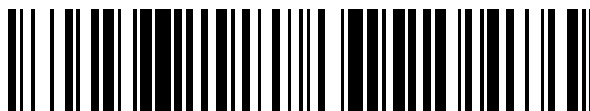


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 630**

51 Int. Cl.:

C30B 28/14 (2006.01) **H05H 1/50** (2006.01)

C01B 33/027 (2006.01)

C30B 15/02 (2006.01)

C30B 25/10 (2006.01)

C30B 28/10 (2006.01)

C30B 28/06 (2006.01)

C30B 11/04 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 29/02 (2006.01)

B01J 19/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.05.2009 E 09751499 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2013 EP 2294005**

54 Título: **Método y reactor de crisol para producir silicio o un metal reactivo**

30 Prioridad:

11.02.2009 US 378250

23.05.2008 US 128847

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.06.2013

73 Titular/es:

**REC SILICON INC. (100.0%)
3322 Road N NE Moses Lake
Washington 98837-9505, US**

72 Inventor/es:

HUGO, FRANZ

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 408 630 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

Método y reactor de crisol para producir silicio o un metal reactivo

5 **Campo**

La divulgación se refiere a métodos, aparatos y sistemas para tratar un material que contiene silicio o un material de metal reactivo.

10 **Antecedentes**

El silicio policristalino ultrapuro o de alta calidad (polisilicio) es una materia prima crítica tanto para la industria de semiconductores (SC) como fotovoltaica (PV). Aunque hay alternativas para aplicaciones PV específicas, el polisilicio seguirá siendo la materia prima preferida en el futuro cercano y previsible. Por tanto, mejorar la disponibilidad y la economía para producir polisilicio aumentará las oportunidades de crecimiento de ambas industrias.

La mayor parte del polisilicio se produce por el método denominado habitualmente de hilo caliente Siemens con silano o triclorosilano (TCS) como la fuente de gas que contiene silicio (SBG). El SBG, normalmente mezclado en otros gases inertes o de reacción, se descompone pirolíticamente y se deposita sobre un filamento de silicio calentado. Otro método es la descomposición pirolítica de SBG en lechos fluidizados. Esta es una alternativa atractiva para producir polisilicio para las industrias de PV y semiconductores debido a un consumo de energía significativamente menor y la posibilidad de producción continua. Estos beneficios son el resultado de la excelente transferencia de masa y calor y el aumento de la superficie para deposición. En comparación con el reactor tipo Siemens, el reactor de lecho fluidizado ofrece velocidades de producción considerablemente mayores a una fracción del consumo de energía. El reactor de lecho fluidizado también será más continuo y altamente automatizado, lo que reducirá también significativamente los costes laborales.

El silano, o silanos de orden superior, usados como el SBG en el proceso Siemens o de reactor de lecho fluidizado tiene una desventaja respecto al TCS en tanto que puede experimentar una descomposición en fase gas (homogénea) respecto a las partículas en polvo además de la deposición de polisilicio (heterogénea). La temperatura a la que ocurre la descomposición se denomina temperatura de nucleación crítica (CNT). La CNT depende de la especie de SBG, presión parcial de SBG, presión total y tipo de gas de dilución inerte. Una vez que se alcanza la CNT, la concentración de partículas aumentará 10^4 - 10^6 veces en un intervalo de 1-5 °C. Las partículas de polvo de silicio de núcleo son típicamente de un tamaño de 1-100 nm, dependiendo del tiempo de residencia y pueden ser amorfas o cristalinas. En cualquier caso, existe una concentración moderada de electrones no unidos sobre la superficie de estas partículas, que posibilita que las partículas se aglomeren fácilmente en partículas de polvo más grandes. Dependiendo de las condiciones, este polvo puede ser desde partículas de núcleos no individuales, aglomerados redondos de tamaño micrométrico hasta grandes partículas con una extensión de varios 100 de micrómetros.

Estas partículas de polvo (conocidas también como finos de silicio) se consideran contaminantes en el proceso Siemens si el polisilicio se usa posteriormente para el crecimiento de un monocristal sin dislocación, particularmente en la industria de semiconductores. Por lo tanto, en un proceso Siemens con silano, o silanos de orden superior como el SBG, las paredes del reactor se mantienen frías, aplicando termoforesis para conducir las partículas de polvo desde la región cercana a las barras calientes donde se producen hacia las paredes del reactor frías donde se depositan. Retirar el polvo de la fase gaseosa reduce el potencial de contaminación de la barra de silicio.

En un proceso con reactor de lecho fluidizado, el polvo puede adherirse a los gránulos e incorporarse en la partícula, contribuyendo de esta manera al crecimiento granular global. Sin embargo, una gran porción del polvo se arrastrará fuera del reactor de lecho fluidizado con los gases salientes. En un proceso con reactor de lecho fluidizado para producción de silicio granular, dicho polvo de silicio fino se considera una pérdida de producción puesto que no contribuye al material granular.

El polvo de silicio puede producirse también en otros procesos de deposición de SBG, por ejemplo intencionadamente en un Reactor de Espacio Libre o no intencionadamente en un reactor de Deposición Química en Fase Vapor (CVD) para deposición de una película fina sobre un sustrato. Otra fuente de polvo de silicio es el rectificado o corte de lingotes de silicio. Las velocidades de producción y calidades de silicio varían considerablemente dependiendo de los procesos.

El polvo producido como se ha descrito en los procesos anteriores actualmente se recupera con gran dificultad debido a que es esponjoso, de baja densidad, es un producto de alta área superficial y se contamina fácilmente por sustancias contenidas en el aire. Además, el polvo de silicio típicamente se desecha como un producto residual o se ofrece a un valor muy bajo dentro del mercado de comercialización de silicio.

65

El documento US4188368 desvela un método de producción de silicio usando calentadores de arco para calentar un gas portador inyectado a través de una pluralidad de puertos. El documento US4787986 desvela un proceso para fundir polvo de silicio usando un crisol de fusión. El documento US4343772 desvela un aparato de reactor térmico para descomponer pirolíticamente silano gaseoso en silicio líquido.

5

Sumario

La invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

10 En este documento se desvelan métodos para tratar térmicamente un material que contiene silicio o un metal reactivo para convertir este material en una forma de producto más útil. Por ejemplo, los métodos desvelados mejoran el polvo de silicio desde un producto de baja calidad, poco empaquetado, con una elevada área superficial, hasta una materia prima de silicio adecuada para los requisitos de procesamiento PV y SC. Es importante evitar la contaminación durante el proceso de tratamiento térmico para obtener un producto puro, particularmente ultrapuro.

15 Una fuente de contaminación son los materiales que constituyen los elementos estructurales del sistema de reactor. De acuerdo con los aparatos, sistemas y métodos desvelados en este documento se forma una capa de fondo de crisol que comprende silicio sólido o un metal reactivo sólido sobre al menos una porción de la superficie interior del reactor. La capa de fondo de crisol sólida evita el contacto del material de suministro y el producto con la superficie del sistema de reactor, evitando así o minimizando la contaminación. La capa de fondo de crisol puede proporcionar también una barrera frente a la difusión para evitar la migración de los elementos de la pared del reactor dentro del producto de silicio.

20

De acuerdo con una realización, en este documento se desvela un método para producir silicio o un metal reactivo que comprende:

25

introducir una alimentación que contiene metal reactivo o una alimentación de metal reactivo en una cámara de reacción, donde la cámara de reacción incluye una pared de la cámara de reacción que tiene (i) una superficie interior orientada hacia el espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta;

30

generar una primera energía térmica dentro del espacio de reacción suficiente para generar un producto de silicio líquido o un producto de metal reactivo líquido;

generar una segunda energía térmica exterior a la pared de la cámara de reacción, de manera que un flujo de calor desde la segunda energía térmica impacta inicialmente con la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción; y

35

establecer una temperatura de la pared de la superficie interior dentro de un intervalo de temperaturas que está por encima o por debajo de una temperatura del punto de fusión del silicio o el metal reactivo controlando la primera fuente de energía térmica y la segunda fuente de energía térmica.

En una realización adicional, se desvela un método para producir silicio que comprende:

40

introducir polvo de silicio en una cámara de reacción, donde la cámara de reacción incluye una pared de la cámara de reacción que tiene (i) una superficie interior orientada hacia un espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta;

generar un plasma en el espacio del reactor;

45

fundir térmicamente el polvo de silicio sometiendo el polvo de silicio a una temperatura mayor que el punto de fusión del polvo de silicio mediante el plasma, donde el proceso de fusión produce silicio líquido;

mantener la superficie interior de la pared de la cámara de reacción a una temperatura de equilibrio por debajo del punto de fusión del polvo de silicio mientras se funde térmicamente el polvo de silicio; y

solidificar el silicio líquido después de que sale de la cámara de reacción.

50

Una realización adicional desvelada se refiere a un método para producir silicio multicristalino sólido que comprende:

introducir un gas que contiene silicio en una cámara de reacción, donde la cámara de reacción incluye una pared de la cámara de reacción que tiene (i) una superficie interior orientada hacia un espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta, y una salida de producto;

55

generar un plasma en el espacio del reactor;

descomponer térmicamente el gas que contiene silicio sometiendo el gas que contiene silicio a una temperatura suficiente para producir silicio líquido;

mantener la superficie interior de la pared de la cámara de reacción a una temperatura de equilibrio por debajo de la temperatura del punto de fusión del silicio mientras se descompone térmicamente el gas que contiene silicio; y

60

introducir el silicio líquido desde la salida de producto directamente en un módulo para colar el silicio líquido en un lingote u oblea de silicio microcristalino sólido.

Un método adicional para producir silicio desvelado en este documento incluye:

65

introducir silano gaseoso en una cámara de reacción, donde la cámara de reacción incluye una pared de la

cámara de reacción que tiene (i) una superficie interior orientada hacia un espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta y una salida de producto;
 generar un plasma en el espacio del reactor;
 descomponer térmicamente el silano gaseoso sometiendo el silano gaseoso al plasma para producir silicio líquido; y
 mantener la superficie interior de la pared de la cámara de reacción a una temperatura de equilibrio por debajo de la temperatura del punto de fusión del silicio mientras se descompone térmicamente en silano gaseoso.

Se desvela también en este documento un sistema de reactor que comprende:

una materia prima que contiene silicio o una materia prima de metal reactivo;
 una cámara de reacción que incluye una pared de la cámara de reacción que define un espacio de reacción de la cámara e incluye (i) una superficie interior orientada hacia el espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta;
 una fuente de energía de plasma acoplada a la cámara de reacción y configurada para generar energía térmica dentro del espacio de reacción de la cámara;
 una fuente de energía térmica externa configurada para someter la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción a calentamiento, y localizada fuera de la cámara de reacción; y
 una salida de producto configurada para extraer el silicio líquido o el metal reactivo líquido de la cámara de reacción.

En una forma preferida, se produce un flujo de energía ajustable de 1 a 2000 kW/m² desde el espacio de reacción a través de la pared de la cámara de reacción controlando la primera fuente de energía térmica y la segunda fuente de energía.

Lo anterior resultará más evidente a partir de la siguiente descripción detallada, que transcurre con referencia a las figuras adjuntas.

Breve descripción de los dibujos

Las Figuras 1A y 1B son esquemas de una realización del sistema de reactor desvelado. La Figura 1A es una vista despiezada de una sección de pared del reactor mostrado en la Figura 1B.
 La Figura 2 es un esquema de una realización adicional del sistema de reactor desvelado.
 La Figura 3 es un esquema de un sistema de reactor que incluye una realización de solidificación.
 La Figura 4 es un esquema de un sistema de reactor que incluye otra realización de solidificación.
 La Figura 5 es un esquema de un sistema de reactor que incluye una realización de solidificación adicional.
 La Figura 6 es un esquema de gradiente de temperatura en el sistema de reactor desvelado.
 La Figura 7 es un esquema de dos flujos de calor del sistema de reactor desvelado.

En las figuras, los números de referencia similares se refieren a elementos similares a menos que se especifique otra cosa.

Descripción detallada

Los términos singulares “un”, “una” y “el”, “la” incluyen los referentes plurales a menos que el contexto claramente indique otra cosa. El término “que comprende” indica “que incluye”. A menos que se indique otra cosa, la descripción de componentes en la nomenclatura química se refiere a los componentes en el momento de la adición a cualquier combinación especificada en la descripción, pero no necesariamente excluye las interacciones químicas entre los componentes de una mezcla una vez mezclados. Cualquier valor numérico citado en este documento incluye todos los valores desde el valor inferior hasta el valor superior en incrementos de una unidad con la condición de que haya una separación de al menos dos unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. Como un ejemplo, si se indica que la cantidad de un componente o un valor de una variable de proceso es de 1 a 90, preferentemente de 20 a 80, más preferentemente de 30 a 70, se pretende que los valores tales como de 15 a 85, de 22 a 68, de 43 a 51, de 30 a 32 etc., estén enumerados expresamente en esta memoria descriptiva. Para valores que tienen una diferencia menor de una unidad, se considera que una unidad es 0,1, 0,01, 0,001 o 0,0001 según sea apropiado. Por lo tanto, se dice que todas las posibles combinaciones de valores numéricos entre el valor más bajo y el valor más alto enumerados en este documento están indicadas expresamente en esta solicitud.

Los sistemas de reactor desvelados en este documento están diseñados térmicamente para mantener una capa de fondo de crisol sustancialmente sólida de alimentación de silicio o de metal reactivo sobre una superficie interior de una pared de la cámara de reacción. Además, el diseño térmico del sistema posibilita un control más preciso del espesor de la capa de fondo de crisol. La capa de fondo de crisol puede cubrir una porción de la superficie de la pared interna o puede cubrir toda el área superficial de la superficie interior. La formación de la capa de fondo de crisol sólida sobre la pared de la cámara de reacción protege el material de construcción de la pared de la cámara del ataque corrosivo por el silicio líquido o el metal reactivo líquido. En otras palabras, la capa de fondo de crisol evita el contacto directo entre la pared de la cámara y el silicio líquido minimizando de esta manera la contaminación

del producto de silicio líquido. La capa de fondo de crisol se forma manteniendo la superficie interior de la pared de la cámara de reacción a una temperatura por debajo del punto de fusión del silicio o del punto de fusión del metal reactivo respectivo.

5 El sistema de control térmico incluye una combinación de una fuente de energía térmica interna dentro de la cámara de reacción y una fuente de energía térmica externa localizada fuera o exterior a la cámara de reacción. La fuente de energía térmica externa también está localizada dentro de una cámara de confinamiento que abarca también la cámara de reacción. La fuente de energía térmica externa puede proporcionar calor directamente a la superficie exterior de la pared del reactor por calentamiento por inducción, calentamiento por resistencia o una combinación de
10 ambos. En una realización mostrada en las Figuras 1A, 1B, 3 y 7B la fuente de energía externa es una bobina o bobinas de inducción. En otra realización mostrada en la Figura 2, la fuente de energía externa es un calentador o calentadores de resistencias. Las microondas es otra posible fuente de energía externa. La fuente de energía térmica interna puede ser un plasma, como se describe con más detalle más adelante. Como alternativa, la fuente de energía térmica interna pueden ser rayos de electrones, elementos calefactores de resistencia o elementos calefactores por inducción.
15

Los flujos de calor generados por la fuente de energía térmica interna y la fuente de energía externa se muestran en las Figuras 7A y 7B, respectivamente. El flujo de calor interno progresa de la siguiente manera: un gas de reacción calentado → película de silicio líquido → capa de fondo de crisol de silicio sólido → pared de la cámara de reacción.
20 El flujo de calor exterior progresa de la siguiente manera: pared de la cámara de reacción → capa de fondo de crisol de silicio sólido → película de silicio líquido. La fuente de energía térmica interna proporciona la energía para la descomposición térmica del material de materia prima. La fuente de energía térmica externa proporciona un control preciso de la temperatura de la superficie interior de la pared de la cámara de reacción en un intervalo suficientemente cercano a (pero por debajo de) el punto de fusión del silicio o el metal reactivo. El gradiente de temperatura resultante se muestra en la Figura 6.
25

La fuente de energía térmica externa puede configurarse en al menos una zona de control de temperatura. Las diferentes zonas de control de temperatura pueden usarse para establecer un perfil o zona de temperatura diferente a lo largo de la longitud axial de la cámara de reacción.
30

Como se ha descrito anteriormente, los procesos desvelados en este documento establecen un gradiente de temperatura desde la superficie exterior de la cámara de reacción hasta el espacio de reacción dentro de la cámara de reacción, como se muestra en la Figura 6. El gradiente de temperatura específico variará dependiendo de diversos factores incluyendo el material de materia prima, la velocidad de alimentación, la presión operativa dentro del espacio del reactor, etc. Además, el gradiente de temperatura depende del tiempo, puesto que cambiará empezando desde la puesta en marcha del reactor hasta el funcionamiento en estado estacionario. Por
35 consiguiente, las temperaturas específicas del sistema de control térmico variarán. Sin embargo, en general, la superficie interior de la pared de la cámara de reacción puede estar de 1 a 300 °C por debajo del punto de fusión del material de materia prima, más particularmente de 1 a 100 °C por debajo del punto de fusión del material de materia prima; la capa de fondo de crisol puede estar al punto de fusión del material de materia prima hasta 300 °C por debajo del punto de fusión del material de materia prima, más particularmente del punto de fusión a 100 °C por debajo del punto de fusión; y el espacio del reactor puede estar al punto de fusión del silicio o el metal reactivo hasta más de 5000 °C.
40

45 El enfoque de control térmico global puede incluir también un aislamiento térmico como se describe más adelante con más detalle.

Las realizaciones ilustrativas del sistema de reactor se muestran en las Figuras 1-5. En general, un sistema de reactor 1 incluye al menos una entrada de materia prima 2, al menos una salida de producto líquido 3, una cámara de reacción 4, una cámara de contención externa 5 y una fuente de generación de plasma 6.
50

La entrada de materia prima 2 puede ser de cualquier tipo de puerto o válvula que posibilite la introducción controlada de materia prima en la cámara de reacción 4. Por ejemplo, la entrada 2 puede ser una boquilla, tal como una estructura enfriada con agua fabricada de cuarzo, grafito y/o silicio.
55

La cámara de reacción 4 incluye una pared de la cámara de reacción 10 que define un espacio de reacción 13 localizado dentro de la pared de la cámara de reacción 10. La pared de la cámara de reacción 10 incluye una superficie interior 11 orientada hacia el espacio del reactor 13 y una superficie exterior opuesta 12. La cámara de reacción puede proporcionarse en cualquier forma, tal como cilíndrica, ovalada, rectangular, etc. En las figuras se muestran cámaras del reactor cilíndricas. En ciertas realizaciones, la cámara de reacción puede tener diversas secciones con tamaños y/o formas diferentes. Por ejemplo, la Figura 1 representa una primera sección cilíndrica 14 y una segunda sección ahusada o cónica 15. La segunda sección 15 se ahúsa dentro de la salida del producto 3. La pared de la cámara de reacción 10 puede estar fabricada a partir de cualquier material que resista la corrosión y contaminación de la materia prima o producto, sea susceptible de formar la capa de fondo de crisol y ofrezca el calor o energía conductiva o las propiedades resistentes deseadas. Los materiales de construcción de pared ilustrativos incluyen grafito, molibdeno, tungsteno, titanio, un cerámico (por ejemplo, alúmina) y cuarzo.
60
65

El área de la superficie interior 11 debería ser suficientemente grande para posibilitar la recogida y conversión a líquido del material de materia prima en la superficie interior 11. Dependiendo de la capacidad de producción deseada en kg/h, el área de la superficie interior 11 debería estar en un intervalo al $0,2 \text{ m}^2$ a 5 m^2 para una capacidad de producción de producto en un intervalo de 1 a 50 kg/h.

5 El suministro de energía para generar el plasma puede ser cualquier tipo de suministro de energía. Los plasmas ilustrativos incluyen RF, DC arco o plasma de microondas. Dependiendo del tipo de plasma específico, el polvo de plasma puede variar de 1 a 1000 kW, más particularmente de 10 a 200 kW.

10 La salida de producto 3 puede estar acoplada a un módulo de recogida de producto y/o un módulo de solidificación de producto. Por ejemplo, el producto puede enfriarse durante la caída libre a través de una torre de solidificación y después recogerse en recipientes enfriados con agua si se desean gotas de tamaño de mm.

15 En la realización de las Figuras 1A y 1B, al menos una bobina o bobinas de inducción de calor 20 están localizadas en o cerca de la superficie exterior 12 de la pared de la cámara de reacción. La bobina 20 puede rodear toda la periferia o solo una porción de la periferia de la cámara de reacción. La bobina 20 está fabricada de cualquier material de transferencia de calor que posibilite un calentamiento suficiente de la pared de la cámara de reacción. La bobina 20 también puede actuar como un sumidero de calor y complementar la pared de la cámara de contención enfriada con agua exterior que actúa también como sumidero de calor.

20 En la realización de la Figura 2, al menos un calentador o calentadores de resistencias 21 están dispuestos en o cerca de la superficie exterior 12 de la pared de la cámara de reacción. El calentador de resistencias 21 calienta la pared de la cámara de reacción. La realización de la Figura 2 incluye también un elemento aislante 22 dispuesto entre la pared de la cámara de reacción y la pared de la cámara de contención. El espesor del aislamiento puede estar diseñado con diferentes espesores a lo largo del eje de altura vertical del reactor.

25 La cámara de contención externa 5 se muestra, por ejemplo, en las Figuras 2 y 3. La cámara de contención 5 sella herméticamente al menos la cámara de reacción 4. La cámara de contención 5 incluye una pared de la cámara de contención 16 que puede estar enfriada con agua. La pared de la cámara de contención enfriada con agua 16 puede ser también un sumidero de calor para las energías térmicas de la cámara de reacción y los flujos de calor descritos anteriormente.

Las Figuras 3-5 ilustran diversos módulos de solidificación diferentes que pueden acoplarse al sistema de reactor.

35 La Figura 3 incluye un crisol electromagnético acoplado a un sistema de colada continua que posibilita la colada de lingotes de silicio. La Figura 4 representa una configuración que posibilita la producción de un lingote de silicio solidificado direccionalmente. El silicio líquido desde la salida 3 puede canalizarse dentro del crisol electromagnético. Las ventajas de la colada electromagnética directa acoplada incluyen que no hay coste adicional para contenedores de transporte, el silicio no se vuelve a fundir, y la contaminación se minimiza puesto que el silicio ultrapuro se solidifica en un crisol de capa de fondo de crisol no contaminante. La Figura 5 representa una configuración que posibilita la producción directa de obleas de colada introduciendo el producto de silicio líquido del sistema de reactor actualmente desvelado sobre un sustrato de soporte horizontal móvil 27. La Patente de Estados Unidos N° 4.670.096, incorporada en este documento por referencia, describe un proceso para la colada directa de obleas con silicio líquido sobre un soporte horizontal móvil.

45 La Figura 3 incluye también un puerto para el gas de descarga 23 que conecta con un sistema de tratamiento del gas de descarga.

50 El funcionamiento del sistema de reactor puede iniciarse por calentamiento de la pared de la cámara de reacción (mediante energía térmica desde la fuente de calor externa, la fuente de calor interna o una combinación de las fuentes de calor externa e interna) hasta por encima del punto de fusión del material de materia prima. Este precalentamiento con un material que contiene silicio presente formará una capa de carburo de silicio sobre la pared de la cámara de reacción de grafito. La temperatura de la pared de la cámara de reacción se reducirá entonces de manera que la superficie interior estará por debajo del punto de fusión del material de materia prima. El material que se funde en el espacio de reacción 13 estará en contacto con la superficie interior iniciando de esta manera la formación de la capa de fondo de crisol sólida (congelada) 17. La capa de fondo de crisol 17 incluye una superficie interna 18 y una superficie en contacto con la pared opuesta 19. Se establece un gradiente de temperatura a través de la pared de la cámara de reacción, la capa de fondo de crisol y el gas en el espacio de reacción como se muestra en la Figura 6. En condiciones de equilibrio térmico el espesor de la capa de fondo de crisol ya no aumenta más, y la temperatura de la capa de fondo de crisol alcanza la temperatura del material líquido sobre la superficie 18 orientada hacia el espacio de reacción 13 del reactor. Una película de silicio líquido 28 se condensará en la superficie interna 18, y después fluirá a lo largo de la superficie interna 18 hasta por debajo del eje vertical de la cámara de reacción. El proceso de fusión puede producir también vapor de silicio.

65 En el caso de una materia prima de un material que contiene silicio, la temperatura máxima de la superficie interior de la pared de la cámara 11 no superará los $1414 \text{ }^\circ\text{C}$ ($1 \text{ }^\circ\text{C}$ menos que el punto de fusión del silicio) durante la

formación de la capa de fondo de crisol y el funcionamiento en estado estacionario. En ciertas realizaciones, la temperatura de la superficie interior 11 puede variar de 1115 a 1414 °C, más particularmente de 1215 a 1414 °C. El calor de la fuente de energía térmica externa mantiene las temperaturas de la pared de la cámara de reacción en los intervalos de temperatura deseados, permitiendo controlar el espesor del fondo de crisol controlando la temperatura de la pared.

El flujo de calor desde la cámara de reacción típicamente se disipa hasta un sumidero de calor externo a la cámara de reacción. El sumidero de calor puede ser un enfriamiento activo (por ejemplo, paredes de la cámara de contención enfriadas con agua) y/o un enfriamiento pasivo, tal como un aislamiento.

El material de materia prima se introduce en la cámara de reacción 4 a través de la entrada 2. El material de materia prima puede ser cualquier material que contenga silicio o un metal reactivo. El material que contiene silicio puede ser silicio sólido, tal como polvo de silicio o finos (como se describe con más detalle en este documento) o un gas que contiene silicio, tal como silano, disilano, silanos de orden superior ($\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$), diclorosilano, triclorosilano, tetracloruro de silicio, dibromosilano, tribromosilano, tetrabromuro de silicio, diyodosilano, triyodosilano, tetrayoduro de silicio o una mezcla de los mismos. Los metales reactivos, tales como titanio o zirconio, podrían reducirse también usando el proceso y aparato desvelados en este documento. El polvo de silicio introducido en el sistema de reactor pueden ser pequeñas partículas de silicio (finos/polvos) producidos a partir de la manipulación del silicio (por ejemplo, rotura, molienda o corte) o por cualquier proceso que descomponga un gas que contiene silicio. El polvo puede dispersarse o suspenderse en un medio portador para inyectarlo en el sistema de reactor. Por ejemplo, el medio portador puede ser un gas que es inerte al silicio y/o que tiene un potencial de ionización relativamente bajo, tal como Ar.

La presión operativa en el espacio de reacción 13 puede variar de 0,1 bar a 2,0 bar, más particularmente de 0,5 bar a 2,0 bar.

Si el material de materia prima es un gas que contiene silicio, la temperatura crítica es la temperatura de descomposición térmica a la que se descompone el gas en un líquido. Por tanto, la superficie interior de la pared de la cámara de reacción se mantiene a una temperatura de equilibrio por debajo de la temperatura del punto de fusión. Las realizaciones mostradas en las Figuras 4 y 5 posibilitan la producción de un lingote de silicio (Figura 4) o una oblea (Figura 5) directamente a partir de la materia prima de gas que contiene silicio (por ejemplo, silano), evitando de esta manera la costosa etapa de formar, volver a fundir y cortar el silicio policristalino. Un segundo gas, hidrógeno, está presente con el gas que contiene silicio en el espacio de reacción 13. El hidrógeno es el resultado de la descomposición térmica del SiH_4 en Si e hidrógeno.

La capa de fondo de crisol debería tener un espesor que sea suficiente para proteger contra la contaminación del producto líquido por el material de la pared de la cámara de reacción. Sin embargo, el espesor de la capa de fondo de crisol no debería ser tan grande como para ocupar una cantidad innecesaria del espacio dentro de la cámara de reacción, disminuyendo de esta manera perjudicialmente el espacio de reacción disponible. Una capa de fondo de crisol innecesariamente gruesa también hará más difícil controlar térmicamente el espesor en equilibrio. En general, el espesor promedio de la capa de fondo de crisol debería ser de 0,01 a 200 mm, más particularmente de 0,1 a 30 mm.

El silicio líquido o metal reactivo líquido fluye a través de la salida de producto líquido 3. La forma geométrica (y tamaño) del producto líquido puede controlarse mediante el diseño de la salida de producto 3. Por ejemplo, la salida 3 puede diseñarse para descargar (por ejemplo, eyectar a través de una boquilla) gotas o esferas (que son la forma física preferida de la materia prima para producción de un lingote mono- o multi-cristalino). En una realización, estas gotas pueden solidificarse en la caída libre a través de una torre de solidificación. Las gotas pueden recogerse en un recipiente en el fondo de la torre de solidificación o pueden transportarse neumáticamente al interior de un recipiente de recogida. La salida 3 también puede hacerse vibrar o someterse a una corriente de gas para influir en el tamaño de las gotas.

En vista de las muchas posibles realizaciones a las que pueden aplicarse los principios del proceso, aparato y sistema desvelados, debe reconocerse que las realizaciones ilustradas son solo ejemplos preferidos y no deben considerarse limitantes del alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir silicio o un metal reactivo, que comprende:

5 introducir una alimentación que contiene silicio o una alimentación que contiene metal reactivo en una cámara de reacción, donde la cámara de reacción incluye una pared de la cámara de reacción que tiene (i) una superficie interior orientada hacia un espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta;
generar una primera energía térmica dentro del espacio de reacción suficiente para generar un producto de silicio líquido o un producto de metal reactivo líquido;
10 generar una segunda energía térmica exterior a la pared de la cámara de reacción, de manera que un flujo de calor desde la segunda energía térmica impacta inicialmente con la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción; y
establecer una temperatura de la pared de la superficie interior dentro de un intervalo de temperaturas que está por debajo de la temperatura del punto de fusión del silicio o el metal reactivo controlando la primera fuente de
15 energía térmica y la segunda fuente de energía térmica.

2. El método de la reivindicación 1, donde se produce un flujo de energía ajustable de 1 a 2000 kW/m² desde el espacio de reacción a través de la pared de la cámara de reacción controlando la primera fuente de energía térmica y la segunda fuente de energía térmica.

20 3. El método de la reivindicación 1, donde la primera energía térmica es energía de plasma y la segunda energía térmica es calentamiento por inducción o calentamiento por resistencia.

4. El método de la reivindicación 1, que comprende adicionalmente formar una capa de fondo de crisol sólida de silicio o de metal reactivo sobre la superficie interior de la pared de la cámara de reacción, preferentemente donde la capa de fondo de crisol sólida tiene un espesor de menos de 200 mm.

5. El método de la reivindicación 1, donde la primera energía térmica genera calor dentro del espacio del reactor a una temperatura por encima del punto de fusión del silicio, y la primera fuente de energía y la segunda fuente de
30 energía se combinan para mantener la temperatura de la pared de la superficie interior a una temperatura por debajo del punto de fusión del silicio.

6. El método de la reivindicación 1, donde la pared de la cámara de reacción está alineada verticalmente de manera que el silicio líquido o el metal líquido puedan fluir hacia abajo por la pared de la cámara.

35 7. El método de la reivindicación 1, donde el calor desde la segunda energía térmica está controlado para mantener la temperatura de la pared de la superficie interior a una temperatura por debajo de la temperatura del punto de fusión de la alimentación que contiene silicio o la alimentación de metal reactivo, preferentemente donde la temperatura de la pared de la superficie interior se mantiene de 1 a 300 °C por debajo de la temperatura del punto de fusión del silicio o el metal reactivo.

8. El método de la reivindicación 1, donde una alimentación que contiene silicio se introduce en la cámara de reacción y la segunda energía térmica mantiene la temperatura de la pared de la superficie interior a una temperatura de 1115 a 1414 °C.

45 9. El método de la reivindicación 1 que comprende adicionalmente:

introducir polvo de silicio en dicha cámara de reacción, donde la generación de una primera energía térmica comprende generar un plasma en el espacio del reactor,
50 comprendiendo el método adicionalmente:

fundir térmicamente el polvo de silicio sometiendo el polvo de silicio a una temperatura mayor que el punto de fusión del polvo de silicio mediante el plasma, donde el proceso de fusión produce silicio líquido;
55 mantener la superficie interior de la pared de la cámara de reacción a una temperatura de equilibrio por debajo del punto de fusión del polvo de silicio mientras se funde el polvo de silicio; y
solidificar el silicio líquido después de su salida de la cámara de reacción.

10. El método de la reivindicación 9, que comprende adicionalmente calentar de forma controlable la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción.

60 11. El método de la reivindicación 1 donde generar dicha primera energía térmica dentro del espacio de reacción es suficiente para generar un gas de reacción calentado y un producto de silicio líquido o un producto de metal reactivo líquido; donde el método comprende adicionalmente:

65

formar una capa de fondo de crisol sólida de silicio o de metal reactivo sobre la superficie interior de la pared de la cámara de reacción; y

formar una película del producto de silicio líquido o del producto de metal reactivo líquido de manera que la película fluya hacia abajo sobre al menos una parte de la capa de fondo de crisol sólida;

5 donde la primera energía térmica genera un primer flujo de calor que progresa de la siguiente manera: gas de reacción calentado → película de silicio o metal reactivo líquido → capa de fondo de crisol de silicio o metal reactivo sólido → pared de la cámara de reacción, y la segunda energía térmica genera un segundo flujo de calor que progresa de la siguiente manera: pared de la cámara de reacción → capa de fondo de crisol de silicio o metal reactivo sólido → película de silicio o metal reactivo líquido.

10 12. El método de la reivindicación 1, donde la alimentación que contiene silicio es un gas que contiene silicio seleccionado entre Si_nH_{2n+2} , donde n es de 1 a 4, diclorosilano, triclorosilano, tetracloruro de silicio, dibromosilano, tribromosilano, tetrabromuro de silicio, diyodosilano, triyodosilano, tetrayoduro de silicio o una mezcla de los mismos.

15 13. Un sistema de reactor que comprende:

una materia prima que contiene silicio o una materia prima de metal reactivo;

una cámara de reacción que incluye una pared de la cámara de reacción que define un espacio de reacción de la cámara e incluye (i) una superficie interior orientada hacia el espacio de reacción y (ii) una superficie exterior opuesta;

20 una fuente de energía de plasma acoplada a la cámara de reacción y configurada para generar energía térmica dentro del espacio de reacción de la cámara;

una fuente de energía térmica externa configurada para someter a la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción a calentamiento, y que está localizada fuera de la cámara de reacción; y

25 una salida de producto configurada para extraer silicio líquido o metal reactivo líquido de la cámara de reacción.

14. El sistema de reactor de la reivindicación 13, que comprende adicionalmente:

medios para inyectar una materia prima de polvo de silicio en la cámara de reacción; o

30 una cámara de contención sellada herméticamente que abarca al menos la cámara de reacción y la fuente de energía térmica externa; o

medios para hacer vibrar la salida del producto;

y preferentemente donde la fuente de energía externa comprende al menos una bobina de inducción dispuesta alrededor de una parte de la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción o donde la fuente de energía externa comprende al menos un calentador de resistencia dispuesto en contacto con una parte de la superficie exterior de la pared de la cámara de reacción.

35

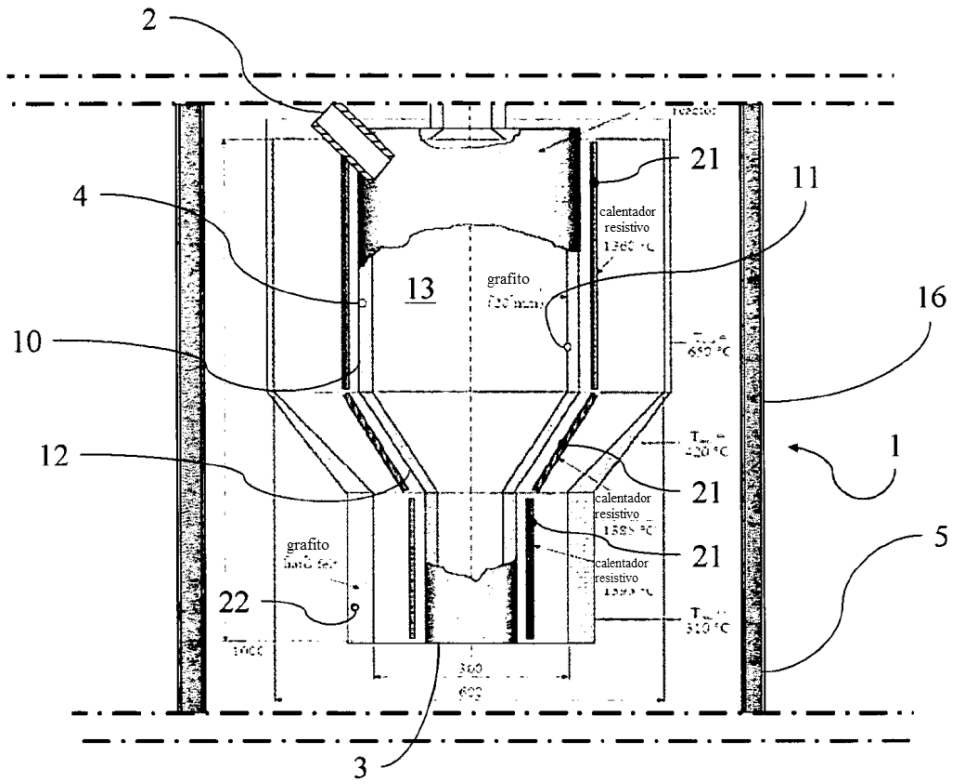


Fig 2

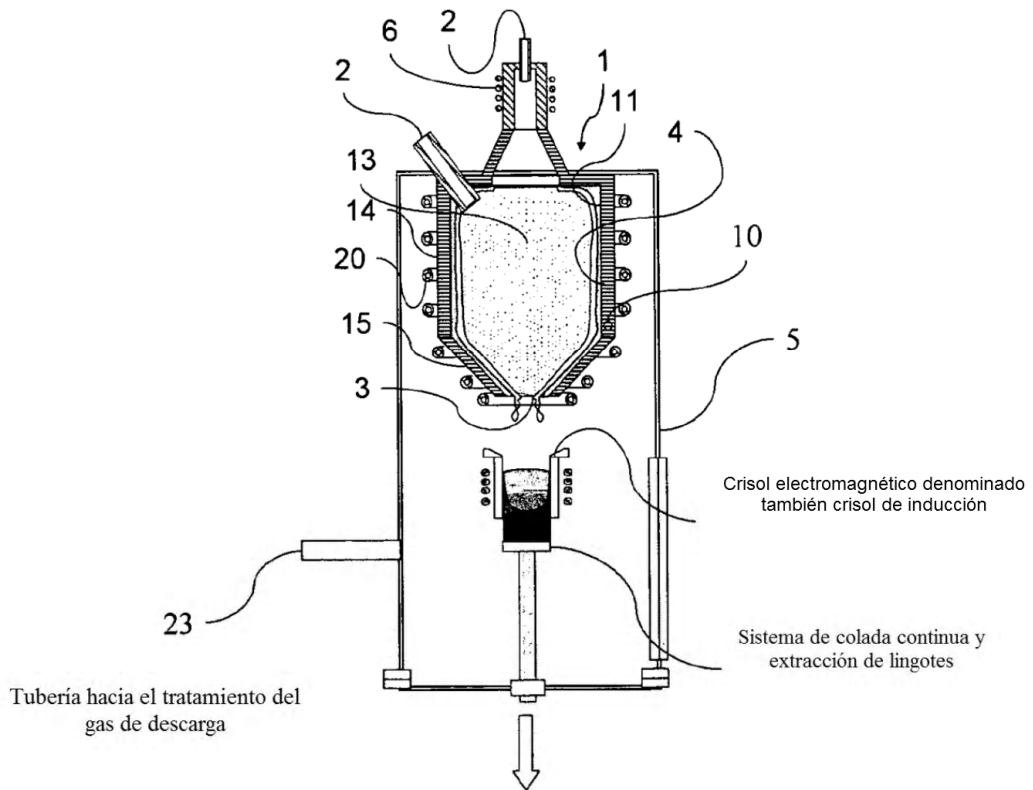
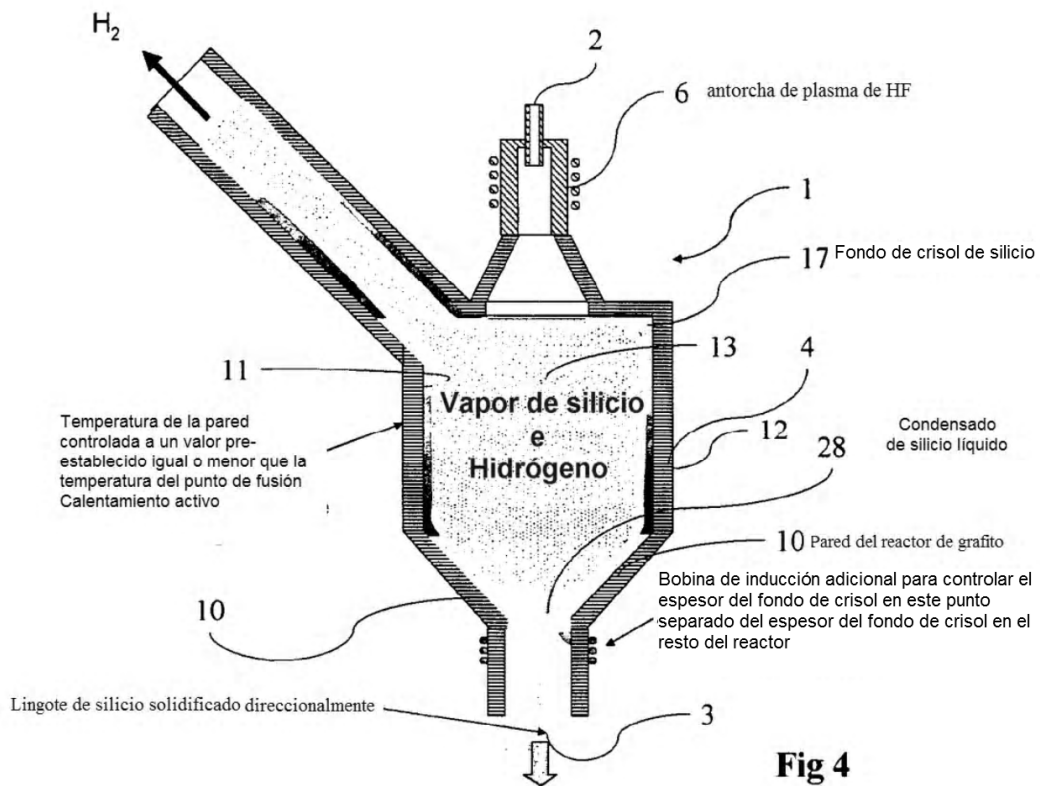


Fig 3



Colada directa de oblea con reactor de crisol por plasma

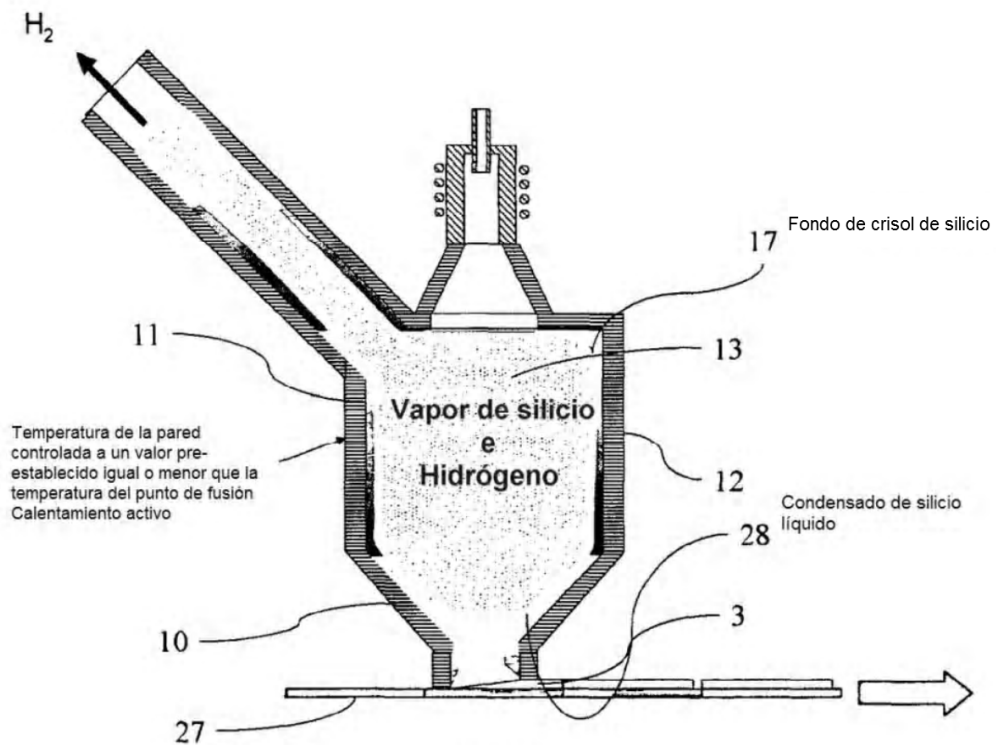


Fig 5

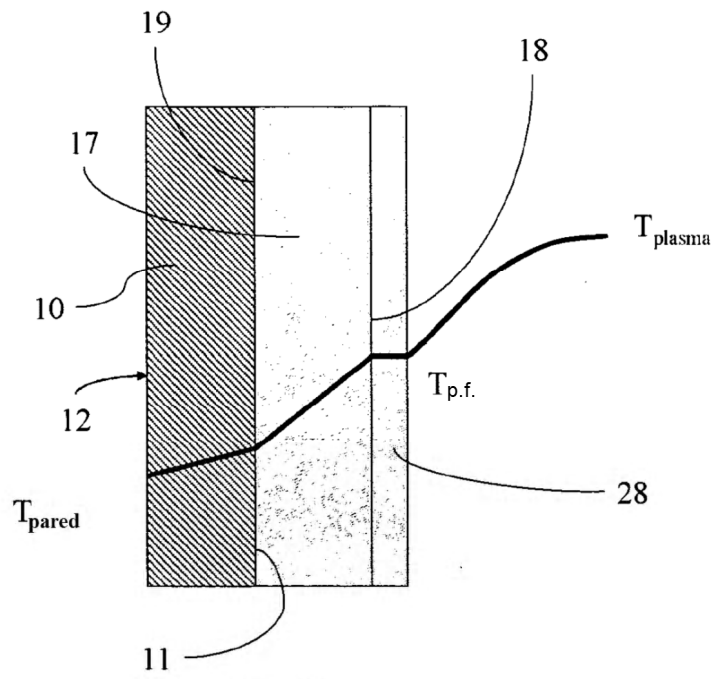


Fig 6

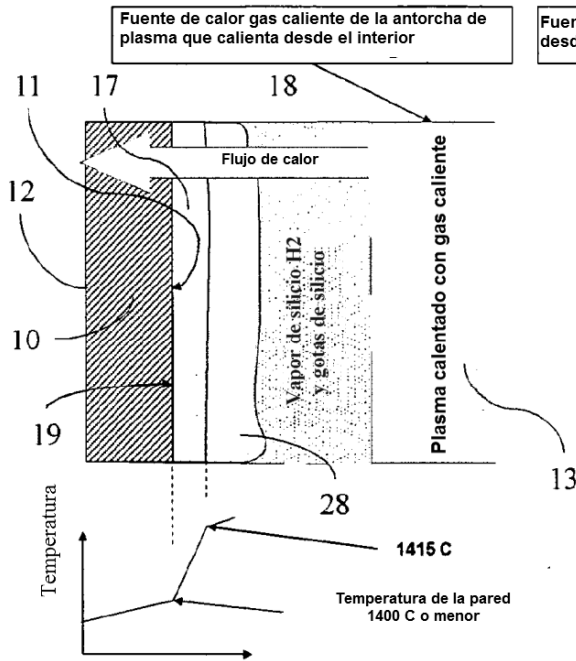


Fig 7A

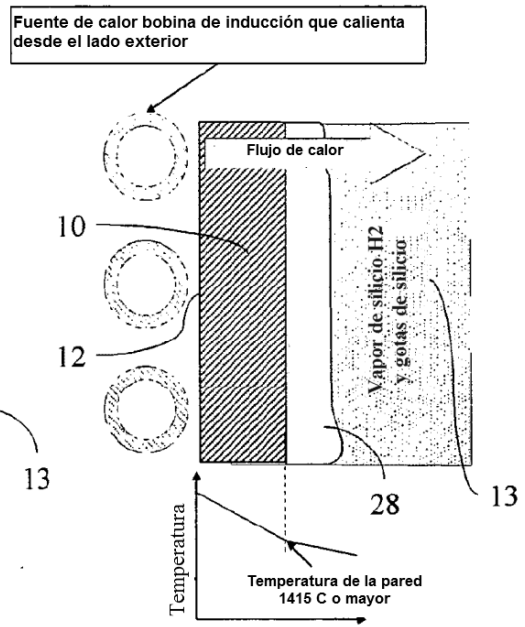


Fig 7B