置 34 取样的尾气 13, 或对经由外区连接装置 28 或惰性气体连接装置 26b 取样的存在于外区 5 中的气体的组分分析推论出。如果尾气 13 经验证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  $P_i^*$  的值预置到高于  $P_o^*$  的值 (即  $P_i^* > P_o^*$ ) 来降低或阻止。相反, 如果从外区 5 中排出的气体经验证除惰性气体 12 的成分之外还包含内区 4 的尾气 13 的成分, 则杂质元素从外区 5 向内区 4 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。

[0155] 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 的密封装置 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装置的控制参数的适当选择使两个区域之间的杂质组分经过密封装置的不希望的迁移最小化或被阻止。在此, 可以在压力差控制装置中将  $P_i^*$  和  $P_o^*$  预置在任何值, 但是根据本发明应该满足  $|P_o^* - P_i^*| \leq 1$  的要求。

[0156] 作为实现本发明目标的另一个实例, 可以通过将内压控制装置 30 和外压控制装置 31 相互连接测量压力差, 即  $\Delta P = |P_o - P_i|$ , 由此压力差控制装置可以通过按人工、半自动或自动方式控制内压控制装置 30 和 / 或外压控制装置 31 而将  $\Delta P$  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。

[0157] 作为实现本发明目标的又一个实例, 压力差控制装置可以包括平衡管线, 它空间上将包括在内压控制装置 30 中的连接管和包括在外压控制装置 31 中的连接管相互连接。包括在内压控制装置 30 中的并且构成平衡管线 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装置 24、25; 流化气体入口装置 14、14'; 反应气体入口装置 15; 颗粒出口装置 16; 气体出口装置 17 或种晶入口装置 18, 它们都按直接或间接方式空间暴露于内区中。同时, 包括在外压控制装置 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装置 28 或惰性气体连接装置 26a、26b (包括惰性气体入口装置和惰性气体出口装置), 它们都与反应器壳连接并按直接或间接方式空间暴露于外区中。



[0158] 空间上将内压控制装置 30 和外压控制装置 31 相互连接的平衡管线 23 可以称为压力差控制装置的最简单形式,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。

[0159] 尽管有这一优点,但是当单独通过平衡管线 23 构成压力差控制装置时,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 中的绝缘材料或加热装置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 排出的残留反应气体或反应副产物的硅细粉末或组分可能污染外区 5。

[0160] 因此,当平衡管线 23 用作压力差控制装置时,可以进一步将压力平衡装置添加到平衡管线 23 中,该压力平衡装置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。压力平衡装置可以包括至少一个选自以下的装置:止回阀、压力平衡阀、三向阀、用于分离颗粒的过滤器、衰减容器、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。

[0161] 此外,压力差控制装置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表或压力指示器结合地安装。

[0162] 压力表或压力指示器可以模拟、数字或混合设备形式商购,并且如果与数据处理装置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。

[0163] 将在下文中根据用于将制备颗粒多晶硅的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装置的应用阐明根据本文附图的说明性实施方案。

[0164] [附图描述]

[0165] 图 1 示意性地示出了根据本发明制备颗粒多晶硅的方法的特征。

[0166] 图 2 是制备颗粒多晶硅的高压流化床反应器的剖视图,其中按全面的方式示出了本发明的若干实施方案。

[0167] 图 3 是制备颗粒多晶硅的高压流化床反应器的剖视图,其中按全面的方式示出了根据本发明的一些其它实施方案。

[0168] 附图的符号说明

- |        |                |               |
|--------|----------------|---------------|
| [0169] | 1 : 反应器壳       | 2 : 反应器管      |
| [0170] | 3 : 硅颗粒        | 3a : 硅种晶      |
| [0171] | 3b : 硅产物颗粒     | 4 : 内区        |
| [0172] | 5 : 外区         | 6 : 绝缘材料      |
| [0173] | 7 : 衬垫         | 8 : 加热器       |
| [0174] | 9 : 电能供应装置     | 10 : 流化气体     |
| [0175] | 11 : 反应气体      | 12 : 惰性气体     |
| [0176] | 13 : 尾气        | 14 : 流化气体入口装置 |
| [0177] | 15 : 反应气体入口装置  | 16 : 颗粒出口装置   |
| [0178] | 17 : 气体出口装置    | 18 : 硅种晶入口装置  |
| [0179] | 19 : 气体分布装置    | 23 : 平衡管线     |
| [0180] | 24、25 : 内区连接装置 | 26 : 惰性气体连接装置 |

- |        |             |            |
|--------|-------------|------------|
| [0181] | 27 :开 / 关阀门 | 28 :外区连接装置 |
| [0182] | 30 :内压控制装置  | 31 :外压控制装置 |
| [0183] | 32 :压差表     | 33 :波动降低装置 |
| [0184] | 34 :尾气处理装置  | 35 :气体分析装置 |
| [0185] | 36 :过滤器     | 41 :密封装置   |
| [0186] | E :电源       |            |

[0187] [最佳实施方式]

[0188] 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。

#### [0189] 实施例 1

[0190] 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  $P_o^*$  并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0191] 如图 2 和 3 所示，可以如下构成内压控制装置 30：经由用于除去细小硅颗粒的尾气处理装置 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口装置 17 相互连接，它们是通过连接管彼此相互连接的。可以通过使用相当于压力差控制装置的单元的第一压力控制阀 30b 将内区 4 上部的压力控制在预定值  $P_i^*$ 。

[0192] 同时，如图 2 所示，可以通过将惰性气体连接装置 26a，第四压力表 31a' 和第四压力控制阀 31b' 相互连接构成外压控制装置 31。尽管在图 2 中是单独安装的，但是第四压力表 31a' 和第四压力控制阀 31b' 可以彼此通过电路集成，并从而构成为可以同时测量和控制压力的单一设备。

[0193] 当内压控制装置 30 与内区 4c 的上部（其压力低于流化床中或下面的那些压力）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。

[0194] 在这一实施例中，可以通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的第四压力表 31a' 和第四压力阀 31b' 将外区压力控制在预定值  $P_o^*$  以致可以满足  $0 \text{ 巴} \leq (P_o^* - P_i^*) \leq 1 \text{ 巴}$  的条件。

[0195] 然而，当通过气体分析装置 35（其可以如图 3 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。

[0196] 同时，内压控制装置 30 和外压控制装置 31 可以进一步分别包括它们自己的压力差控制装置，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  $P_i$  是分别在外区 5 和内区 4 中的任何位置方面测量的压力值。

#### [0197] 实施例 2

[0198] 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  $P_o^*$  并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0199] 如图 2 和 3 所示，该如下构成内压控制装置 30：经由用于除去细小硅颗粒的尾气处理装置 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口装置 17 相互连接，它们是通过连接管彼此相互连接的。可以通过使用相当于压力差控制装置的单元的第一压力控制阀 30b 将内区 4 上部的压力控制在预定值  $P_i^*$ 。

[0200] 同时,如图 2 所示,可以通过将惰性气体连接装置 26b,开/关阀门 31c,第三压力表 31a 和第三压力控制阀 31b 相互连接构成外压控制装置 31。尽管在图 2 中是单独安装的,但是第三压力表 31a 和第三压力控制阀 31b 可以彼此通过电路集成,并从而构成为可以同时测量和控制压力的单一设备。

[0201] 与实施例 1 不同,可以通过第三压力控制阀 31b 结合  $P_o$  控制控制惰性气体 12 的供应,而不是将惰性气体连接装置 26a 连接到压力差控制装置例如第四压力表 31a' 和第四压力阀 31b' 上。

[0202] 当内压控制装置 30 与内区 4c 的上部(其压力低于流化床中或下面的那些压力)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。

[0203] 在这一实施例中,可以通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的第三压力表 31a 和第三压力控制阀 31b 将外区压力控制在预定值  $P_o^*$  以致可以满足  $0 \text{ 巴} \leq (P_o^* - P_i^*) \leq 1 \text{ 巴}$  的条件。

[0204] 然而,当通过气体分析装置 35(其可以如图 3 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。

[0205] 同时,内压控制装置 30 和外压控制装置 31 可以进一步分别包括它们自己的压力差控制装置,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  $P_i$  是分别在外区 5 和内区 4 中的任何位置方面测量的压力值。

### [0206] 实施例 3

[0207] 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 ( $P_i$ ) 并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0208] 如图 2 和 3 所示,通过连接管将气体出口装置 17,用于除去细小硅颗粒的尾气处理装置 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 和压差表 32 相互连接构成内压控制装置 30。

[0209] 同时,如图 2 所示,可以通过将惰性气体连接装置 26b 和压差表 32 相互连接构成外压控制装置 31,通过连接管将该惰性气体连接装置 26b 和压差表 32 彼此相互连接。在此,可以经由惰性气体连接装置 26a 将惰性气体 12 供给外区。

[0210] 在本发明实施例中,压差表 32 是内压控制装置 30 和外压控制装置 31 两者的共用单元。此外,可以省去压力控制阀 31b、31b'。

[0211] 当如上所述构成内压控制装置 30 和外区压力控制装置 31 时,可以通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的压差表 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 ( $P_o$ ) 和内区上部中的内压 ( $P_i$ ) 间的差值维持到小于 1 巴。

[0212] 另外,内压控制装置 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。

[0213] 然而,当通过气体分析装置 35(其可以如图 3 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。

[0214] 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。

[0215] 同时,本发明实施例的目标可以如下实现:自动控制压差表 32 和第一压力控制阀

30b 的集成电路,或根据采用压差表 32 测得的  $\Delta P$  值手工操作第一压力控制阀 30b。

[0216] 代替压差表 32,可以仅安装第一压力表 30a 和第三压力表 31a 分别作为内压控制装置 30 和外压控制装置 31。或者,通过除了压差表 32 之外还分别在内压控制装置 30 和外压控制装置 31 中装备第一压力表 30a 和第三压力表 31a 来进一步校正或改进压力差控制装置。

#### [0217] 实施例 4

[0218] 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 ( $P_i$ ) 并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0219] 如图 2 和 3 所示,该如下构成内压控制装置 30:经由用于除去细小硅颗粒的尾气处理装置 34 将第一压力控制阀 30b 与气体出口装置 17 相互连接,它们是通过连接管彼此相互连接的。

[0220] 同时,如图 2 所示,可以通过将供应惰性气体 12 的惰性气体连接装置 26a 和第四压力表 31a' 相互连接构成外压控制装置 31,通过连接管将该惰性气体连接装置 26a 和第四压力表 31a' 彼此相互连接。在此,可以经由惰性气体连接装置 26b 排出惰性气体 12。此外,可以省去图 2 中的压力控制阀 31b、31b'。

[0221] 当如上所述构成内压控制装置 30 和外区压力控制装置 31 时,可以通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的第四压力表 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 上部中的内压 ( $P_i$ ) 间的差值维持到小于 1 巴。

[0222] 另外,因为内压控制装置 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。

[0223] 然而,当通过气体分析装置 35(其可以如图 3 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。

[0224] 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。

[0225] 同时,本发明实施例的目标可以如下实现:自动控制第四压力表 31a' 和第一压力控制阀 30b 的集成电路,或根据采用第四压力表 31a' 测得的压力值手工操作第一压力控制阀 30b。

[0226] 而不是将第四压力表 31a' 连接到惰性气体连接装置 26 上,还可以通过将第五压力表 31p 连接到外区连接装置 28 上(如图 2 所示)或将第五压力表 31p 连接到外区连接装置 28a 上(如图 3 所示)或将第三压力表 31a 连接到惰性气体连接装置 26b 上(如图 3 所示)构成外压控制装置 31。然后,用于外压控制装置 31 的各个压力表也可以相当于压力差控制装置的另一个单元。因此,本发明实施例的目标可以如下实现:根据包括在各种外压控制装置 31 内的压力差控制装置的其它单元调节第一压力控制阀 30b,该第一压力控制阀 30b 相当于包括在内压控制装置 30 内的压力差控制装置的单元。

#### [0227] 实施例 5

[0228] 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 ( $P_o$ ) 并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0229] 如图 2 和 3 所示,可以通过将开/关阀门 27d 和压差表 32 与外区连接装置 25 而

不是气体出口装置 17 相互连接构成内压控制装置 30, 通过连接管将它们彼此相互连接。

[0230] 同时, 如图 2 所示, 可以通过将第三压力控制阀 31b 和压差表 32 与惰性气体连接装置 26b 相互连接构成外压控制装置 31, 通过连接管将它们彼此相互连接。这种情况与其中将开 / 关阀门 27c、27e 闭合的构成情况对应。在本发明实施例中, 压差表 32 是内压控制装置 30 和外压控制装置 31 两者的共用单元。

[0231] 当如上所述构成内压控制装置 30 和外压控制装置 31 时, 可以通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的压差表 32 和第三压力控制阀 31b 独立于内区压力 ( $P_i$ ) 的变化将外区压力 ( $P_o$ ) 和内区 4c 上部中的内压 ( $P_i$ ) 间的差值维持到小于 1 巴。

[0232] 另外, 因为内压控制装置 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。

[0233] 然而, 当通过气体分析装置 35 (其可以如图 3 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。

[0234] 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。

[0235] 同时, 本发明实施例的目标可以如下实现: 自动控制压差表 32 和第三压力控制阀 31b 的集成电路, 或根据采用压差表 32 测得的  $\Delta P$  值手工操作第三压力控制阀 31b。

[0236] 代替压差表 32, 可以仅安装第一压力表 30a 和第三压力表 31a 分别作为内压控制装置 30 和外压控制装置 31。或者, 通过除了压差表 32 之外还分别在内压控制装置 30 和外压控制装置 31 中装备第一压力表 30a 和第三压力表 31a 来进一步校正或改进压力差控制装置。

[0237] 在这一实施例中的外压控制装置可以按另一个形式构成。例如, 而不是图 2 中将压力控制阀 31b 和压差表 32 与惰性气体连接装置 26b 相互连接, 还可以通过将第四压力阀 31b' 和压差表 32 与供应惰性气体的惰性气体连接装置 26a 相互连接构成外压控制装置, 通过连接管将它们彼此相互连接。如果压力差控制装置的相应单元进一步一同用外压控制装置的这种变型替换, 则也可以因此实现本发明实施例的目标。

#### [0238] 实施例 6

[0239] 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 ( $P_o$ ) 并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0240] 如图 3 所示, 可以通过将第二压力表 30a' 和压差表 32 与流化气体入口装置 14 构成内压控制装置 30, 通过连接管和 / 或通过电集成将它们彼此相互连接。

[0241] 同时, 如图 3 所示, 可以通过将两者都与惰性气体连接装置 26b 连接的第三压力表 31a 和压差表 32 与第二压力控制阀 30b' 相互连接构成外压控制装置 31, 该第二压力控制阀 30b' 与惰性气体连接装置 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。

[0242] 在本发明实施例中, 压差表 32 是内压控制装置 30 和外压控制装置 31 两者的共用单元。压差表 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表 30a' 和第三压力表 31a 测得的。

[0243] 可以进一步将波动降低装置 33 应用于压差表, 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表 30a' 测量的  $P_i$  值。波动降低装置 33 可以包括压力波动衰减（或缓冲）装置例如物理设备或软件基设备，其将波动信号转换成预定短期时间（例如 1 秒）的平均  $P_i$  值。

[0244] 然后，通过使用两者都相当于压力差控制装置的单元的压差表 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装置 14 测得的内区压力 ( $P_i$ ) 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。

[0245] 另外，因为内压控制装置 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。

[0246] 然而，当通过气体分析装置 35（其可以如图 3 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。

[0247] 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。

[0248] 同时，本发明实施例的目标可以如下实现：自动控制压差表 32 和第二压力控制阀 30b' 的集成电路，或根据采用压差表 32 测得的  $\Delta P$  值手工操作第二压力控制阀 30b'。

[0249] 另外，代表与惰性气体连接装置 26b 连接的第三压力表 31a，可以将另一个外压表与压差表 32 连接以便实现本发明实施例的目标。例如，外压表还可以选自与外区连接装置 28a 连接的第五压力表 31p 或与惰性气体连接装置 26a 连接的第六压力表 31q。

#### [0250] 实施例 7

[0251] 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将内区压力和外压值间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0252] 如图 2 所示，平衡管线 23 可以由空间上将内区连接装置 25 与惰性气体连接装置 26b 相互连接的连接管组成。

[0253] 在这种情况下，内压控制装置 30 可以基本上由内区连接装置 25 和连接管组成，并且可以进一步包括开/关阀门 27d 和第一压力表 30a，如图 2 所示。同时，外压控制装置 31 可以基本上由连接装置（其选自惰性气体连接装置 26a 或外区连接装置 28）和连接管组成，并且可以进一步包括开/关阀门 31c 和第三压力表 31a，如图 2 所示。

[0254] 在本发明实施例中，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装置 30 和外压控制装置 31。因此，平衡管线 23 单独地表现为压力差控制装置。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。

[0255] 在流化床 4a 的在该床中  $P_i$  最高的下部测得的  $P_i$  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 用作压力差控制装置，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独立于  $P_i$  的测量点维持在小于 1 巴。

[0256] 本发明实施例的目标还可以通过选择与气体出口装置 17 而不是内区连接装置 25 连接的空间构成内压控制装置 30 来实现。

[0257] 同时，当压力平衡阀 27c 进一步装备在平衡管线 23 上，从而空间上分割内区和外区时，还可以获得归结于平衡管线 23（其是本发明实施例中的压力差控制装置）的  $P_i$  和  $P_o$  的压力均衡效果。

#### [0258] 实施例 8

[0259] 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值间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0260] 如图 3 所示,平衡管线 23 可以由空间上将内区连接装置 25 和外区连接装置 28b 相互连接的连接管组成。在这种情况下,内压控制装置 30 可以基本上由内区连接装置 25 和连接管组成。同时,外压控制装置 31 可以基本上由外区连接装置 28b 和连接管组成。

[0261] 在本发明实施例中,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装置 30 和外压控制装置 31。因此,平衡管线 23 单独地表现为压力差控制装置。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。

[0262] 在流化床 4a 的在该床中  $P_i$  最高的下部测得的  $P_i$  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 用作压力差控制装置,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独立于  $P_i$  的测量点维持在小于 1 巴。

[0263] 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 3 所示。

#### [0264] 实施例 9

[0265] 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值间的差值维持在 0-1 巴的范围内。

[0266] 如图 3 所示,平衡管线 23 可以由空间上将气体出口装置 17 与惰性气体连接装置 26b 相互连接的连接管组成。

[0267] 在这种情况下,内压控制装置 30 可以基本上由气体出口装置 17、尾气处理装置 34 和连接管组成,并且可以进一步包括第一压力表 30a、开 / 关阀门 31d、过滤器 36 等,如图 3 所示。同时,外压控制装置 31 可以基本上由连接装置 (其选自惰性气体连接装置 26a 或外区连接装置 28) 和连接管组成,并且可以进一步包括开 / 关阀门 31b、31e、31f、31g,气体分析装置 35 和第三压力表 31a 等,如图 3 所示。

[0268] 在本发明实施例中,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装置 30 和外压控制装置 31。因此,平衡管线 23 单独地表现为压力差控制装置。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。

[0269] 在流化床 4a 的在该床中  $P_i$  最高的下部测得的  $P_i$  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 用作压力差控制装置,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独立于  $P_i$  的测量点维持在小于 1 巴。

[0270] 当通过选择与反应气体入口装置 15 而不是气体出口装置 17 连接的空间构成内压控制装置 30 将反应气体入口装置 15 与外区 5 相互连接时,也可以实现本发明实施例的目标。

[0271] 同时,当图 3 中的压力平衡阀 27c 进一步装备在平衡管线 23 上,从而空间上分割内区和外区时,还可以获得归结于平衡管线 23 (其是本发明实施例中的压力差控制装置) 的  $P_i$  和  $P_o$  的压力均衡效果。

#### [0272] 实施例 10

[0273] 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 ( $P_o$ ) 并且因此维持该内区压力和外区压力值之间的差值在 0-1 巴的范围内。

[0274] 在本发明实施例中,可以根据在两个空间测得的两个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装置 14 和气体出口装置 17 空间连接。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  $P_o$  值之间的差值维持在 1 巴,优选 0.5 巴内。

[0275] 在本发明实施例中,第二压力表 30a' 和第一压力表 30a 经安装分别与流化气体入口装置 14 和气体出口装置 17 连接。内压控制装置 30 可以构成为图 3 的压差表 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 3 所示,外压控制装置 31 可以构成为压差表 32 以及第二压力控制阀 30b' 和第三压力表 31a 的集成电路,该第二压力控制阀 30b' 和第三压力表 31a 分别与惰性气体连接装置 26a 和惰性气体连接装置 26b 连接。在此,压差表 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,由于是内压控制装置 30 和外压控制装置 31 的共用单元,压差表 32 的软件基功能可以耦合到控制器中用于  $P_i(\text{avg})$  的估算。

[0276] 因为通过第二压力表 30a' 测量的  $P_i$  值根据流化床的流化态波动,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软件基衰减装置,该装置基于  $P_i$  的波动实时值以例如,10 秒或 1 分钟的间隔产生压力的时均值  $P_i^*(\text{avg})$ 。这种衰减装置可以允许基于时均值而不是波动  $P_i$  平稳地操作第二压力控制阀 30b'。

[0277] 使用包括算术处理器的控制器和第二压力控制阀 30b' 作为压力差控制装置,有可能根据在与内区连接的不同位置处测量的  $P_i$  值的时均值的变化控制外区压力 ( $P_o$ ),然后维持  $P_o$  与  $P_i(\text{avg})$  或  $P_i^*(\text{avg})$  的差值在 0-1 巴的范围内。

[0278] 根据内区压力的平均值控制第二压力控制阀 30b' 以便控制外区压力可以在对经过气体出口装置 17 或尾气处理装置 34 的尾气和 / 或对经过外区连接装置 28 或惰性气体连接装置 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,根据本发明实施例,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 的密封装置 41a、41b 没有被维持完善。

[0279] 本发明实施例的目标还可以通过按不同的方式构成外压控制装置 31 来实现。例如,代替与惰性气体连接装置 26b 连接的第三压力表 31a,可以将分别与外区连接装置 28a 或惰性气体连接装置 26a 连接的第五压力表 31p 或第六压力表 31q 选择作为待与压差表 32 连接的压力表。另外,代替与惰性气体连接装置 26a 连接的第二压力控制阀 30b',可以选择与惰性气体连接装置 26b 连接的第三压力控制阀 31b 作为压力控制阀。

[0280] 同时,本发明实施例的目标还可以通过按不同的方式构成内压控制装置 30 来实现。例如,代替与流化气体入口装置 14 连接的第二压力表 30a',可以选择与硅产物颗粒出口装置 16 空间连接的压力表用于与和气体出口装置 17 连接的第一压力表 30a 一同测量



Pi (avg)。

[0281] 除上述实施例之外,可以按各种方式构成内压控制装置 30、外压控制装置 31 和压力差控制装置用于制备根据本发明的颗粒多晶硅。

[0282] [工业应用性]

[0283] 如上所述,根据本发明的使用流化床反应器制备颗粒多晶硅的方法具有如下优越性。

[0284] 1. 根据本文给出的使用流化床反应器的方法可以进行颗粒多晶硅的大量生产。

[0285] 2. 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,和改进反应器的长期稳定性。

[0286] 3. 可以在相对低的成本下将内区和外区之间的压力差维持在预定范围内,而不需要连续地将大量惰性气体提供到反应器的外区中。

[0287] 4. 通过用于加热硅颗粒床的加热装置可以容易地维持硅沉积要求的高反应温度。

[0288] 5. 本文给出的方法可以用于高纯度多晶硅的经济和能量有效的制备,且具有最小化的杂质污染和提高的生产率。

[0289] 6. 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,虽然将绝缘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装置,但是有可能显著地降低来自这些组分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。

[0290] 7. 可以显著地改进反应器的长期稳定性,因为外区中的那些附加组分的化学及物理特性方面的任何热降解在惰性气氛下是较不可能的。

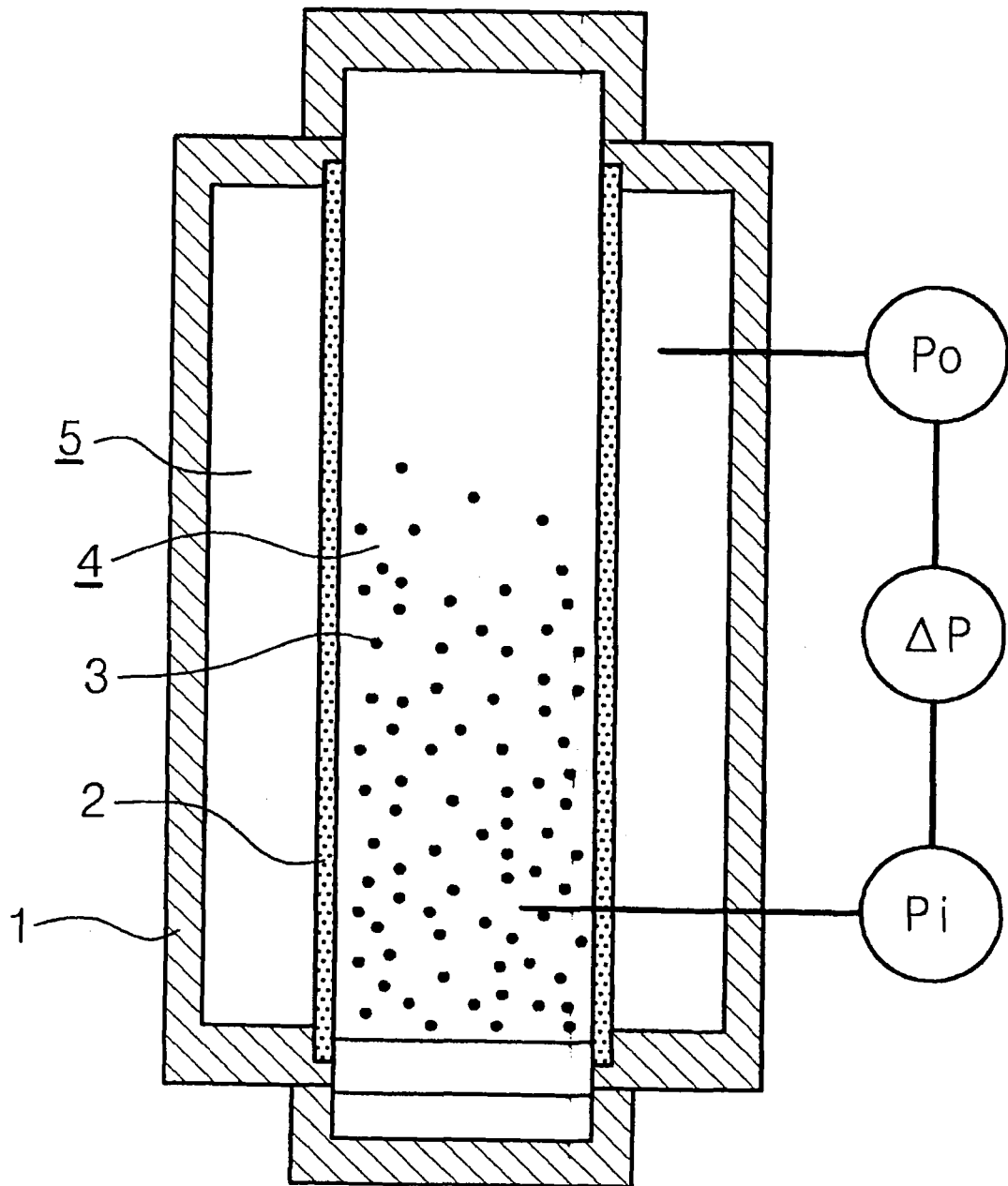


图 1

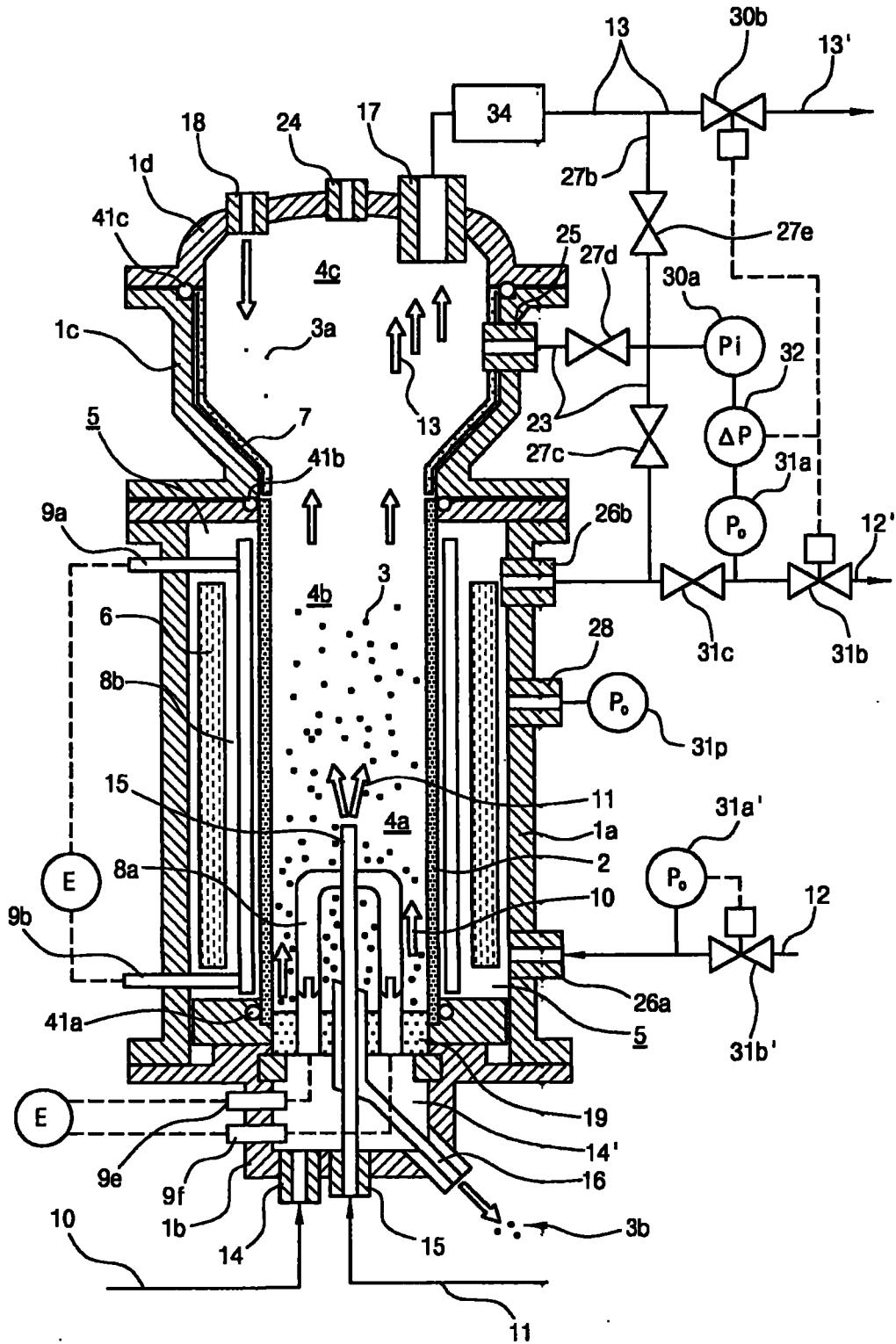


图 2

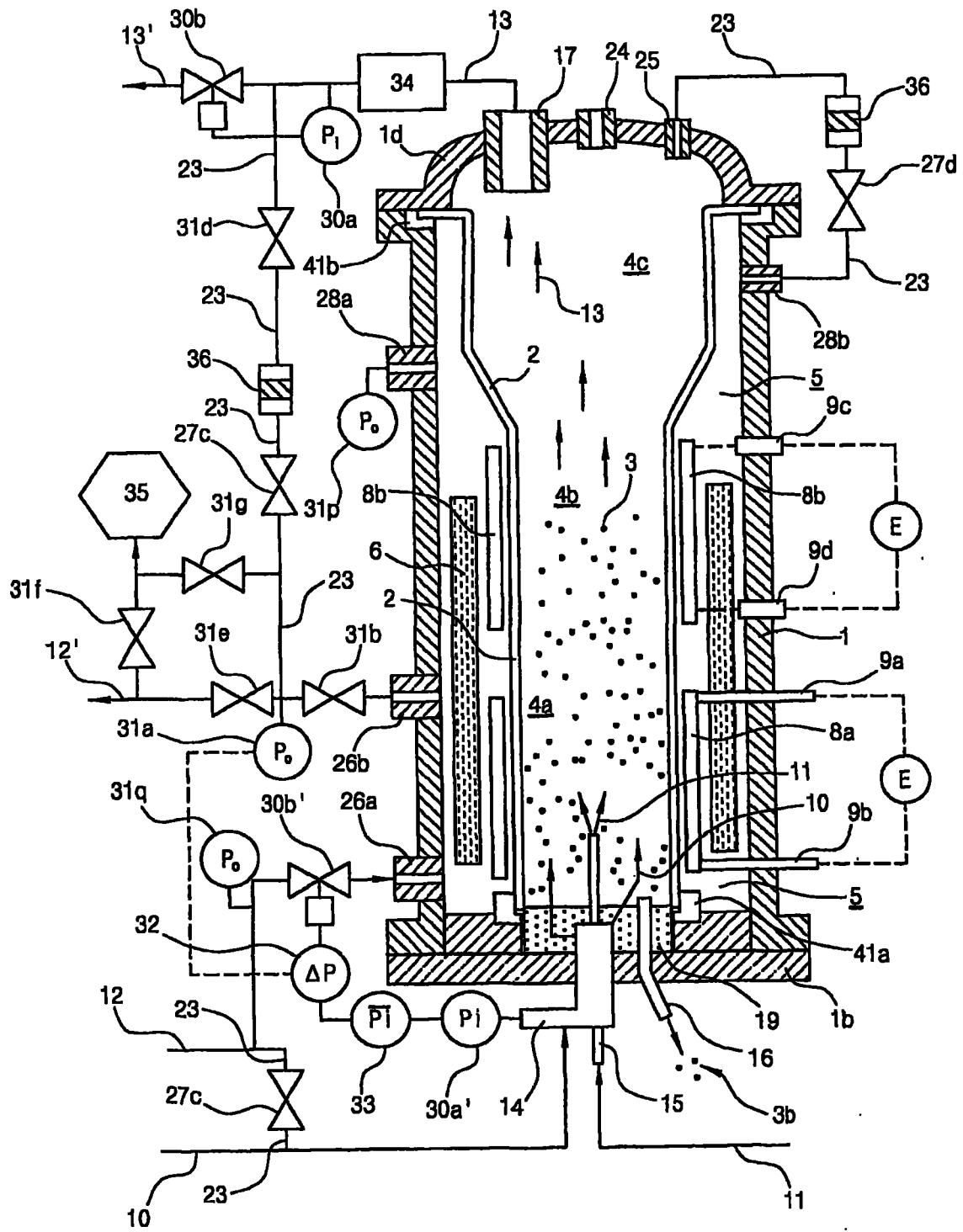


图 3