

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 442 625**

51 Int. Cl.:

C30B 11/00 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.08.2010 E 10760133 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2013 EP 2470693**

54 Título: **Proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción**

30 Prioridad:

25.08.2009 UA 2009008864

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

12.02.2014

73 Titular/es:

**SOLIN DEVELOPMENT B.V. (100.0%)
Hullenbergweg 369
1101 CR Amsterdam Zuidoost, NL**

72 Inventor/es:

**BERINGOV, SERGII;
ONISCHENKO, VOLODYMYR;
SHKULKOV, ANATOLY;
CHERPAK, YURIY;
POZIGUN, SERGII;
MARCHENKO, STEPAN y
SHEVCHUK, ANDRII**

74 Agente/Representante:

MIR PLAJA, Mireia

ES 2 442 625 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

Proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción

5 **Ámbito técnico**

[0001] La presente invención se refiere a la fabricación de silicio policristalino, y en particular a la fabricación de silicio multicristalino por el método de inducción, y puede usarse en la fabricación de células solares a partir de silicio multicristalino.

10

[0002] El silicio en cristal se usa para fabricar células solares para convertir energía solar en energía eléctrica. Recientemente se ha dedicado mucha atención a la fabricación de silicio policristalino formado por grandes cristales, que típicamente recibe el nombre de silicio multicristal y permite lograr un rendimiento de conversión de energía solar en energía eléctrica cercano al del silicio monocristal.

15

Antecedentes de la Técnica

[0003] Procesos de fabricación de lingotes de silicio policristalino están descritos en los documentos siguientes: Pat. US N° 4.572.812 (Cl. Int. B29D 7/02, B22D 27/02 [1]), Pat. EP N° 1254861 (publ. 06.11.2002, (Cl. Int. C01B33/02 [2]) y Pat. EP N° 1754806 (Publ. 21.02.2007, (Cl. Int. C30B 11/00 [3]) y consisten en cargar materia prima de silicio en la cámara de fusión de un crisol refrigerado rodeado por un inductor, formar una superficie de material en estado de fusión, efectuar la fusión y extraer el lingote de silicio multicristalino. Ninguno de los procesos, sin embargo, describe unas condiciones de fusión y unas condiciones de extracción de los lingotes que proporcionen unas condiciones sostenidas para la cristalización del material en estado de fusión.

20

25

[0004] Un proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, o sea el proceso que se aproxima a aquél al que se refiere la invención, comprende los pasos de cargar materia prima de silicio en la cámara de fusión de un crisol refrigerado rodeado por un inductor, formar una superficie de material en estado de fusión, efectuar la fusión mientras se supervisan los parámetros de salida de la alimentación del inductor, y extraer el lingote de silicio multicristalino bajo condiciones de enfriamiento controladas (Pat. EP N° 1930483, Cl. Int. C30B 35/00, C30B 29/06, C01B 33/02, publ. 22.02.2007, [4]). En el proceso del estado de la técnica, la fusión se controla supervisando la potencia de salida de la alimentación del inductor, en donde la frecuencia medida de un inversor es comparada con la frecuencia de valor preestablecido del mismo, y la potencia de salida de la alimentación de los medios de calentamiento es simultáneamente supervisada, en donde la temperatura medida en la superficie del lingote es comparada con la temperatura de valor preestablecido en la superficie del lingote.

30

35

[0005] Bajo tales condiciones, sin embargo, la cristalización del silicio en el lingote es inestable, porque una variación constante de la potencia de salida de la alimentación del inductor en el proceso del estado de la técnica conduce a una constante variación de la velocidad de cristalización del lingote, la cual afecta con ello desfavorablemente su calidad.

40

[0006] Asimismo, según el proceso del estado de la técnica, un incremento de la profundidad de la masa fundida requiere un decremento de la potencia de salida de la alimentación del inductor. En caso de un incremento de la profundidad de la masa fundida incrementando la superficie de la masa fundida, la frecuencia de trabajo es incrementada y la potencia de salida de la alimentación del inductor es reducida. Por un lado, estas dependencias redundan en un incremento de la velocidad de cristalización de la masa fundida, y por otro lado redundan en una disminución de la velocidad de fusión de la materia prima cargada, y ello puede redundar en un completo llenado de la superficie de la masa fundida con la materia prima y en su adherencia a las paredes del crisol refrigerado. En consecuencia, será forzoso detener la extracción del lingote para fundir la materia prima que puentea el crisol, el regular proceso de fusión será desbaratado, la velocidad de fusión se verá enlentecida, y el rendimiento de la producción se verá reducido.

45

50

[0007] La presente invención pretende lograr un perfeccionamiento del proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción en donde la cristalización del silicio devenga estable, la calidad del lingote devenga más alta, y el rendimiento de la producción se vea incrementado debido a los pasos de proceso que se sugieren.

55

Breve exposición de la invención

[0008] Para alcanzar el objetivo anteriormente indicado, se aporta un proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, comprendiendo el proceso los pasos de cargar materia prima de silicio en la cámara de fusión de un crisol refrigerado rodeado por un inductor, formar una superficie de masa fundida, efectuar la fusión mientras se supervisan los parámetros de salida de la alimentación del inductor, y extraer el lingote de silicio multicristalino bajo condiciones de enfriamiento controladas, en donde, a lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio y la velocidad de extracción del lingote se ajustan de forma tal que hacen que la

60

posición de la superficie de la masa fundida quede por debajo del plano superior del inductor pero no más baja que 1/3 de la altura del mismo, y la superficie de la masa en estado de fusión es mantenida al mismo nivel. Al hacer esto, la posición de la superficie de la masa en estado de fusión es mantenida al mismo nivel manteniendo a uno de los parámetros de salida de la alimentación del inductor dentro de una gama de valores predeterminada, siendo dicho parámetro de salida en particular la intensidad, el voltaje o la frecuencia de trabajo.

[0009] Al efectuar la colada de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, se estableció experimentalmente que con la posición de la superficie de la masa en estado de fusión por debajo del plano superior del inductor pero no más por debajo de 1/3 de la altura del mismo, se lograba la máxima velocidad de fusión, y manteniendo la posición de la superficie de la masa en estado de fusión a este nivel a base de ajustar la velocidad másica de la carga de la materia prima de silicio, la velocidad de extracción del lingote y los parámetros de salida de la alimentación del inductor tales como la intensidad, el voltaje o la frecuencia de trabajo del inductor, el silicio se cristalizaba de manera estable.

15 El Mejor Modo de Realizar la Invención

[0010] Para fundir la materia prima se consume calor como entalpia de la materia prima y del calor de fusión que es absorbido en la zona interfacial de las fases sólida y líquida. Puesto que el calentamiento principalmente implica a la fase líquida, es decir, a la masa fundida de silicio, la liberación de energía electromagnética se limita a allí donde es absorbido calor en tal posición del inductor con respecto a la superficie de la masa fundida. Como resultado de ello, la velocidad de fusión se ve incrementada debido al hecho de ser mezclada la masa fundida y debido al flujo de masa fundida sobrecalentada desde la zona de las corrientes inducidas hacia la zona de fusión de la materia prima de silicio, y la fusión es estable y rápida, proporcionándole adicional estabilidad a la cristalización del silicio. Los tamaños en sección transversal del grano de los lingotes así fabricados cumplen con las especificaciones de los fabricantes de células solares para los tamaños de grano de las obleas, y los lingotes así fabricados son adecuados para la fabricación de células solares. Asimismo, se ve incrementado el rendimiento de la producción de lingotes, y disminuye el consumo energético específico.

[0011] La invención opera como se describe a continuación.

[0012] En una cámara y bajo atmósfera de argón controlada es desplazado un fondo móvil para delimitar una cámara de fusión, y se carga al interior de la cámara de fusión materia prima de silicio. Es creado un campo electromagnético de alta frecuencia por un inductor que rodea a un crisol refrigerado. Se introduce un dispositivo calentador de iniciación en el interior de la cámara de fusión que está dentro del campo electromagnético de alta frecuencia creado por el inductor. El dispositivo calentador de iniciación se calienta, y la materia prima de silicio se calienta y se funde bajo la influencia del calor irradiado desde el dispositivo calentador de iniciación y del campo electromagnético creado por el inductor. Se retira del campo electromagnético el dispositivo calentador de iniciación, mientras en la cámara de fusión se produce un baño de fusión en forma de la sección transversal de la cámara de fusión. Como resultado de la transferencia de calor junto a la periferia del baño de fusión, la masa fundida se cristaliza y se forma una película solidificada para impedir que el baño se derrame de la cámara de fusión. Tras haberse formado el baño de fusión, la materia prima de silicio es continuamente aportada a la superficie de la masa fundida. A lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio y la velocidad de extracción del lingote se ajustan de forma tal que hacen que la posición de la superficie de la masa fundida quede por debajo del plano superior del inductor pero no más baja que 1/3 de la altura del mismo, y la superficie de la masa fundida es mantenida al mismo nivel, por ejemplo manteniendo la intensidad, el voltaje o la frecuencia de trabajo del inductor dentro de una predeterminada gama de valores, o de otro modo.

[0013] Se describe a continuación más ampliamente la invención por medio de ejemplos.

50 Ejemplo 1

[0014] Fueron obtenidos lingotes de silicio multicristalino mediante la técnica de fusión por inducción usando un aparato con una cámara de fusión de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 350 mm. En una cámara y bajo una atmósfera de argón se desplaza un fondo móvil para delimitar una cámara de fusión de un crisol refrigerado rodeado por un inductor de 120 mm de altura. Se carga al interior de la cámara de fusión materia prima de silicio en forma de terrones. Se crea un campo electromagnético de alta frecuencia. Se introduce un dispositivo calentador de iniciación en el interior de la cámara de fusión; se calienta y se funde la materia prima de silicio en forma de terrones; se retira del campo electromagnético el dispositivo calentador de iniciación; y se produce un baño de fusión en forma de la sección transversal de la cámara de fusión. Se cristaliza la masa fundida y se forma una película solidificada junto a la periferia del baño de fusión. La materia prima de silicio con un tamaño de partículas situado dentro de la gama de valores que va desde 15 hasta 20 mm es continuamente aportada a la superficie de la masa fundida. La potencia de salida de la alimentación del inductor se ajusta a 300 kW; la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada a aproximadamente 0,4 kg por minuto; la velocidad de extracción del lingote fue ajustada a 1,5 mm por minuto; y la posición de la superficie de la masa fundida fue ajustada a 25 mm por debajo del plano superior del inductor. La frecuencia de trabajo de la alimentación del inductor era de 16,7 kHz. A lo largo de la fusión, la superficie de la masa

fundida fue mantenida al mismo nivel manteniendo la frecuencia de trabajo de la alimentación del inductor dentro de la gama de valores de $16,7 \pm 0,05$ kHz. La frecuencia fue mantenida dentro de esta gama de valores a base de ajustar la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio, siendo constante la velocidad de extracción del lingote. A lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada para que se mantuviese dentro de la gama de valores que va desde 0,40 hasta 0,45 kg por minuto, en dependencia de las variaciones accidentales de las variables de la materia prima, y particularmente de los tamaños de partículas, y de la precisión del alimentador asimismo. Para aliviar las tensiones térmicas al crecer los lingotes, se efectúa un recocido en una cámara de recocido y un enfriamiento bajo condiciones controladas. Debido a la potencia de salida constante de la alimentación del inductor y a la velocidad constante de extracción del lingote, el frente de cristalización deviene estable a un único nivel. Como resultado de ello, se crean unas óptimas condiciones de crecimiento cristalino en un lingote de silicio multicristalino. Asimismo, la posición de la superficie de la masa fundida debajo del plano superior del inductor a 25 mm del mismo permite la máxima velocidad de extracción del lingote fabricado a partir de la materia prima con el determinado tamaño de partículas. Esto se logra mediante el acoplamiento electromagnético del inductor con la zona de la superficie de la masa fundida. A continuación del recocido y del enfriamiento controlado, el lingote de silicio multicristalino es sacado de la cámara de recocido y cortado en bloques de los que a continuación se cortan obleas para ser usadas en la fabricación de células solares.

[0015] El rendimiento del proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino es de 25,7 kg por hora. Los tamaños en sección transversal del grano de los lingotes así fabricados cumplen con las especificaciones de los fabricantes de células solares para los tamaños de grano de las obleas.

Ejemplo 2

[0016] Fueron obtenidos lingotes de silicio multicristalino mediante la técnica de fusión por inducción de manera similar a lo que se ha descrito en el Ejemplo 1. La potencia de salida de la alimentación del inductor y el tamaño de partículas de la materia prima de silicio eran similares a los del Ejemplo 1. La velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada a 0,3 kg por minuto; la velocidad de extracción del lingote fue ajustada a 1,2 mm por minuto; y la posición de la superficie de la masa fundida fue ajustada a 5 mm por debajo del plano superior del inductor. La frecuencia de trabajo de la alimentación del inductor era de 16,9 kHz. A lo largo de la fusión, la superficie de la masa fundida fue mantenida al mismo nivel a base de mantener la frecuencia de trabajo de la alimentación del inductor dentro de la gama de valores de $16,9 \pm 0,05$ kHz. La frecuencia fue mantenida dentro de esta gama de valores a base de ajustar la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio, siendo constante la velocidad de extracción del lingote. A lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada para que se mantuviese dentro de la gama de valores que va desde 0,32 hasta 0,37 kg por minuto, en dependencia de las variaciones accidentales de las variables de la materia prima, y en particular de los tamaños de partículas, y de la precisión del alimentador asimismo.

[0017] El rendimiento del proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino es de 20,6 kg por hora. Los tamaños en sección transversal del grano de los lingotes así fabricados cumplen con las especificaciones de los fabricantes de células solares para los tamaños de grano de las obleas.

Ejemplo 3

[0018] Fueron obtenidos lingotes de silicio multicristalino mediante la técnica de fusión por inducción de manera similar a lo que se ha descrito en el Ejemplo 1. La potencia de salida de la alimentación del inductor y el tamaño de partículas de la materia prima de silicio eran similares a los del Ejemplo 1. La velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada a 0,4 kg por minuto; la velocidad de extracción del lingote fue ajustada a 1,3 mm por minuto; y la posición de la superficie de la masa fundida fue ajustada a 10 mm por debajo del plano superior del inductor. La intensidad de trabajo de la alimentación del inductor era de 4650 A. A lo largo de la fusión, la superficie de la masa fundida fue mantenida al mismo nivel manteniendo la intensidad de la alimentación del inductor situada dentro de la gama de valores de 4650 ± 5 A. La intensidad fue mantenida dentro de esta gama de valores a base de ajustar la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio, siendo constante la velocidad de extracción del lingote. A lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio fue ajustada para que se mantuviese dentro de la gama de valores que va desde 0,35 hasta 0,40 kg por minuto, en dependencia de las variaciones accidentales de las variables de la materia prima, y en particular de los tamaños de partículas, y de la precisión del alimentador asimismo.

[0019] El rendimiento del proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino es de 22,3 kg por hora. Los tamaños en sección transversal del grano de los lingotes así fabricados cumplen con las especificaciones de los fabricantes de células solares para los tamaños de grano de las obleas.

[0020] La invención que se propone asegura una incrementada producción de silicio multicristalino y una fundición de lingotes de silicio multicristalino de más alta calidad, que son adecuados para la fabricación de células solares.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso de fabricación de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, comprendiendo el proceso los pasos de cargar una materia prima de silicio al interior de la cámara de fusión de un crisol refrigerado rodeado por un inductor; formar una superficie de masa fundida; fundir mientras se supervisan los parámetros de salida de la alimentación del inductor; y extraer el lingote de silicio multicristalino bajo condiciones de enfriamiento controladas; estando dicho proceso **caracterizado por el hecho de que**, a lo largo de la fusión, la velocidad másica de carga de la materia prima de silicio y la velocidad de extracción del lingote se ajustan de forma tal que hacen que la posición de la superficie de la masa fundida quede por debajo del plano superior del inductor pero no más por debajo de 1/3 de la altura del mismo, y la superficie de la masa fundida es mantenida al mismo nivel.
- 10
- 15 2. Proceso según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** la posición de la superficie de la masa fundida es mantenida al mismo nivel a base de mantener a uno de los parámetros de salida de la alimentación del inductor dentro de una gama de valores predeterminada, siendo dicho parámetro en particular la intensidad, el voltaje o la frecuencia de trabajo.