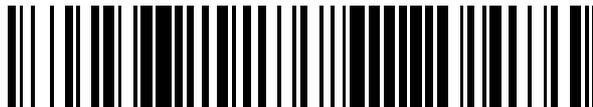


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 441 117**

51 Int. Cl.:

**C01B 33/037** (2006.01)

**B02C 18/16** (2006.01)

**B02C 18/18** (2006.01)

**B02C 18/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.03.2007 E 09159453 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.10.2013 EP 2141121**

54 Título: **Molino de corte**

30 Prioridad:

**08.03.2006 DE 102006011040**

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

**31.01.2014**

73 Titular/es:

**FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR  
FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN  
FORSCHUNG E.V. (100.0%)  
Hansastraße 27c  
80686 München, DE**

72 Inventor/es:

**VON CAMPE, HILMAR;  
BUSS, WERNER;  
SCHWIRTLICH, INGO y  
SEIDL, ALBRECHT**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 441 117 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

Molino de corte

- 5 La invención se refiere a un molino de corte para triturar, en particular, material de silicio policristalino fracturado en forma acicular que contiene partículas que presentan una relación de aspecto  $A_1$  con  $5 < A_1 \leq 30$ , y/o una fractura de oblea de Si que consta de partículas en forma de plaquetas.
- 10 Para la fabricación de cristales de silicio se usan por lo general grandes piezas residuales tales como piezas de fractura o restos de fracturas (trozos) de la fabricación de poli-Si, piezas de extremos aserrados de cristales de zona Czochralski o zona de flotación, regiones marginales de bloques desechados y material fracturado en forma esférica o en forma de astillas.
- 15 Se requiere un granulado de Si fino en la técnica de fundición de moldes de Si para rellenar los huecos y espacios vacíos durante el llenado de crisoles, a fin de lograr elevadas tasas de llenado.
- 20 En la técnica de producción de Czochralski (CZ) se usan trozos de Zi (piezas grandes con un diámetro de algunos centímetros) para la carga. Para la recarga se usa también, en ocasiones, un material de forma esférica con tamaños de partículas de 0,2 a 5 mm. Tales partículas se fabrican, por lo general, en un procedimiento de separación de lecho fluidizado. Con este material de tamaño aproximadamente milimétrico se logra una graduación esencialmente más fina de la carga.
- 25 También en el procedimiento de crecimiento de alimentación de película de borde definido (EFG, por las siglas en inglés de Edge defined Film-fed Growth) en el que se sacan discos de Si en forma de tubos poligonales directamente de la fundición, se usa un granulado con tamaños de partículas en escala milimétrica, puesto que debido al volumen del crisol se requiere una carga más fina. Según el estado de la técnica, actualmente se usa casi exclusivamente material de forma esférica.
- 30 Junto con este material de forma esférica también existen partículas formadas de manera irregular de tamaño correspondiente que se pueden fabricar por fracturado a partir de silicio policristalino macizo. El material presenta un porcentaje de aproximadamente 0,1 % a 10 % (valor medio de 1 %) debido al procedimiento de fabricación (crecimiento pirolítico a partir de la fase gaseosa en una vara) de una estructura marcadamente alargada con una elevada relación de aspecto (longitud: dimensión mínima; a continuación se usa de manera simplificada la relación longitud : ancho). La sustancia se puede reconocer en que el material contiene agujas con una relación de aspecto (longitud : ancho) mucho mayor que 1 y también aparecen partículas con una relación de aspecto de 10 a 30. Estas últimas se pueden tamizar solamente con dificultad. Sin embargo, la estructura alargada es de desventaja durante el transporte por líneas de pequeña sección transversal o aquellas que tienen dobleces y esquinas.
- 40 El documento DE-A-38 11 091 divulga una trituración de baja contaminación de silicio con herramientas cuyas superficies que entran en contacto con silicio están hechas de silicio o materiales duros.
- El documento EP-A-0 539 097 se refiere a una herramienta de impacto revestida con material sintético con baja impureza para la fractura de silicio.
- 45 Por el documento US-A-3 604 489 se conoce un molino de trituración para plantas tales como, por ejemplo, tabaco, que incluye cuchillas ajustables. Las cuchillas pueden incluir metales duros de silicio.
- 50 La presente invención tiene como objetivo mejorar un molino de corte de la clase mencionada inicialmente de manera que los materiales iniciales se trituran en la cantidad requerida para obtener una relación deseada de aspecto. En particular, se debe garantizar que durante la trituración no se produce una contaminación del material.
- 55 Para lograr el objetivo, la invención contempla esencialmente que el molino de corte presenta un espacio interior revestido con silicio, carburo de tungsteno y/o material sintético, que el molino de corte presenta un cuerpo de rotación configurado como columna con bordes múltiples que está revestido del lado del espacio interior del molino de corte con silicio o presenta silicio y que extendidas de manera paralela a los bordes longitudinales del cuerpo de rotación están dispuestas cuchillas dispuestas en el área de giro del cuerpo de rotación extendidas en el espacio interior del molino de corte que se pueden ajustar con respecto al cuerpo de rotación.
- 60 El molino de corte es apropiado, en particular, para triturar material de silicio policristalino fracturado con partículas por lo menos parcialmente aciculares (material I) que presentan una relación de aspecto  $A_1$  con  $5 < A_1 \leq 30$ , en donde el material I se tritura de manera que las partículas trituradas (material II) presentan esencialmente una relación de aspecto  $A_{II} < 3$ , o una fractura de trozo de Si que consta de partículas en forma de plaquetas que se trituran de manera que las partículas trituradas (material III) presentan esencialmente una relación de aspecto  $A_{III}$  con  $A_{III} < 3$ . El material I puede ser silicio obtenido a partir de una fase gaseosa o una fundición. Por lo tanto, el molino de corte de acuerdo con la invención es apropiado preferentemente para triturar granulado relativamente plano y acicular hasta dimensiones de 1 cm a 3 cm, es decir, para el material I y II.
- 65

De manera independiente de esto, se realiza una trituración en la medida en que se pueda realizar una reutilización posterior. A través de esta forma de realizar el procedimiento de trituración se evita que se produzca mucho polvo de silicio o una acumulación de polvo de silicio en el producto. Un polvo de silicio correspondiente se produciría, en particular, en procesos de molienda, de modo que durante el proceso de trituración se debe evitar la frotación y la molienda. En contraste, durante el corte y el fracturado la producción de polvo es reducida.

Aparte de esto, con el molino de corte debería lograrse una reducción de los tamaños de granos de los materiales iniciales, de manera que estos últimos presentan en su extensión más prolongada dimensiones máximas de 10 mm, preferentemente 5 mm.

A fin de garantizar que durante el triturado no se produce una contaminación descontrolada del material reciclado – esto último puede ocurrir por el desgaste de las paredes interiores de la herramienta de trituración tal como el molino de corte – está previsto que por lo menos las paredes interiores del molino de corte estén revestidas con un material de silicio o un compuesto de cerámica estable y resistente a los arañazos tal como SiC, SiN, WC (macizo). También es posible aplicar capas durante el procedimiento de pulverización térmica, pulverización de plasma, vacío, etc. Sin embargo, se prefieren paredes macizas con un espesor entre 0,5 mm y 50 mm, preferentemente entre 5 mm y 10 mm de silicio puro o SiC o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sinterizado o macizo depositado por CVD. Los revestimientos pueden ser aplicados sobre las paredes interiores con un agente de fijación apropiado como un adhesivo y garantizan que durante un desgaste, solamente el material del revestimiento de la pared se mezcla con el material a ser triturado y a ser reciclado, pero no las impurezas metálicas del cuerpo del molino de corte propiamente dicho.

De acuerdo con una propuesta alternativa está previsto que la pared esté revestida con un material sintético resistente a la abrasión tal como Vulkollan® (marca de fábrica registrada de Bayer AG para un elastómero de alto rendimiento, Teflon® (marca de fábrica registrada de DuPont para polipetrafluoreteno, Halar® (marca registrada de Solvay S.A. para un fluoropolímero y/o polioximetilo.

Para evitar impurezas del material reciclado está previsto adicionalmente que el material inicial triturado sea descargado desde el molino de corte evitando el paso habitual por un tamiz tal como una chapa perforada.

Por lo tanto, se evitan contaminaciones que se presentan de acuerdo con el estado de la técnica porque el tamaño del material triturado se determina a través de las perforaciones de una chapa perforada o tamiz, por medio del cual se descarga el material desde el molino de corte. La chapa o el tamiz correspondiente se somete a un desgaste, puesto que las partículas de Si trituradas llevan a un desgaste continuo de la chapa perforada o el tamiz y los revestimientos protectores contra desgaste aplicados sobre el mismo.

El porcentaje de las partículas de una extensión máxima deseada (longitud del material II o diagonal del material III) depende del número de revoluciones de la cuchilla de corte o de rotor (fig. 6). Para este propósito se operan molinos de corte correspondientes con altas velocidades que se desvían de la operación normal, en donde se indican velocidades preferidas de 500 revoluciones/min a 4.000 revoluciones/min, en lo que se refiere a un molino de corte, es decir, para la obtención del material II preferentemente 3.000 a 3.500 rev./min y para el material III preferentemente 2.000 a 2.500 rev./min

Otros detalles, ventajas y características de la invención serán evidentes no solamente a través de las reivindicaciones, las características que se desprenden de estas últimas – por sí solas y/o en combinación – sino también a través de las explicaciones presentadas en relación con el dibujo.

En los dibujos:

La fig. 1 muestra una relación de aspecto de material a ser reciclado y material reciclado,

La fig. 2 muestra fotografías de la forma de grano y el grabado de un material a ser reciclado,

La fig. 3 muestra fotografías de la forma de grano y el grabado de un material reciclado,

La fig. 4 muestra fotografías de la forma de grano y el grabado de un material adicional,

La fig. 5 muestra fotografías de la forma de grano y el grabado de un material adicional,

La fig. 6 muestra una representación esquemática del desarrollo de la distribución del tamaño de grano en función del número de revoluciones de una herramienta de corte y

La fig. 7 muestra una representación del principio de un molino de corte.

Haciendo referencia a las figuras o a las fotografías y los grabados que se observan en estas últimas, se describirán las características de los materiales a ser reciclados y los materiales reciclados que están destinados a ser cargas de fusiones a partir de las que se obtienen cristales de silicio. A este respecto es posible producir cristales de

acuerdo con el procedimiento de Czochralski o de acuerdo con el procedimiento EFG, para nombrar solo algunos de los procedimientos de producción a modo de ejemplo, La trituración y el reciclado se realiza a este respecto mediante un molino de corte 10 descrito de manera más detallada haciendo referencia a la fig. 7.

5 Se procesan adicionalmente partículas formadas de manera irregular que pueden estar hechas a partir de silicio policristalino macizo. Debido al procedimiento de fabricación (crecimiento pirolítico a partir de la fase gaseosa en una vara), el material tiene una estructura marcadamente alargada con una elevada relación de aspecto (longitud : dimensión mínima, a continuación se define de manera simplificada como longitud : ancho). Los materiales correspondientes fabricados a partir de silicio policristalino macizo de destacan porque el material contiene agujas con una relación de aspecto (longitud : ancho) de las agujas mucho mayor que 1 y, por lo tanto, se presentan algunas pocas partículas con una relación de aspecto de 10 a 30. Estas últimas pueden ser difíciles de tamizar y hacen que durante un transporte del material referido en este sentido como material I las partículas correspondientes lleven a un impedimento, en particular, cuando se realiza un transporte a través de tubos con una estrecha sección transversal o con dobleces tubulares y esquinas.

15 El material I se fractura y se trata adicionalmente, a fin de obtener un porcentaje mayor de partículas con una relación de aspecto uniforme  $A_{II} < 3$ . Esto se realiza a través de la trituración exacta con el molino de corte

20 Con el fin de ilustrar las diferencias de las relaciones de aspecto de los materiales I y II, se hace referencia a la fig. 1. En esta última se presenta la frecuencia relativa de las partículas en función de la relación de aspecto. La comprobación propiamente dicha se debe realizar con un aparato óptico de análisis de partículas, sin importar si ya se pueden registrar ópticamente las diferentes dimensiones geométricas. Se observa que el material de origen a partir de silicio policristalino fracturado contiene un porcentaje no despreciable de partículas cuya relación de aspecto es mayor que 10, en particular, se ubica en el intervalo entre 10 y 30. Si el material se tritura de la manera descrita a continuación, se puede reducir la relación de aspecto, es decir, en valores de  $A_{II} < 10$ . Por lo tanto, se obtiene una característica de transporte mejor para el material II en comparación con el material I.

30 A través de la trituración del material I se obtiene adicionalmente una mayor densidad a granel para el material II y así la posibilidad de un llenado más compacto de un crisol de fusión tal como una fusión de fundición de bloques. Una característica adicional del material II se obtiene a partir de la imagen grabada de una muestra de silicio esmerilado. La fig. 2 muestra una partícula de Si pulida y grabada químicamente que se caracteriza por límites de granos finamente ramificados en el material. El material I se obtiene a través de deposición en fase gaseosa. A este respecto, las distancias de los límites de grano dependen de las condiciones de deposición. El material II, derivado del material I, que se obtiene a través de la trituración del material I, se puede reconocer en la microestructura típica idéntica a la del material I que se observa en la Fig. 3. En consecuencia, las diferencias entre el material I y el material II no se encuentran en la microestructura, sino solamente en la forma de granos, en donde el material II presenta la relación de aspecto más pequeña.

40 Las partículas trituradas fabricadas a partir del material I del material II muestran de manera predominante una forma menos acicular y una apariencia más redonda, como se observa con claridad en la fig. 3.

45 Sin embargo, no solamente se puede usar silicio policristalino que se fabrica a partir de la fase gaseosa, a fin de alimentarlo a una fundición, sino también material fabricado a partir de una fractura de oblea de Si. A este respecto se trata de un granulado de Si no transportable a partir de material de silicio en forma de plaquetas, dotado y/o no dotado tal como obleas de silicio seleccionadas, fracturadas o no fracturadas, del tamaño de, por ejemplo, 156 mm x 156 mm, 125 mm x 125 mm o 100 mm x 100 mm o fracciones de este último, las cuales se fabrican a partir de obleas aserradas de Czochralski o obleas de fundición de bloque multicristalino y de obleas que se obtienen de acuerdo con el procedimiento EFG a partir de un corte de esquinas y bordes de un polígono a partir del procedimiento EFG, otros procedimiento de obtención de bandas (por ejemplo, ESP) o el procedimiento RGS (substrato de crecimiento de cintas, por las siglas en inglés de ribbon growth substrate) y generalmente a partir de obleas monocristalinas y multicristalinas. A través de la enseñanza de acuerdo con la invención, el residuo de obleas puede alimentarse nuevamente de manera efectiva en el ciclo de fabricación.

55 La relación de aspecto puede determinarse con el aparato óptico de análisis de partículas. A este respecto, se presenta una relación de aspecto todavía más pequeña (longitud : ancho) en comparación con el material II, como se observa en la fig. 1. Por lo general se observan valores de la relación de aspecto  $A_{III}$  con  $A_{III} < 3$ , la cual se excede solamente en casos excepcionales.

60 El material III está caracterizado adicionalmente por un grosor casi constante de por lo menos un elevado porcentaje de las partículas. Por encima de esto, a través de pulido mecánico y grabado químico es posible reconocer una típica estructura de granos y de defectos en el material III que se distingue de manera muy clara de los materiales I y II, como se observa por medio de una comparación de las figuras 2, 3 con las figuras 4 y 5.

65 En el lado izquierdo de la fig. 5 se representa el material III que fue fabricado a partir de obleas de EFG recicladas como ejemplo para un material obtenido de una fundición para el procesamiento adicional. El material posee un grosor de discos de aproximadamente 50  $\mu\text{m}$  a 450  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 250  $\mu\text{m}$  a 350  $\mu\text{m}$ . Se fractura en forma

de partes rectangulares y muestra la formación de granos gemelos muy típica para el crecimiento de acuerdo con el procedimiento de EFG en un número elevado de partículas (lado derecho de la fig. 4).

5 En la representación del lado izquierdo de la fig. 5 se representa un material III que fue fabricado a partir de obleas multicristalinas y, por ejemplo, producidas de acuerdo con el procedimiento de fundición de bloques para el procesamiento adicional. El material posee un grosor de discos de 50  $\mu\text{m}$  a 450  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 250  $\mu\text{m}$  a 350  $\mu\text{m}$ . Se fractura en forma de partes poligonales rectangulares y triangulares y muestra la formación de límites de granos típica para el crecimiento de acuerdo con el procedimiento de fundición de bloques, como se observa claramente en la imagen de grabado reproducida del lado derecho. Se debe señalar en este contexto que esta estructura de límites de granos se determina con menor frecuencia en el material, puesto que el tamaño de las partículas trituradas se ubica por debajo del tamaño de granos típico del material de aproximadamente 1 cm a 2 cm. Puesto que el material se fractura preferentemente en los límites de grano, la estructura de grano, por ende, solamente puede determinarse en pocas piezas de áreas con una estructura muy pequeña en el rango milimétrico.

15 Debido a la forma poligonal de las partículas del material III se puede obtener una elevada densidad a granel que se ubica en 15 % a 20 % por encima del material I.

La siguiente tabla presenta la densidad a granel y la densidad compactada de los materiales I, II y III que deben interpretarse solamente a modo de ejemplo.

20

Tabla 1: Densidad a granel y densidad compactada

Material	Relación de aspecto	A granel suelto (densidad a granel) [g/cm <sup>3</sup> ]	A granel compacto (densidad compactada) [g/cm <sup>3</sup> ]
Material I, tamizado (0,5 –2,0 mm de ancho de malla)		0,94 +/- 1 %	1,15 +/- 4 %
Material II, tamizado (0,5 –2,0 mm de ancho de malla)		1,15 +/- 1 %	1,19 +/- 4 %
Material III, tamizado (0,5 –2,0 mm de ancho de malla)		1,15 +/-1,5 %	1,35 +/- 0,2 %

25 En la tabla se puede observar que la densidad a granel y la densidad compactada en el silicio reciclado del material III a partir de discos planos con una fracción de tamizado comparable conduce a densidades que son 15 % a 20% mayores en comparación con el material I.

Los materiales I y II, debido a la técnica de fabricación (deposición en fase gaseosa), por lo general son no dotados, aunque fundamentalmente es posible una deposición de policristales dotados de acuerdo con el estado de la técnica.

30

Si se utiliza material de refundición como material inicial para el material I, se debe considerar y determinar previamente la dotación. En este caso, el material I y el material II, según la dotación del material inicial, pueden ser conductores de tipo "p" o "n".

35 El material III puede incluir partículas no dotadas o dotadas, conductoras de tipo "p" y/o conductoras de tipo "n". Si la dotación de concentración del material inicial se conoce según el tipo y la cantidad, a través de un mezclado apropiado de los granos de diferente concentración se puede ajustar la concentración de dotación deseada. La concentración de dotación puede determinarse con lugares de medición automatizados (como medición de 4 puntos, potencia térmica, reflexión de microondas, absorción IR) pero también a través de análisis químico como espectroscopia de masa, EAA (espectroscopia de absorción atómica), AFRRT (análisis de fluorescencia de rayos "X" de reflexión total).

45 Se logra una dotación deseada de un material a través de la mezcla con cantidades calculadas de un material dotado de otra manera o no dotado. Con ello es posible mezclar una materia prima a partir de diferentes componentes obteniendo una mezcla de dotación total deseada. A este respecto es posible, en particular, usar restos de obleas de alta dotación tales como por ejemplo n,  $p > 5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-18}$  directamente para dotar fundiciones no dotadas.

50 Para la fabricación del material III se recolecta en barriles una fractura de obleas de todas las clases posibles. Resulta ser de ventaja cuando la recolección de los materiales de acuerdo con las propiedades deseadas ya se realiza en el estado temprano de la producción, puesto que entonces todavía está disponible el conocimiento de las propiedades de los materiales.

55 Conforme a esto, durante la recolección se debe realizar una clasificación apropiada del material, de modo que se puede recolectar un material, separado y ordenado, por ejemplo, según grupos de resistencia o porcentaje de dotación o según clases de pureza. De esta manera se recolectan, por ejemplo, materiales según grupos de resistencia, en donde la resistencia coincide dentro de un factor 2. La clasificación y las propiedades de las clases se

definen de acuerdo con los objetivos de uso posteriores.

También cuando están contenidas en el material impurezas visibles macroscópicamente, con ello se puede definir una clase de material correspondiente. De esta manera, por ejemplo, el silicio que se produce durante el cortado de octágonos de EFG puede contener ocasionalmente componentes que no pueden ser retirados inmediatamente al comienzo del proceso. Sin embargo, estos componentes pueden ser retirados antes del procesamiento adicional y así se purifica el material antes del proceso adicional.

A través de la recolección exacta de material inicial según clases con propiedades iguales, después de la trituración y el mezclado es posible producir el material con las propiedades deseadas.

El triturado se realiza con el molino de corte 10 que trabaja con una herramienta de fractura giratoria. Las muestras de material planas tales como la fractura de obleas pueden ser trituradas de manera independiente del tamaño de las obleas con el molino de corte.

El molino de corte también es apropiado para granulado relativamente plano y acicular hasta dimensiones de 1 a 3 cm. Para trozos residuales macizos de gran tamaño o voluminosos se puede usar primero un fracturador de mordazas con el que se tritura primero el material hasta el tamaño que puede ser procesado por el molino de corte. El objetivo de esta trituración es principalmente triturar el material solamente hasta el punto en que pueda ser usado adicionalmente a continuación. Por lo tanto, en el proceso de trituración el material se deja en el tamaño de algunos milímetros hasta centímetros. El objetivo del proceso de trituración es un tamaño de granos en el intervalo de 0,1 a 20 mm, preferentemente 0,3 a 3,0 mm.

A este respecto, se debe evitar en lo posible la producción de polvo de silicio y se debe contrarrestar la acumulación de polvo de Si en el producto. El polvo de Si se produce preferentemente en procesos de molienda, por lo que se debe evitar la fricción y la molienda en el proceso de trituración. En contraste, se prefiere el corte y el fracturado del material, puesto que en este caso la producción de polvo es reducida.

Como silicio, cuarzo y cerámica son materiales quebradizos y duros, existe el peligro de una incorporación de impurezas por el desgaste de las paredes laterales de la herramienta de trituración tal como un molino de corte. De manera normal se aplican capas de protección contra el desgaste, por ejemplo, carburo de tungsteno sobre la pared del molino mediante procedimientos de pulverización térmica o en el procedimiento de pulverización de plasma. Sin embargo, estas capas se desgastan con materiales duros como silicio en el proceso de trituración y llevan a concentraciones de impurezas de 1000 a 10000 ppba de Fe, Ni y, por ejemplo, WC, dependiendo de la composición de la capa de protección contra el desgaste. La superficie del tamiz perforado colocado normalmente en la máquina para tamizar el material de trituración está expuesta a un desgaste particularmente fuerte.

La solución del problema se logra mediante el revestimiento interior de las paredes del molino con material de silicio o un compuesto de cerámica mecánicamente estable y resistente a los arañazos tal como SiC, SiN, WC y metal duro (macizo). Por supuesto también es posible aplicar capas con procedimientos de pulverización térmica, pulverización de plasma al vacío, etc.

Sin embargo, son más apropiadas paredes macizas con un grosor de 0,5 a 50 mm, preferentemente 5 a 10 mm de silicio puro o SiC sinterizado o producido masivamente a partir de CVD o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . En el caso de material de trituración a partir de vidrio de cuarzo, el revestimiento de la pared consta de placas de cuarzo. Estos revestimientos de la pared se adhieren con un adhesivo sólido sobre la pared y garantizan que en caso de desgaste de la pared se incorpore a lo sumo el material del revestimiento de la pared, pero sin impurezas metálicas.

Sin embargo, también existe la posibilidad de revestir la pared con material sintético resistente a la abrasión tal como Vulkollan®, Teflon®, Halar® y/o polioximetileno.

En un molino de corte, el tamaño del material de corte se determina normalmente a través de la perforación de una chapa perforada. Sin embargo, esta última se somete a un desgaste, puesto que las partículas de Si se empujan a lo largo de la misma y tiene lugar así un desgaste continuo del material de la chapa perforada y del revestimiento de protección contra el desgaste aplicado sobre esta última. Es parte de la invención poder operar sin el tamiz perforado, puesto que este último está expuesto a un desgaste particularmente fuerte y solamente puede ser provisto de un revestimiento de material duro, pero no de un revestimiento de pared maciza.

Por lo tanto, en una configuración de la invención se omite la chapa perforada. En su lugar, el tamaño de las partículas del material de corte se controla por medio del número de revoluciones de la cuchilla del rotor. Esto lleva a un método de corte con una rotación de alta velocidad, diferente de la operación normal. Sin embargo, la dependencia del producto del molino de corte con rotación de alta velocidad se ve influenciada en gran medida por la forma de grano dada, en particular, el grosor de grano, pero también la longitud de grano.

La materia prima de fractura de obleas relativamente grande y delgada para la fabricación de material III ya con números de revoluciones más bajos alcanza rendimientos más altos que el granulado más pequeño y más grueso

(material I), a partir del cual se fabrica el material de la clase II (fig. 6). El rendimiento se ajusta principalmente a través de la distancia de las cuchillas de corte.

5 Por lo general, el rendimiento de la fracción de material aumenta con el número de revoluciones y disminuye el porcentaje de granos de gran tamaño (fig. 6). En cada caso individual se debe determinar la respectiva dependencia exacta para diferentes materiales.

10 Independientemente de esto, la fig. 6 refleja fundamentalmente las condiciones que se refieren a la modificación de la fracción de material y del grano de gran tamaño de los materiales individuales dependiendo del número de revoluciones de la herramienta de corte. Las curvas 1 y 2 se refieren al material III. La curva creciente 1 muestra la modificación relativa a la fracción de material que aumenta al aumentar el número de revoluciones de la herramienta de corte. De manera correspondiente, la curva marcada con 2 es característica para el grano de gran tamaño no deseado, es decir, el porcentaje de granos de gran tamaño disminuye al aumentar el número de revoluciones.

15 Con respecto al material I/II, las curvas 3 y 4 muestran con claridad que, del mismo modo, aumenta la fracción de material al aumentar el número de revoluciones (curva 3), mientras que, por el contrario, disminuye el porcentaje de granos de gran tamaño (curva 4).

20 Mientras más fácilmente se separa el material más bajos serán los números de revoluciones que se requieren para obtener elevados porcentajes del tamaño de grano deseado. Cuanto menor sea el material de alimentación en extensión máxima, mayor deberá ser el número de revoluciones para obtener el porcentaje deseado de fracción de material y minimizar así los granos de gran tamaño.

25 También la geometría del material determina la distribución de los tamaños de granos que se puede obtener con el proceso de trituración. Los materiales con una elevada relación de aspecto requieren números de revoluciones mayores. Del mismo modo, las partículas más pequeñas que se separan difícilmente requieren números de revoluciones más elevados.

30 En un modo de operación sin tamiz perforado se reduce drásticamente el porcentaje de materiales finos (grano de tamaño reducido) alcanzando valores que pueden ubicarse por debajo de 1%. Esto es de gran ventaja, puesto que un material fino con tamaños de grano por debajo de 0,5 mm debido a su mayor superficie absorbe una mayor cantidad de partículas de impurezas adheridas en la superficie. La producción de la fracción de material sin chapa perforada pudo aumentarse con un mayor número de revoluciones hasta aproximadamente 80%.

35 La pureza del producto sin chapa perforada es claramente mejor. Al fin y al cabo se incorpora menos material de impurezas en la capa, por dos razones:

1. Se omite por completo la abrasión por la chapa perforada, de modo que no se incorpora gran parte de las impurezas.
- 40 2. A través del porcentaje reducido de grano de tamaño reducido, la superficie es menor.

45 La tabla 2 muestra el efecto de mejora que es el resultado de determinadas modificaciones. El revestimiento de las paredes con silicio produce una clara disminución de las concentraciones de impurezas de Fe y Ni, es decir, el material del que están hechos los elementos cruzados de impacto del molino de corte. Además, en Fe y Ni está incrustado WC. La omisión de una chapa perforada revestida con WC lleva a una disminución de la concentración de carburo de tungsteno por debajo del límite de detección. A este respecto, el WC está incrustado en una capa de Fe y Ni.

Tabla 2: Pureza de los productos obtenidos

Impureza	Con protección contra el desgaste (capa de carburo de tungsteno de pulverización con llama)	Con revestimiento de Si de las paredes y chapa perforada	Con revestimiento de Si y sin chapa perforada
Fe [ppba]	1000	200	< 30
Ni [ppba]	200	50	< 10
W [ppba]	> 1000	1000	< 5

50 La pureza de material obtenida de esta manera es suficientemente alta para producir grados de acción de células solares de más de 14 % a 15 %.

55 Directamente después de la trituración, el material se subdivide mediante una máquina de tamizado en fracciones apropiadas de granos, por ejemplo,  $0 \leq \text{tamaño de grano 1 (grano de tamaño reducido)} \leq \text{tamaño de grano 2 (fracción de material)} \leq 3,0 \text{ mm/e}, 0 \text{ mm} \leq \text{tamaño de grano 3 (grano de gran tamaño)}$ .

60 Si se habló anteriormente de reciclado de material o de material reciclado, estos términos comprenden también la recuperación de materiales que se funden para extraer los cristales. En otras palabras, el material inicial no tiene que ser obligatoriamente material de silicio ya usado.

En la figura 7 se observa únicamente el principio del molino de corte 10 de acuerdo con la invención, con el que se trituran los materiales I y III en la medida en que se logra la relación de aspecto deseada menor a 3, en donde se minimiza la producción de polvo que lleva a impurezas. Al mismo tiempo existe la posibilidad de que el polvo producido eventualmente se filtra por succión, por ejemplo, en aspiradores a prueba de explosión.

5 El molino de corte 10 que presenta en principio un espacio interior de forma de paralelepípedo 11 que desemboca en un embudo 13, presenta un alojamiento hecho de metal, preferentemente de aluminio, 12. El espacio interior que presenta una geometría de paralelepípedo 11 está formando a este respecto por cuatro placas de paredes de aproximadamente 2 cm de grosor 14, 16 que se atornillan formando el alojamiento 12. Las paredes interiores del alojamiento 12, es decir, las placas 14, 16 se revisten a continuación con placas de silicio de aproximadamente 5 mm a 10 mm de grosor 18, 20, 22, 24. Esto puede realizarse gracias a que las placas de silicio 18, 20, 22, 24 se adhieren sobre las placas de aluminio 14, 16. Para este propósito es necesario que las superficies interiores de las paredes 14, 16 sean planas.

15 En el espacio interior 11 rodeado por las placas 14, 16 está dispuesta una herramienta de corte 28 de manera giratoria. En cuanto a la herramienta de corte 28, se trata de un cuerpo de rotación 30 que tiene la forma de una columna de bordes múltiples que presenta preferentemente una superficie básica triangular, cuadrada o hexagonal. Las superficies longitudinales del cuerpo de rotación 30 están revestidas de placas de silicio con un grosor de 5 mm a 100 mm 32, 34, 36. En el ejemplo de realización, el cuerpo de rotación 30 presenta la geometría de una columna de tres bordes.

25 En las placas de silicio 32, 34, 36 están fijados listones de corte 38, 40, 42 que pueden estar formados preferentemente de carburo de tungsteno macizo o de un material duro infiltrado con silicio. Los listones de corte 38, 40, 42 se atornillan preferentemente mediante tornillos en el cuerpo de rotación 30. Para este propósito, las placas de silicio 32, 34, 36 presentan perforaciones correspondientes. Los cabezales de los tornillos quedan ocultas en las cuchillas 38, 40, 42 y la superficie libre se recubre con cinta adhesiva de teflón.

30 Además, desde los bordes laterales extendidos de manera paralela a los bordes longitudinales del cuerpo de rotación 30 y provistos en la figura con los números de referencia 14, 16 o sus revestimientos 18, 20, 22, 24 parten cuchillas 44, 46 que igualmente están hechas de carburo de tungsteno macizo y pueden estar fijadas directamente en las paredes laterales 16, 18. En esta región, los revestimientos 18, 20, 22, 24 presentan cavidades correspondientes.

35 Se puede ajustar la distancia entre las cuchillas 44, 46 y los bordes longitudinales que se mueven al lado de estas últimas del cuerpo de rotación 30 o los listones de corte que parten desde los bordes 38, 40, 42. Para este propósito, las cuchillas 44, 46 que presentan una geometría de paralelepípedo están soldadas sobre piezas de acero 50, 52 que se fijan por medio de tornillos que se traspasan desde afuera a través de las paredes del alojamiento 14, 16. A continuación se puede ajustar la distancia a través de piezas distanciadoras no especificadas de manera más detallada.

40 Las cuchillas 44, 46 están dispuestas, colocadas en posición y ocultas de tal manera entre los revestimientos 18, 20, 22, 24 que los materiales a ser triturados y a ser desintegrados entran en contacto exclusivamente con silicio y carburo de tungsteno.

45 Además, los listones de corte 38, 40, 42 que parten desde el cuerpo de rotación 30 y/o las cuchillas 44, 46 deben estar biseladas aproximadamente a 400  $\mu\text{m}$  para evitar fugas.

50 A diferencia de los molinos convencionales, en la salida del embudo 13 no se encuentra una chapa perforada que de otro modo podría formar una fuente de impurezas.

El cuerpo de rotación 30 propiamente dicho se hace girar con altas velocidades en el intervalo entre 500 rev/min a 4000 rev/min, a fin de lograr así, dependiendo de los materiales a ser alimentados, la desintegración o la trituración deseada.

55 Una ventaja de la disposición de acuerdo con la invención es un porcentaje claramente menor de granos de tamaño reducido (menor que 0,3 a 0,5 mm) que por lo general está fuertemente contaminado y debe desecharse. Sin una chapa perforada se obtiene un porcentaje de 1 % a 10 %, mientras que por el contrario al existir una chapa perforada convencional, el porcentaje de granos de tamaño reducido se ubicaría entre 10 % y 20 %, según lo demostrado por las mediciones.

60 A fin de triturar el material I a III, este último se alimenta por medio de un embudo que está presente del lado del cabezal 54. En la región del embudo 54, las paredes están revestidas igualmente con placas de silicio que pueden presentar grosores entre 5 mm y 10 mm.

65 Si el alojamiento 12 está revestido preferentemente por completo con material de silicio, entonces también existe la posibilidad de que menos superficies expuestas presenten placas de material sintético. Las placas correspondientes

## ES 2 441 117 T3

de material sintético también se adhieren o se atornillan.

5 El material que cae a través del molino de corte 10 se corta entre las cuchillas hechas de carburo de tungsteno 38, 40, 42 y 46, 48 y cae luego dentro del embudo 13 que también está revestido con silicio, carburo de silicio, material duro infiltrado con silicio o placas de material sintético.

10 Desde allí, el material se puede alimentar a una máquina de tamizado que tamiza las fracciones requeridas para los procesos subsiguientes (por ejemplo, grano de tamaño reducido < 0,3 mm, fracción de material de 0,5 mm a 3 mm, grano de gran tamaño > 3 mm). Los valores correspondientes se presentan únicamente a modo de ejemplo y pueden variar dependiendo de cada caso de aplicación. El polvo producido se extrae por aspiración.

Dependiendo de las dimensiones del molino de corte 10 es posible obtener rendimientos de 30 kg/h, 100 kg/h o más.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Molino de corte (10) para triturar material de silicio acicular policristalino fracturado que contiene partículas que presentan una relación de aspecto  $A_1$  con  $5 < A_1 \leq 30$  y/o fractura de oblea de Si formada de partículas en forma de plaquetas,  
**caracterizado por que**  
 el molino de corte (10) presenta un espacio interior (11) revestido con silicio, carburo de tungsteno y/o material sintético, por que el molino de corte presenta un cuerpo de rotación (30) configurado como columna de bordes múltiples que del lado del espacio interior del molino de corte está revestido con silicio o presenta silicio y por que  
 10 extendidas de manera paralela a los bordes longitudinales del cuerpo de rotación están dispuestas cuchillas (46, 48) dispuestas en el área de giro del cuerpo de rotación en el espacio interior del molino de corte que se pueden ajustar con respecto al cuerpo de rotación.
- 15 2. Molino de corte de acuerdo con la reivindicación 1,  
**caracterizado por que**  
 las cuchillas (46, 48) están hechas de carburo de tungsteno, carburo de silicio o metal duro infiltrado con silicio o contienen el mismo.
- 20 3. Molino de corte de acuerdo con la reivindicación 1 o 2,  
**caracterizado por que**  
 en las superficies externas del cuerpo de rotación (30) están dispuestos listones de corte (38, 40, 42) de carburo de tungsteno macizo.
- 25 4. Molino de corte de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 3,  
**caracterizado por que**  
 los listones de corte (38, 40, 42) parten desde bordes longitudinales del cuerpo de rotación (30).
- 30 5. Molino de corte de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 4,  
**caracterizado por que**  
 el molino de corte (10) presenta una salida de material libre sin tamiz.
- 35 6. Molino de corte de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,  
**caracterizado por que**  
 por lo menos la pared interna del molino de corte (10) presenta una capa de Si, SiC, SiN y/o WC macizo.
- 40 7. Molino de corte de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,  
**caracterizado por que**  
 las paredes del molino de corte (10) son paredes macizas con un grosor de 0,5 mm a 50 mm, preferentemente de 5 mm a 10 mm de silicio puro o SiC o  $Si_3N_4$  o WC sinterizado o macizo depositado por CVD.
- 45 8. Molino de corte de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,  
**caracterizado por que**  
 la pared del molino de corte (10) está revestida con material sintético resistente a la abrasión tal como polioximetileno.

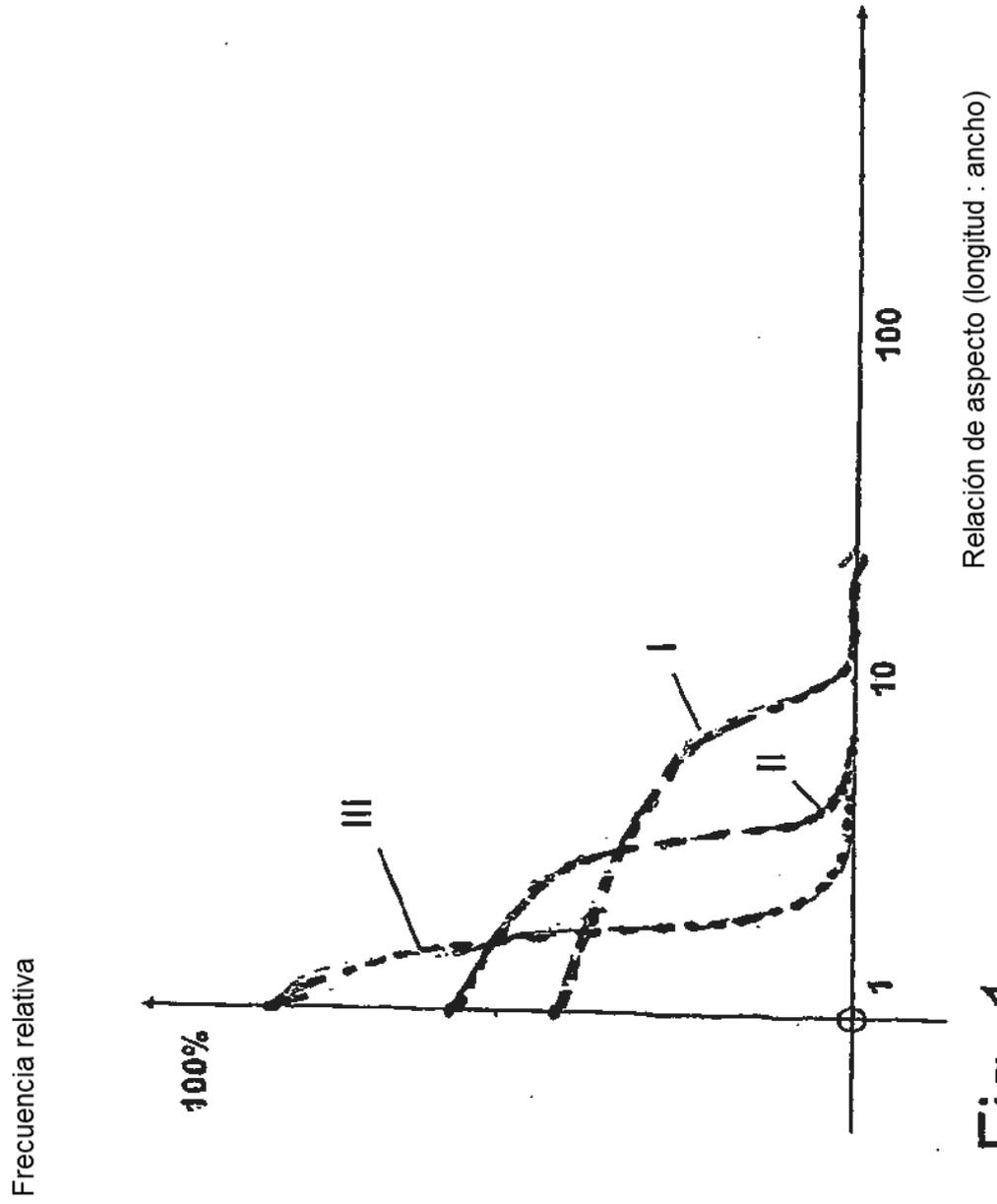
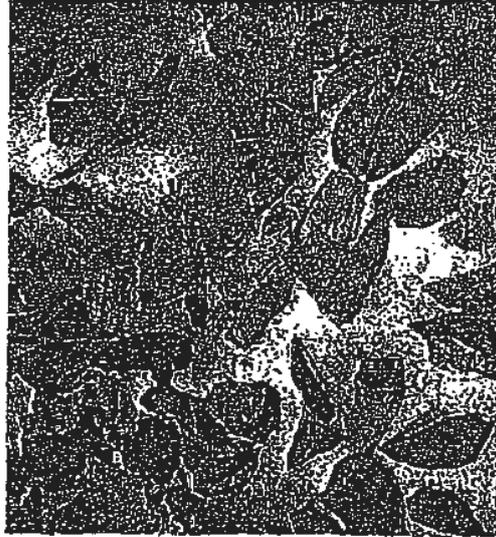
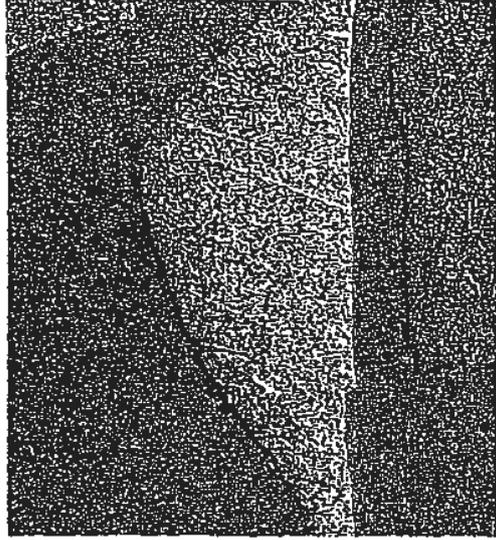


Fig. 1

Material I



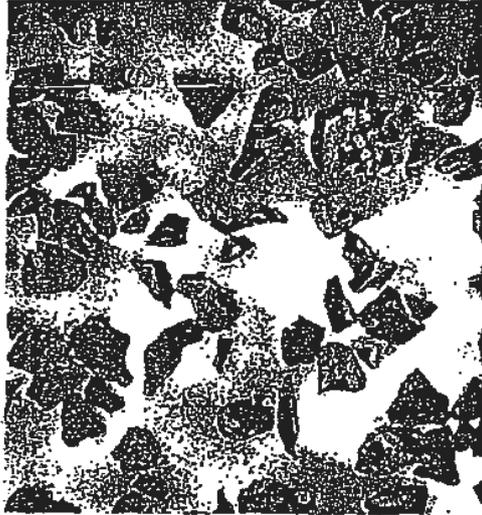
Fotografía de la forma de grano



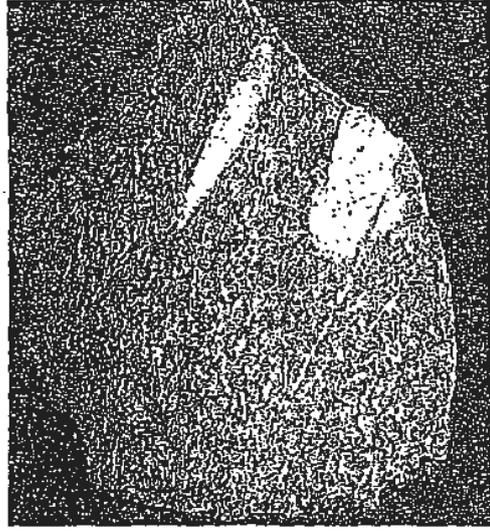
Grabado de la microestructura

Fig. 2

Material II



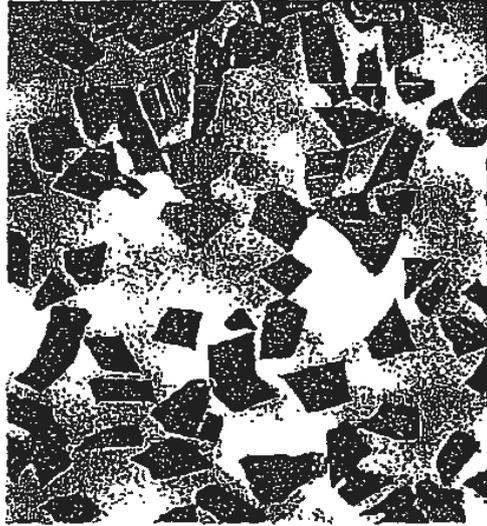
Fotografía de la forma de grano



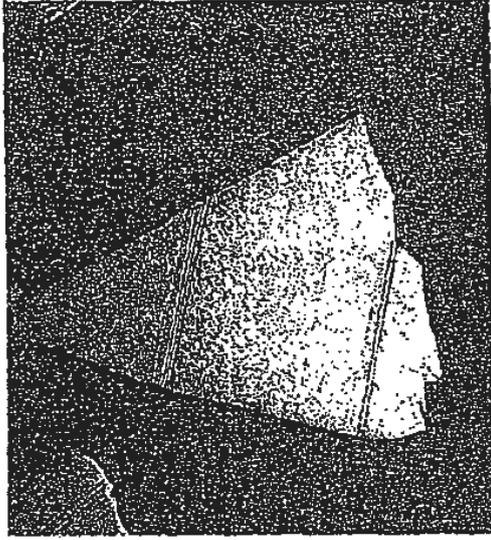
Grabado de la microestructura

Fig. 3

Material III (EFG)



Fotografía de la forma de grano



Grabado de la microestructura

Fig. 4

Material III (multicristalino)



Fotografía de la forma de grano



Grabado de la microestructura

Fig. 5

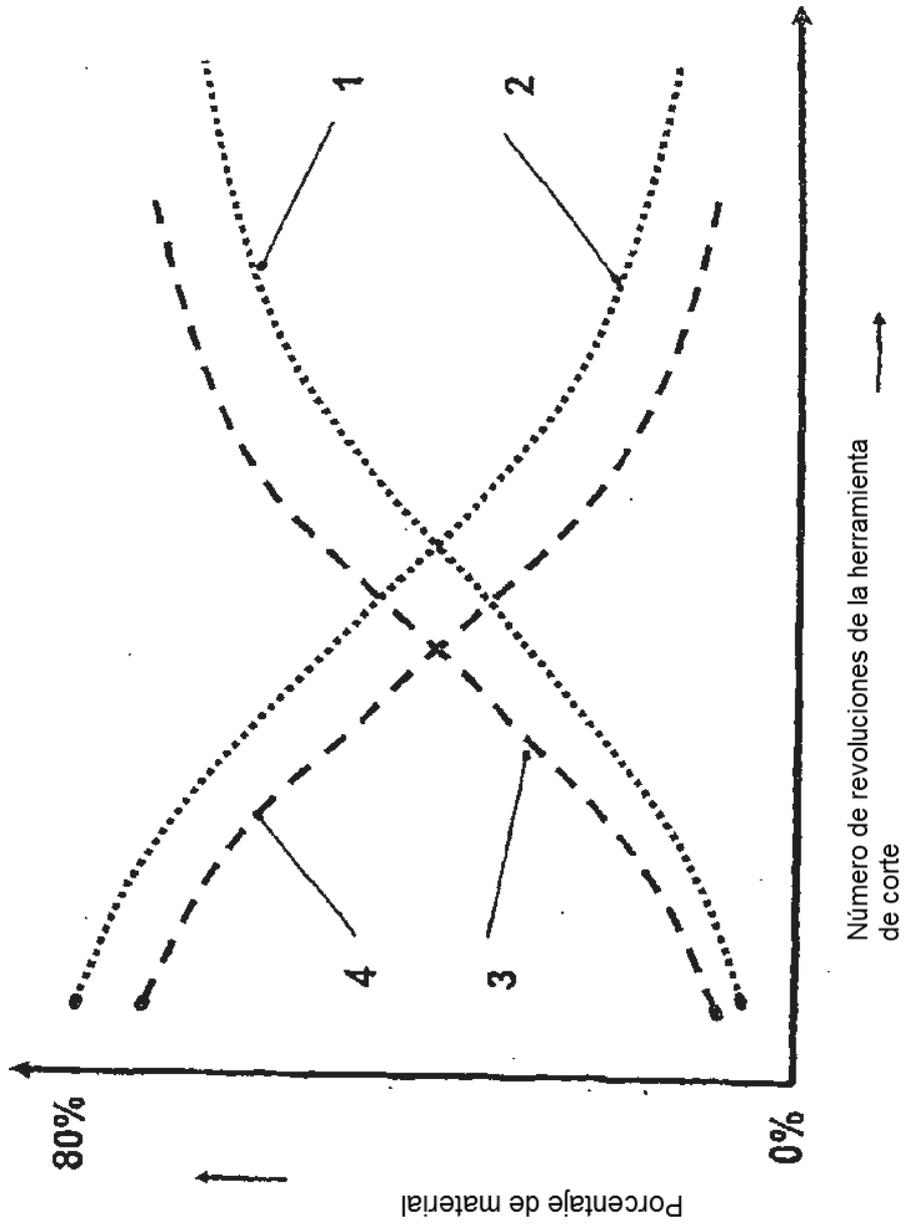


Fig. 6

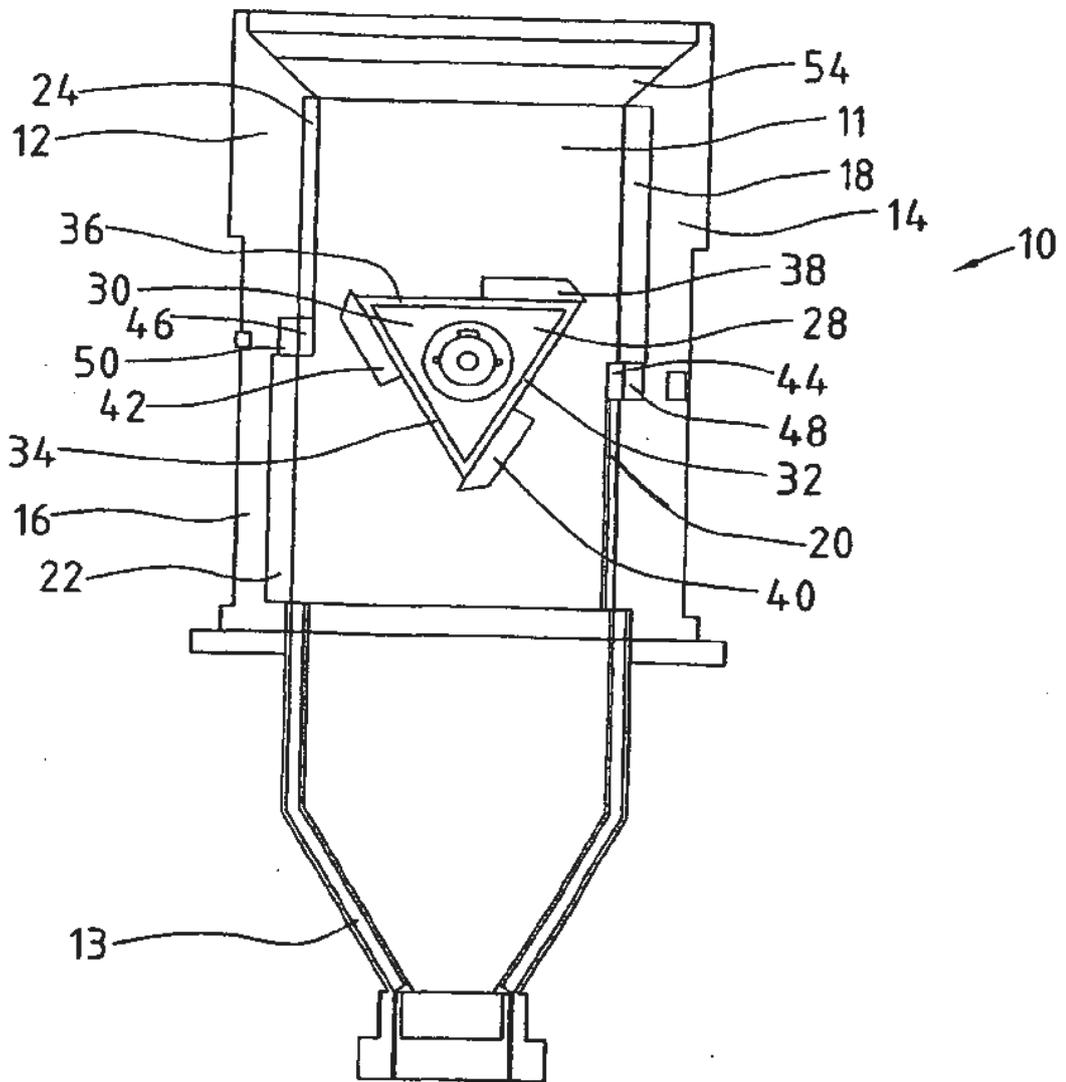


Fig.7