

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 980**

51 Int. Cl.:  
**C30B 11/00** (2006.01)  
**C30B 29/06** (2006.01)  
**C30B 28/06** (2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **01410052 .3**  
96 Fecha de presentación: **11.05.2001**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1154047**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.11.2001**

54 Título: **Instalación y procedimiento de fabricación en continuo de barra de silicio multicristalino**

30 Prioridad:  
**11.05.2000 FR 0006027**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**19.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**19.04.2012**

73 Titular/es:  
**EMIX**  
**13, RUE DE LA CONDAMINE**  
**38610 GIERES, FR**

72 Inventor/es:  
**Garnier, Marcel;**  
**Kaneko, Kyojiro y**  
**Ribeyron, Pierre-Jean**

74 Agente/Representante:  
**Curell Aguilá, Mireia**

ES 2 378 980 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Instalación y procedimiento de fabricación en continuo de barra de silicio multicristalino.

5 La presente invención se refiere a la fabricación de silicio multicristalino.

Unas plaquetas de silicio multicristalino se utilizan en particular para unas aplicaciones fotovoltaicas que permiten transformar la energía solar en energía eléctrica. Se busca entonces realizar unas plaquetas delgadas, por ejemplo unos cuadrados de 12,5 cm de lado y de aproximadamente 0,5 mm de espesor, por aserrado de barras de grandes longitudes cuyas dimensiones laterales son unos múltiplos de las dimensiones laterales buscadas de las plaquetas.

Un dispositivo de fusión y de colada continua de metales se describe por ejemplo en la patente americana 4.838.933 de Patrick Paillere, Edouard Altheritiere, Marcel Garnier, Jean Driole y Annie Gagnoud. Esta patente prevé esencialmente la colada de metales.

15 Una aplicación del dispositivo descrito en esta patente a una instalación de fabricación de silicio multicristalino está ilustrada de forma esquemática en la figura 1. Esta instalación está representada en curso de funcionamiento. Una barra de silicio 1 sale de un cilindro correspondiente a un apilamiento de crisoles y de hornos cilíndricos. La parte superior es un horno de inducción que comprende un crisol de paredes frías 2 calentado por un arrollamiento 3 excitado a frecuencia media, por ejemplo por medio de un transformador 4 cuyo secundario está acoplado al arrollamiento 3 en paralelo con un condensador 5. El sistema de calentamiento por inducción está regulado para que la parte superior 6 de la barra esté en estado líquido. Bajo el horno de inducción 2 está dispuesto un horno con gradiente de temperatura 8, bajo el cual se encuentra un horno de recocido 9. La parte inferior de la barra es arrastrada por unas garras 11 unidas a un sistema de arrastre lento no representado. El conjunto de los hornos está dispuesto en una campana estanca 20 que presenta una abertura de bombeo 21, así como un orificio de entrada de gas 22, por ejemplo argón. La cámara inferior 23 en la cual desemboca la barra está por ejemplo a atmósfera ambiente. El argón está en sobrepresión en la campana 20 y se escapa entre la barra 1 y las paredes internas de los diversos hornos hacia la cámara 23. Están también previstos diversos dispositivos de introducción de material, por ejemplo una entrada superior de introducción de bolas de silicio de calidad metalúrgica 24. La parte alta de la campana puede eventualmente estar asociada a una antorcha de plasma para iniciar el funcionamiento del dispositivo y para precalentar las bolas de silicio introducidas.

La instalación anterior no se describirá con mayor detalle puesto que es conocida por el experto en la materia y ya ha sido descrita en Proceedings of the International Congress on Electromagnetic Processing of Materials, junio 1997, vol. 2, pp 303-308, P-J Ribeyron, A. Gagnoud, M. Anderhuber, G. Dour, F. Durand, y en la patente europea EP-A-0 477 984.

Para inicializar el funcionamiento de la instalación de la figura 1, se introduce una barra de silicio testigo unida a un vástago de tracción, se calienta la parte superior de silicio mediante la antorcha de plasma para provocar la fusión inicial y después se ponen en marcha los hornos y en particular el horno de inducción 2. A continuación, se estira regularmente la barra hacia abajo mientras se introducen unos granos de silicio metalúrgico por la entrada alta 24.

El funcionamiento de una instalación de este tipo es inevitablemente semicontinuo. En efecto, cuando se ha estirado una altura de barra correspondiente sustancialmente a la altura de la cámara de desprendimiento 23, es preciso detener las operaciones para proceder a un aserrado. En efecto, una barra de silicio no puede ser flexionada y arrollada, como se ha sugerido para unos metales en la patente mencionada.

La presente invención busca prever una instalación de este tipo que permita una colada realmente continua.

50 Para alcanzar este objetivo, la presente invención prevé una instalación de fabricación en continuo de una barra de silicio multicristalino en un crisol sustancialmente cilíndrico. El crisol se calienta en su parte alta por inducción de manera que la parte superior de silicio sea fundida y está asociado a unos medios de realimentación de silicio. Esta instalación comprende unos medios para aspirar periódicamente una parte del silicio fundido.

55 Según un modo de realización de la presente invención, la parte aspirada de la fase fundida corresponde a aproximadamente 30 a 70% del volumen de esta fase, preferentemente 30 a 50%.

Según un modo de realización de la presente invención, la aspiración se realiza por medio de una caña retráctil.

60 Según un modo de realización de la presente invención, la caña está montada en una vaina calefactora de manera amovible, fácilmente desmontable y desechable.

Según un modo de realización de la presente invención, la instalación comprende un sistema de estirado de la barra de silicio asociado de forma desembragable a una montura de sierra de manera que, cuando la sierra está en acción, la misma se desplaza verticalmente, como la barra.

Según un modo de realización de la presente invención, la sierra es una sierra circular diamantada asociada a unos medios de aspersión de agua.

5 Según un modo de realización de la presente invención, la realimentación de silicio se realiza con silicio de calidad metalúrgica.

10 La presente invención prevé también un procedimiento de utilización de una instalación del tipo anterior que consiste en utilizar los mismos parámetros de regulación de la instalación y en hacer variar la sección interna del crisol cilíndrico para pasar de una sección cuadrada a unas secciones rectangulares cuyo lado menor es igual al lado del cuadrado.

15 Estos objetivos, características y ventajas, así como otros de la presente invención, se expondrán con mayor detalle en la descripción siguiente de modos de realización particulares dada a título no limitativo en relación con las figuras adjuntas, en las que:

la figura 1 representa una instalación clásica de colada semicontinua de silicio multicristalino;

20 las figuras 2A y 2B representan un sistema de extracción de partes líquidas según la presente invención en dos posiciones de funcionamiento; y

la figura 3 representa un sistema de aserrado de barra según la presente invención.

25 Según un primer aspecto de la invención, el solicitante ha realizado unas instalaciones experimentales en las que la altura de la cámara a la que se estiraba una barra de silicio multicristalino era muy elevada (varios metros) de manera que se aumenta la duración de una operación de colada. Sin embargo, el solicitante se ha dado cuenta de que la concentración de impurezas en la barra aumentaba y que la calidad del silicio multicristalino obtenido se degradaba.

30 El solicitante ha analizado este fenómeno utilizando silicio metalúrgico de una pureza tal que ninguna impureza metálica está presente a una concentración superior a una parte por millón (ppm) y que existen como máximo 2 a 5 ppm de carbono y menos de 10 ppm de átomos de oxígeno. Se observa entonces en el lingote, al inicio del proceso, una concentración inferior a 10 partes por millardo (ppM) de cada una de las impurezas metálicas, una concentración de átomos de oxígeno inferior a 1 ppm y una concentración de átomos de carbono sustancialmente igual a la concentración inicial (2 a 5 ppm). Esto es debido a un efecto de segregación de las impurezas entre las fases líquida y sólida durante la solidificación del silicio. Sin embargo la concentración de impurezas en la zona en fusión aumenta en el curso del tiempo y, mientras aumenta, a pesar del efecto de segregación, la concentración de impurezas en la barra de silicio aumenta también.

40 Así, la presente invención prevé, para permitir aumentar la duración de una colada, eliminar periódicamente, por bombeo, una parte de la fase líquida de silicio que se encuentra en la parte superior de la barra. El volumen de esta fase líquida que resulta constante en razón del calentamiento poco después de la extracción, se divide así en cada operación de bombeo la concentración de impurezas (esencialmente de impurezas metálicas). Se evitará bombear durante cada operación más de la mitad del volumen de la fase líquida para impedir que la parte superior del lingote se fisure a consecuencia de un cambio brutal de las condiciones térmicas. Se elegirá un bombeo de 30 a 70% del volumen de la fase líquida, preferentemente entre 30 y 50%, pero la cantidad bombeada dependerá del volumen de la fase líquida. La misma será preferentemente extraída en la parte superior de la zona líquida.

50 La presente invención prevé asimismo un medio para asegurar este bombeo de una parte de la fase líquida de forma relativamente rápida para no obstaculizar el funcionamiento del sistema y no estar obligado a interrumpir otros elementos en funcionamiento, por ejemplo el sistema de alimentación con bolas de silicio. Como máximo, después de cada aspiración, se podrá interrumpir el estirado y aumentar momentáneamente el caudal de bolas de silicio proporcionadas a la instalación.

55 Las figuras 2A y 2B representan de forma esquemática un modo de realización de un dispositivo de aspiración de fase líquida en dos estados de funcionamiento. Este dispositivo está montado por medio de una placa 30 sobre la campana 20 mencionada en la figura 1. Una abertura 31 en esta placa corresponde a una abertura en la campana frente a la fase líquida 1 en la parte superior de la barra 1. Un primer recinto 32 contiene unas cámaras 33-1 y 33-2 móviles con respecto a este recinto. La cámara 33-1 está conectada a una caña de aspiración 34 y, por medio de una válvula 35, a la cámara 33-2. Un gato 37 permite empujar las cámaras de manera que la caña 34 sale por la abertura 31, en la posición representada en la figura 2B, pasando el extremo de la caña entonces a penetrar en la zona fundida 6.

65 Preferentemente, se habrá realizado previamente el vacío en la cámara 33-2 y, en cuanto el extremo de la caña 34 penetra en la zona líquida, se abre la válvula 35 entre las dos cámaras 33-1 y 33-2, de manera que una cantidad predeterminada de silicio líquido es aspirada por la caña 34 y pasa a alojarse en la primera cámara 33-1 cuyo interior es preferentemente de grafito.

Evidentemente, se tomarán diversas precauciones para no perturbar el funcionamiento de la instalación de colada. En particular, el interior del recinto 32 será puesto previamente a una temperatura y bajo una atmósfera conveniente. Asimismo, la caña 34 habrá sido previamente calentada, por ejemplo por un manguito 36 calentado por unas resistencias eléctricas que rodean la caña.

En cuanto se ha efectuado una operación de aspiración, la caña se retrae bajo la acción del gato 37, la cámara 32 se cierra de nuevo, y se reemplaza la caña 34. En efecto, después de cada operación, esta caña, por ejemplo de sílice, está obturada por una parte por lo menos del silicio aspirado. La montura de la caña 34 en el interior del manguito y su montaje en conexión con el manguito y la cámara 33-1 se realizan de manera que esta caña pueda ser fácilmente extraída y reemplazada.

Así, esta primera disposición según la presente invención permite prolongar la duración de las coladas. Sin embargo, se topa con el problema enunciado anteriormente según el cual, en la instalación de la figura 1, se está obligado a interrumpir las operaciones en cuanto la altura de la barra resulta igual a la altura de la cámara inferior. Además, no es cómodo prever unas cámaras de recogida 23 de altura muy grande.

Para evitar estos inconvenientes, la presente invención prevé serrar periódicamente unas porciones de la barra de silicio cada vez que la longitud de la barra de silicio se aproxima a la altura de la cámara inferior, sin perturbar el funcionamiento de la instalación.

Para ello, la presente invención prevé montar una sierra de recorte de la barra sobre un elemento que se desplaza al mismo tiempo que la barra de forma que el movimiento relativo vertical entre la barra y la sierra sea nulo.

La figura 3 representa un modo de realización particular de este aspecto de la invención.

La figura 3 representa una parte inferior de la barra 1 tomada entre tres conjuntos de garras 41, 42 y 43. Cada conjunto de garras es solidario a un carro del que uno solo 44, está representado. Este carro se apoya por ejemplo sobre unos tornillos sin fin 46 arrastrados simultáneamente. Así, la barra 1 es arrastrada regularmente hacia abajo. Una sierra circular diamantada 50 está montada sobre una base 51 que puede engranarse sobre un tornillo sin fin 53 que gira al mismo tiempo que los tornillos 46. En las fases de corte, la base que la sierra está engranada sobre el tornillo sin fin 53 y así desciende a la misma velocidad de la barra. Están previstos unos medios mecánicos para desplazar la sierra y ponerla en apoyo contra la barra durante su descenso simultáneo con la barra. Una vez que la porción inferior de la barra ha sido aserrada, la sierra es desembragada y puesta de nuevo en su posición inicial hasta el próximo corte. La figura 3 es extremadamente esquemática. La sierra está evidentemente dispuesta de manera que no interfiera con los otros elementos mecánicos del sistema. En particular, aunque, para simplificar la figura, el tornillo sin fin 53 esté representado en el lado izquierdo de la figura, de hecho, el mismo estará dispuesto por ejemplo hacia la parte delantera. Una vez que la sierra ha realizado su operación, las garras inferiores 43 se desacoplan de la parte cortada de la barra y se desplazan hacia arriba. Con un sistema con tres conjuntos de garras, se podrán redistribuir las garras de forma deseada.

Preferentemente, la parte activa de la sierra, cuando pasa a cortar la barra, está rodeada por un cárter 54 y está previsto un conducto 55 para proyectar agua sobre la sierra de manera que facilite el corte y aumente la duración de vida de la sierra.

Se observará que esta operación de aserrado periódico de la barra obtenida por colada continua no es un inconveniente en el caso de una barra de silicio multicristalino dado que esta barra está destinada a continuación a ser cortada en lonchas delgadas y no a ser utilizada como una barra de gran longitud.

Según un tercer aspecto de la presente invención, para mejorar la rentabilidad de un sistema de colada continua, se prevé aumentar el tamaño de las barras de colada. Los inventores han constatado que, si se quiere aumentar la sección de un lingote de sección cuadrada, se deben revisar todos los parámetros del sistema, y en particular todos los parámetros del sistema de inducción, para conservar un equilibrio entre fases sólida y líquida y un condicionado conveniente. Así, si se ha concebido un sistema para funcionar con una barra de 280 x 280 mm de manera que permita obtener por aserrado, teniendo en cuenta los desechos, cuatro plaquetas de 125 x 125 mm por loncha de la barra, es muy difícil rehacer un nuevo sistema que permita por ejemplo aumentar las dimensiones laterales del cuadrado en 50% para permitir obtener por aserrado nueve lonchas en lugar de cuatro. Entonces, todos los parámetros del sistema deberán ser reconsiderados y se corre el riesgo muy alto de encontrarse frente a unas condiciones de inestabilidad.

Según este aspecto de la presente invención, los inventores han observado que, por el contrario, si en lugar de prever una barra cuadrada se prevén unas barras rectangulares cuyo lado menor permanece de dimensión constante, las condiciones de funcionamiento del sistema no varían prácticamente. Así, una máquina que funciona para unas barras de 280 x 280 mm de lado podrá ser reutilizada cambiando simplemente la sección interna de los diversos hornos pero sin cambiar los otros parámetros de funcionamiento del sistema (frecuencia e intensidad de la alimentación del horno de inducción, y velocidad de estirado) si se pasa a unas emisiones de barras rectangulares

de 280 mm para el lado menor y de, por ejemplo, 425 mm, 600 mm, o más, para la otra dimensión. Además, se ha observado que no solamente se aumenta el volumen obtenido por unidad de tiempo sino también que el rendimiento ha mejorado, resultando los defectos más raros, y en particular resultando las tensiones internas en la barra más bajas para unas barras de mayor sección.

5 La presente invención es susceptible de diversas variantes y modificaciones por parte del experto en la materia, en particular en lo que se refiere a las velocidades y a los detalles de realización, desde el momento en que se conserva uno por lo menos de los aspectos principales de la invención:

- 10
- eliminación periódica del exceso de fase fundida en la parte superior de la barra;
  - aserrado rápido;
  - aumento de una dimensión transversal de la barra sin tocar la otra dimensión.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Instalación de fabricación en continuo de una barra de silicio multicristalino en un crisol sustancialmente cilíndrico (2), siendo dicho crisol calentado en su parte alta por inducción de manera que la parte superior del silicio se funde, y estando asociado a unos medios (24) de realimentación de silicio, caracterizada porque comprende unos medios (30-37) para aspirar periódicamente una parte del silicio fundido.
- 10 2. Instalación según la reivindicación 1, caracterizada porque la parte aspirada de la fase fundida corresponde a aproximadamente 30 a 70% del volumen de esta fase.
3. Instalación según la reivindicación 2, caracterizada porque la parte aspirada de la fase fundida corresponde a aproximadamente 30 a 50% del volumen de esta fase.
- 15 4. Instalación según la reivindicación 1, caracterizada porque la aspiración se realiza por medio de una caña retráctil (34).
5. Instalación según la reivindicación 4, caracterizada porque dicha caña (34) está montada en una vaina calefactora (36) de forma amovible, fácilmente desmontable y desechable.
- 20 6. Instalación según la reivindicación 1, caracterizada porque comprende un sistema de estirado de la barra de silicio (41-46) asociado de forma desembragable a una montura de sierra (50) de manera que, cuando la sierra (50) está en acción, la misma se desplaza verticalmente como la barra.
- 25 7. Instalación según la reivindicación 6, caracterizada porque la sierra (50) es una sierra circular diamantada asociada a unos medios de aspersion de agua (55).
8. instalación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque la realimentación de silicio se realiza con silicio de calidad metalúrgica.
- 30 9. Procedimiento de utilización de una instalación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque consiste en utilizar los mismos parámetros de regulación de dicha instalación y en hacer variar la sección interna del crisol cilíndrico para pasar de una sección cuadrada a unas secciones rectangulares cuyo lado menor es igual al lado del cuadrado.

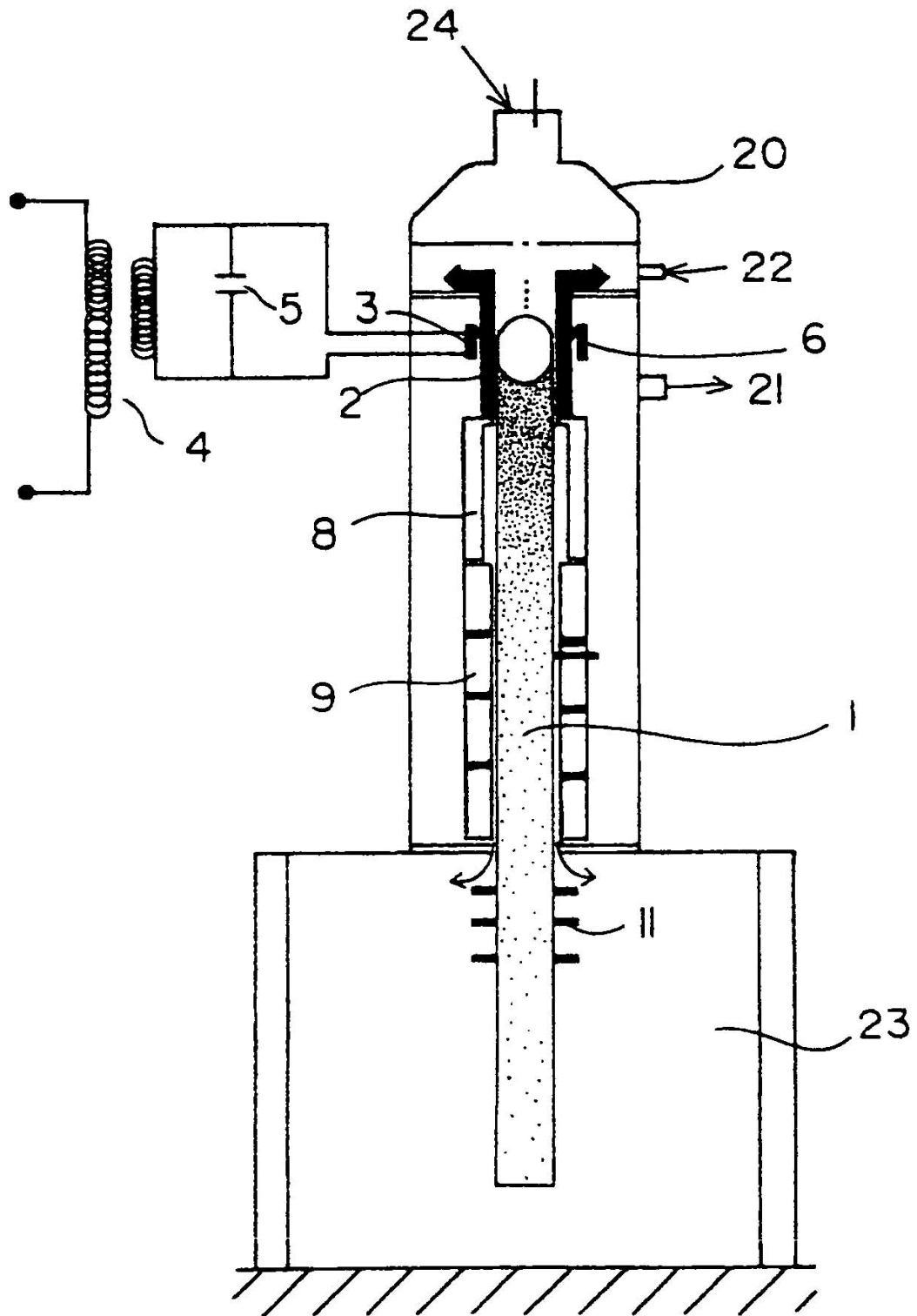


Fig I

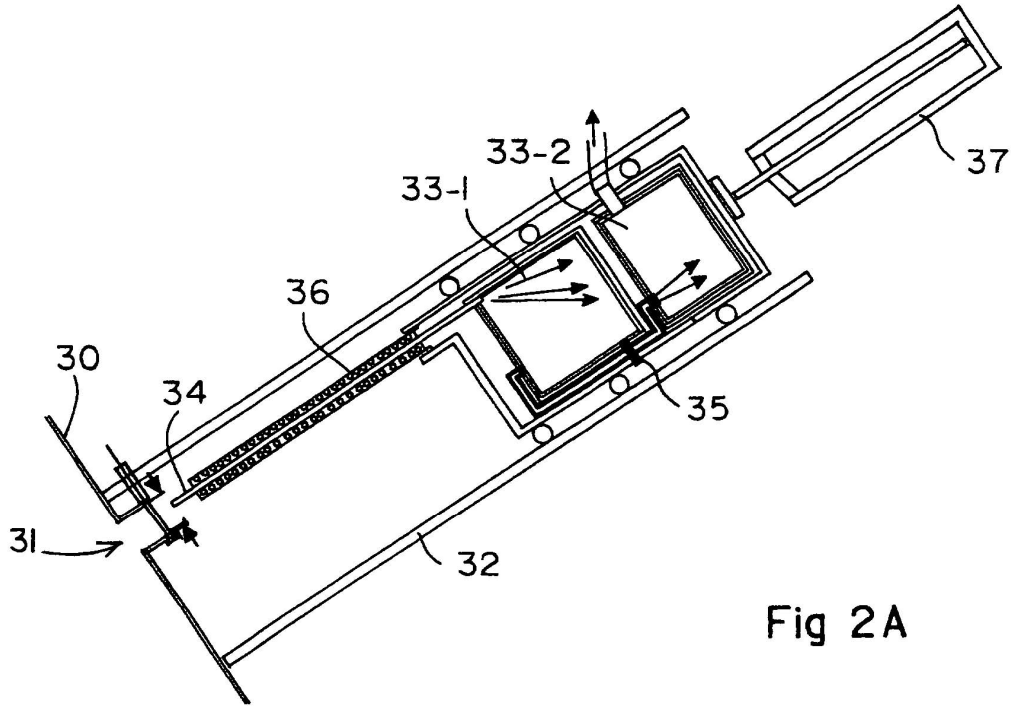


Fig 2A

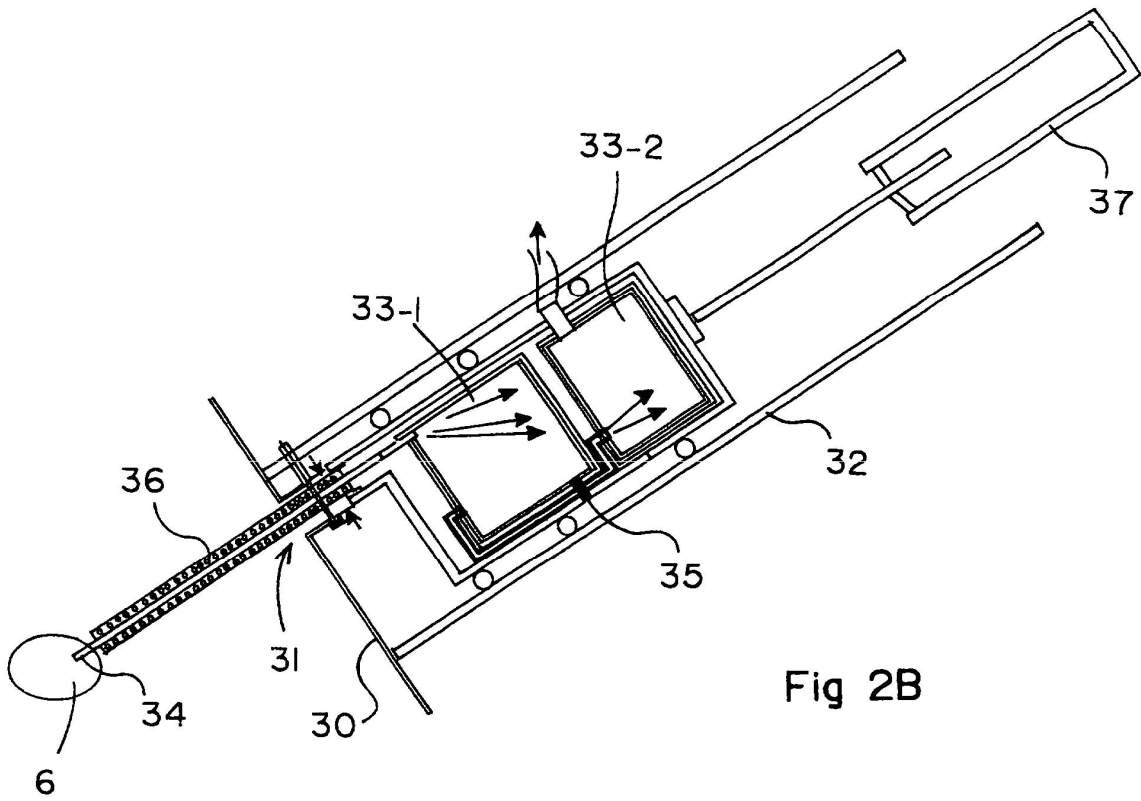


Fig 2B



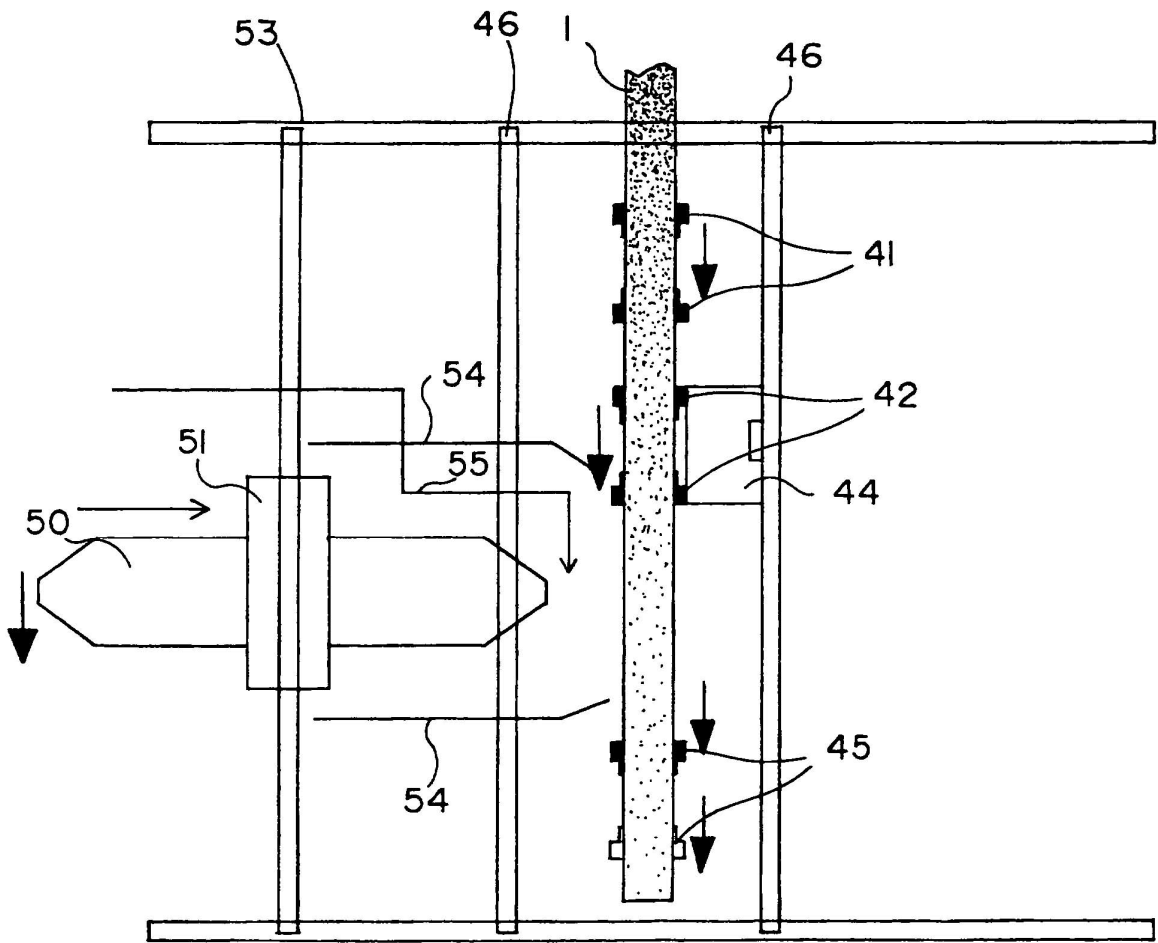


Fig 3