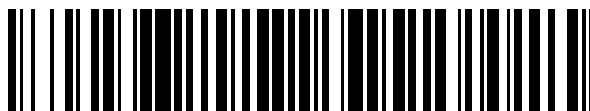


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 448 540**

51 Int. Cl.:

C01B 33/037 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.07.2008 E 08773802 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2014 EP 2164804**

54 Título: **Procedimiento para el tratamiento de material de silicio**

30 Prioridad:

05.07.2007 DE 102007031471

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

14.03.2014

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**VON CAMPE, HILMAR;
REIME, SASCHA;
BUSS, WERNER y
SCHWIRTLICH, INGO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 448 540 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

Procedimiento para el tratamiento de material de silicio

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de material de silicio contaminado en superficie presente en una mezcla de materiales tal como piezas de silicio, granulado de silicio inclusive fracciones de plaquitas y/o granulado esféricos.
- 10 En mayor medida, para la producción de elementos constructivos semiconductores, en particular células solares, se necesita silicio para, por ejemplo, de acuerdo con el procedimiento de Czochralski, el procedimiento de colada en lingote o el procedimiento de crecimiento de película de borde definido (*Edge-Defined-Film-Fed-Growth*) (EFG), producir bloques o discos de silicio, a partir de los cuales se producen luego plaquitas. Dado que el nuevo silicio no puede cubrir la necesidad actual y para abrir reservas económicas para la reducción de costes, se buscan posibilidades para poder aprovechar, como reservas no usadas, material de silicio no directamente aprovechable, tal como residuos.
- 15 El documento DE-A-10 2005 025 435 se refiere a un procedimiento de reciclaje para restos de silicio, usándose en una etapa de refinado un haz de electrones. Esto mismo puede deducirse del documento DE-A-10 2005 025 436.
- 20 Es objeto del documento DE-A-287 468 un procedimiento para la producción de silicio reactivo, de grano superfino, altamente puro, teniendo lugar después de una trituración del producto de partida, una limpieza química en húmedo. Una limpieza de silicio de acuerdo con el documento US-A-2.937.929 o el documento EPA-0 548 504 tiene lugar igualmente mediante química en húmedo.
- 25 El documento EP-B-1 465 902 prevé una separación magnética de material que contiene silicio, retirándose material que contiene silicio de un lecho fluidizado de un reactor de lecho fluidizado y alimentándose luego a un dispositivo de separación magnético.
- 30 Para retirar contaminaciones no metálicas de silicio, de acuerdo con el documento WO-A-2005/061383 se muele material de partida de silicio y luego se calienta con subpresión a una temperatura que se encuentra por debajo del punto de fusión del silicio.
- 35 Para producir silicio altamente puro para células solares, de acuerdo con el documento JP-A-2000 19 13 12 se tratan polvos de silicio con ácido clorhídrico o ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno.
- De acuerdo con el documento JP-A-101 821 38, por medio de un haz de electrones, se retiran contaminaciones tales como fósforo, aluminio y cadmio del material de silicio.
- 40 Para retirar contaminaciones tales como hierro, aluminio, cadmio, cobre o boro, de acuerdo con el documento JP-A-10 203 815, se trata silicio con ácido clorhídrico o ácido sulfúrico.
- Un tratamiento químico en húmedo así como una separación magnética para retirar contaminaciones del material de partida de silicio, se propone de acuerdo con el documento JPA-09 165 212.
- 45 Para retirar elementos radioactivos de un polvo de silicio, de acuerdo con el documento JP-A-04 065 311, se usa ácido mineral.
- 50 De acuerdo con el documento EP-A-1 043 249 se transportan fracciones de silicio a limpiar por medio de un transportador vibrantes, cuya superficie de transporte está fabricada de silicio ultrapuro. Durante el transporte tiene lugar un redondeado, para reducir la contaminación de metal.
- Para limpiar silicio policristalino, de acuerdo con el documento EP-A-0 905 796, se enjuaga el mismo con agua desmineralizada.
- 55 En el documento EP-A-0 983 804 se describe una clasificación optoeléctrica de material semiconductor.
- 60 Para retirar contaminaciones magnéticas de partículas de silicio, se utiliza, de acuerdo con el documento WO-A-03/018207 una banda transportadora que se conduce alrededor de una polea de inversión que se compone de un imán permanente, para poder separar partículas magnéticas y no magnéticas.
- 65 Un tratamiento clasificado de partículas de plástico tiene lugar de acuerdo con el documento WO-A-97/31716 mediante separación en húmedo.
- De acuerdo con el documento WO-A-2005/061383 se retiran piezas de metal del silicio, debido a que las sustancias de partida se muelen hasta un polvo de silicio, para luego realizar un calentamiento bajo subpresión hasta una temperatura por debajo del punto de fusión del silicio.

Los documentos JP-A-10203815, JP-A-2000191312 se refieren a procedimientos de disgregación en húmedo para la limpieza del silicio.

5 Para retirar elementos radioactivos del polvo de silicio metálico, el documento JP-A-04065311 propone que el polvo de silicio se alimente a una disolución ácida.

10 La presente invención se basa en el objetivo de perfeccionar un procedimiento del tipo mencionado al principio, de modo que material de silicio, que no es adecuado para su uso directo para la producción de material semiconductor, pueda tratarse de tal manera que sea posible un nuevo uso, de modo que puedan atenuarse o evitarse embotellamientos de material que se producen.

De acuerdo con la invención, el objetivo se resuelve en particular mediante las etapas de procedimiento:

- 15 a) retirar material que se adhiere a la superficie del material de silicio mediante tamizado de la mezcla de materiales por medio de una tela de tamiz,
b) separar partículas gruesas eléctricamente conductoras de la mezcla de materiales y
c) retirar material extraño y material de silicio fuertemente oxidado de la mezcla de materiales.

20 Las etapas de procedimiento indicadas anteriormente no tienen que realizarse en el orden indicado. Más bien, dependiendo de la naturaleza del material de silicio de partida, puede seleccionarse el orden necesario para el tratamiento optimizado.

Independientemente de esto, las etapas de procedimiento puede completarse preferentemente mediante

- 25 d) lavar el material de silicio,
e) secar el material de silicio
f) atacar con ácido el material de silicio y
g) secar el material de silicio.

30 Siempre que deba tratarse material de silicio muy pulverulento, este se tamiza en primer lugar por ejemplo en una máquina de tamizado, para luego realizar las etapas de procedimiento explicadas anteriormente en el orden deseado y en la medida deseada.

35 El material de silicio tratado de manera correspondiente puede fundirse luego y usarse para la producción de elementos constructivos semiconductores tales como células solares.

40 En particular, como material de silicio de partida se usa un material en el que la concentración de contaminación x de las partículas en el interior, llamado *bulk* en inglés, asciende a $x \leq 300$ ppb, preferentemente $10 \text{ ppt} \leq x \leq 300$ ppb. En el interior, también denominado en el volumen de las partículas, significa la zona que se encuentra por debajo de la superficie, que está contaminada. Entre la contaminación figura también una posible capa de óxido en la superficie de las partículas de silicio. El silicio limpiado en superficie correspondiente está cualificado para el proceso de producción de elementos constructivos semiconductores tales como células solares y por lo tanto puede procesarse en el procedimiento de EFG o procedimiento de colada en lingote.

45 Debido a la enseñanza de acuerdo con la invención, existe la posibilidad de tratar un material de silicio con contaminaciones superficiales entre 1 ppb y 1000 ppm, en particular entre 10 ppm y 1000 ppm, refiriéndose los datos al peso de silicio, de tal manera que sea posible una reutilización en el proceso de producción para elementos constructivos semiconductores tales como células solares. Aditamentos contaminantes en la mezcla de materiales
50 tales como tiras adhesivas, pelos, componentes mecánicos, polvo y todos los demás elementos que no pertenecen al silicio se retiran debido a la enseñanza de acuerdo con la invención.

Las etapas de procedimiento a), b) y c) pueden denominarse desempolvamiento en seco. A este respecto está previsto que para eliminar material extraño adherido a la superficie de la mezcla de materiales se coloque la mezcla de materiales sobre un primer canal vibratorio, se distribuya sobre el mismo y luego se transfiera de forma dosificada
55 sobre por lo menos un dispositivo de tamizado o de canales de tamizado. El primer canal vibratorio debería a este respecto estar dimensionado de tal manera que sirva como almacenamiento o depósito de material.

60 Poner la mezcla de materiales sobre el primer canal vibratorio puede tener lugar a partir de cubas u otros recipientes, en los que previamente se ha reunido el material a tratar. Para ello se dispone un recipiente correspondiente sobre un soporte tal como un soporte para cubas y se voltea para que el material pueda transferirse al canal vibratorio.

65 El dispositivo de tamizado puede comprender varios canales de tamizado o secciones de canales de tamizado, que se disponen uno con respecto a otro de forma escalonada de tal manera que al pasar desde un canal de tamizado hasta el canal de tamizado siguiente tenga lugar un volteo de partes o partículas de la mezcla de materiales de silicio.

Mediante el dispositivo de tamizado, que estará construido sobre un accionamiento vibratorio, puede retirarse partículas que se adhieren tales como polvo, metales u otras partículas muy pequeñas con diámetros por ejemplo de hasta 0,5 mm o menores. Mediante el volteo del material durante el transporte está garantizada en gran medida una limpieza de la superficie de los constituyentes de la mezcla de materiales.

5 Debido a que el dispositivo de tamizado se desplaza con vibración, es decir, está conectado a un accionamiento vibratorio, resulta la ventaja de que tiene lugar un transporte del material a tratar al siguiente componente de la instalación y, tal como se expuso, al mismo tiempo la separación de partículas que se adhieren de la superficie de material.

10 La tela de tamiz del dispositivo de tamizado permite en consecuencia apartar sustancias extrañas de las otras etapas de tratamiento. La propia tela de tamiz presentará una abertura de malla entre 0,1 mm y 10 mm, preferentemente un intervalo entre 0,5 mm y 10 mm.

15 Desde el dispositivo de tamizado, la mezcla de materiales enriquecida con material de silicio, atraviesa un separador de metales comercialmente disponible, para separar partículas gruesas eléctricamente conductoras tales como virutas metálicas, cabezas de alfiler, piezas de grafito, tornillos, piezas mecánicas metálicas.

20 Luego, la invención prevé que la mezcla de materiales, a partir de la cual se han retirado ya piezas macroscópicamente visibles así como un porcentaje considerable de partículas de polvo que se adhieren, después de la separación de las piezas gruesas eléctricamente conductoras, se coloque distribuida de manera plana sobre un dispositivo de transporte tal como una banda transportadora por medio de un dispositivo distribuidor, para separar de la misma piezas tales como cinta adhesiva, material de silicio fuertemente oxidado, silicio contaminado visualmente perceptible y/u otras piezas no metálicas. La separación puede tener lugar a mano o automáticamente.

25 A este respecto está previsto en particular que el dispositivo de transporte pueda ajustarse de manera variable con respecto a la velocidad de la banda, para garantizar así una separación en la medida deseada.

Desde el dispositivo de transporte el material de silicio cualificado como material de calidad se alimenta a un recipiente colector o directamente a un dispositivo para el tratamiento adicional.

30 Independientemente de esto, el transporte de la mezcla de materiales con el primer canal vibratorio, el dispositivo de tamizado, el transportador a través del separador de metales así como del dispositivo de transporte del dispositivo distribuidor, debería regularse de tal manera que haya producido un flujo de masa constante o casi constante (peso por unidad de tiempo).

35 La regulación tiene lugar a este respecto mediante pesada del material obtenido al final del tramo de clasificación. En función del peso medido se regula el objetivo del flujo de masa de silicio a limpiar. En consecuencia, si la cantidad pesada se encuentra por debajo de un valor predeterminado, entonces se coloca más material sobre el canal vibratorio o se aumenta su velocidad. Si se pesa demasiado material de silicio tratado por unidad, entonces se reduce correspondientemente la cantidad del material de silicio a colocar o la velocidad de transporte en el canal vibratorio.

40 Con una limpieza en seco correspondiente puede conseguirse un factor de limpieza de aproximadamente 10, es decir el grado de ensuciamiento se ha reducido a una décima parte con respecto al valor inicial del silicio.

45 Como alternativa, puede tener lugar un desempolvamiento en seco como tratamiento previo por lo menos en parte en un tamiz o una cadena de tamizado.

50 El desempolvamiento en seco puede estar seguido por un proceso de lavado y/o proceso de ataque con ácido.

Como etapa de tratamiento adicional está previsto un proceso de lavado, de modo que el material de silicio extraído del dispositivo de transporte del dispositivo distribuidor, se alimenta a un baño de limpieza, en el que se encuentra un líquido de limpieza tal como agua corriente, agua corriente con tensioactivo, agua ultrapura, agua destilada o agua desionizada. Para permitir o facilitar la separación y la evacuación de partículas que se adhieren

55 adicionalmente en la superficie del material de silicio, se acoplan ultrasonidos por medio de un emisor de ultrasonidos en el líquido de limpieza. El líquido de limpieza contaminado puede evacuarse y sustituirse líquido de limpieza usado por líquido de limpieza nuevo.

60 El medio de limpieza o el líquido de limpieza que atraviesa el baño de limpieza puede conducirse también en el circuito, para alimentarse de nuevo, después de una limpieza o filtración, al baño de limpieza.

65 El transporte de los materiales a limpiar en el baño de limpieza tiene lugar en particular mediante un canal vibratorio colocado de forma inclinada, sobre el que el material puede disponerse y transportarse de manera uniforme y en particular distribuido en una sola capa. Una ventaja del transporte en una sola capa es la separación mejorada de partículas que se adhieren, sin que puedan molestar posibles capas de material en la evacuación. Mediante la colocación inclinada del canal vibratorio puede transportarse el material además a partir del baño de limpieza. El

5 proceso de enjuagado posterior puede tener lugar en la misma disposición, es decir que una sección de la disposición está diseñada para la limpieza y una sección posterior para el enjuagado, teniendo lugar el transporte de los materiales con el mismo agente que en el canal vibratorio colocado de manera inclinada. En lugar de un canal vibratorio colocado de manera inclinada, también puede usarse una banda transportadora con material textil, que está realizado como tamiz.

A la etapa de limpieza puede seguirse un proceso de secado. A este respecto se indican una pluralidad de posibilidades para realizar el secado. Éste puede tener lugar mediante:

- 10
- centrífuga (secado por lotes)
 - canal vibratorio + ventilador de aire caliente + radiación óptica (secado con transporte continuo del material)
 - estufa de secado y/o de vacío (secado por lotes)
 - túnel de secado con acoplamiento de microondas (secado con transporte continuo del material).

15 El transporte en una sola capa del material de silicio a través del baño de limpieza y a partir del baño permite en particular un secado en un túnel de secado con acoplamiento de microondas. Mediante la capa de material de una sola capa, pueden acoplarse microondas muy adecuadamente en los dipolos de las moléculas de H₂O. Para mejorar el secado, puede estar previsto además que en el tramo de secado esté prevista una estación de volteo para el material. Esto puede tener lugar mediante secciones de transporte dispuestas de manera escalonada, mediante las
20 cuales, al caer los materiales, tiene lugar un volteo de los mismos.

Después del secado, el material puede reunirse en un recipiente o alimentarse directamente a una etapa de tratamiento siguiente, en cuyo caso se trata, por ejemplo, de ataque con ácido.

25 Independientemente de esto, mediante la limpieza en húmedo explicada anteriormente, se consigue un factor de limpieza de 10, es decir que mediante el lavado y el secado del porcentaje de contaminación, que existe después del desempolvamiento en seco, se reduce de nuevo en el factor 10.

30 En una etapa de ataque con ácido posterior puede introducirse el material tratado, o bien por lotes en un baño de ataque con ácido o bien conducirse de manera continua a través de un baño de ataque con ácido. Si tiene lugar un ataque con ácido por lotes, entonces después de la retirada del material del baño de ataque con ácido se realiza un proceso de secado del tipo descrito previamente, teniendo lugar en particular un transporte a través de un túnel de secado con acoplamiento de microondas.

35 Si se prefiere un procedimiento continuo, entonces pueden seleccionarse modos de proceder tal como se han explicado en relación con el proceso de lavado, pudiendo acoplarse igualmente ultrasonido en el líquido de ataque con ácido. El líquido de ataque con ácido es en particular HNO₃ y/o HF. Igualmente se tienen en cuenta combinaciones o diferentes grados de dilución con H₂O como líquido de ataque con ácido. De este modo puede usarse por ejemplo HF al 5 % y/o HNO₃ al 10 % para el ataque con ácido.

40 Después del ataque con ácido sigue un baño de neutralización. A este respecto se conduce líquido de neutralización tal como agua en un circuito a través del baño de neutralización, teniendo lugar una renovación ininterrumpida para garantizar una limpieza sin residuos.

45 Al baño de neutralización le sigue así mismo una etapa de secado, tal como túnel de secado con acoplamiento de microondas.

50 Si se realiza un ataque con ácido correspondiente en un baño de ataque con ácido, a través del cual se transporta el material de la manera descrita anteriormente en una sola capa, entonces resulta un factor de limpieza de 100 en comparación con el ataque con ácido por lotes, que es aproximadamente 10 veces mayor.

Después del proceso de secado se alimenta el material a un recipiente colector, para usarse a continuación para un procedimiento de producción para elementos constructivos semiconductores tales como células solares.

55 Es esencial para la enseñanza de acuerdo con la invención el desempolvamiento en seco, debido a que éste puede realizarse de la forma más económica. Por el contrario, las etapas de proceso lavar y atacar con ácido pueden realizarse adicionalmente según sea necesario y según el grado de contaminación residual.

60 Otras particularidades, ventajas y características de la invención no resultan sólo de las reivindicaciones, las características que se deducen de las mismas, por sí solas y/o en combinación, sino también de la siguiente descripción de un ejemplo de realización preferido.

Muestran:

65 la figura 1 una representación esquemática de una instalación de desempolvamiento en seco,

- la figura 2 una representación esquemática de un canal vibratorio de la instalación de desempolvamiento en seco de acuerdo con la figura 1,
- 5 la figura 3 una representación esquemática de un dispositivo de canales de tamizado de la instalación de desempolvamiento en seco de acuerdo con la figura 1,
- la figura 4 una representación esquemática de un separador de metales de la instalación de desempolvamiento en seco de acuerdo con la figura 1,
- 10 la figura 5 una representación esquemática de un dispositivo de distribución de material de la instalación de desempolvamiento en seco de acuerdo con la figura 1,
- la figura 6 una representación esquemática de un baño de limpieza zona de enjuagado integrada y
- 15 la figura 7 una representación esquemática de una etapa de secado.

De la figura 1 puede deducirse una representación esquemática de componentes para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención, siempre que se refiera al tratamiento de una mezcla de materiales con material de silicio contaminado en superficie, tal como piezas de silicio, granulado de silicio y/o fracciones de plaquitas de silicio, para poner a disposición silicio que puede usarse para la producción de elementos constructivos semiconductores tales como células solares. A este respecto, el material de silicio a tratar, presentará en el interior una contaminación inferior a 300 ppb, de modo que está calificado para la producción de plaquitas. Superficialmente, el material de silicio a tratar presentará una concentración de contaminación de 1 ppb a 1000 ppm, preferentemente más de 10 ppm, con respecto a al peso de silicio.

25 Una mezcla de materiales de material de silicio contaminado en superficie con sustancias extrañas tales como metales, piezas de grafito, virutas metálicas, tornillos, adhesivos, pelos, se clasifica previamente en principio fundamentalmente, para retirar sustancias extrañas grandes fácilmente detectables o perceptibles. Si el material de partida contuviera mucho polvo, entonces tendría lugar un tamizado, antes de alimentarse el material cargado en una cuba 20 a una instalación de desempolvamiento en seco (figura 1), que como partes de instalación esenciales comprende un canal vibratorio 10, un dispositivo de tamizado con dispositivo de volteo 12, un separador de metales 14 y un dispositivo distribuidor 16 y una banda transportadora 18, desde el cual se alimenta el material de silicio tratado, libre de partículas macroscópicamente visibles, a un recipiente 32 tal como una cuba, que está dispuesto/dispuesta en una célula de carga 34.

30 Las etapas de tratamiento a realizar en los componentes de instalación individuales se explican en detalle a continuación en relación con las representaciones esquemáticas de las figuras 2 - 7.

40 La mezcla de materiales clasificada previamente y opcionalmente desempolvada se transporta como se ha mencionado en un recipiente tal como una cuba 20 hasta la instalación de desempolvamiento en seco. Luego se dispone la cuba 20 sobre un soporte de cuba, para alimentar el material al canal vibratorio 10, que sirve como depósito o almacenamiento de material.

45 Para que al poner el material éste se dirija al canal vibratorio 10, el canal vibratorio 10 está delimitado lateralmente por paredes 24, 26. Adicionalmente, en el lugar de alimentación están previstas chapas laterales 28, 30, para permitir un llenado sin pérdida de material. El canal vibratorio 10 puede estar elevado sobre un bastidor 22.

50 La cuba 20 puede tener por ejemplo una capacidad de 100 kg. Las dimensiones del espacio rodeado por el canal vibratorio 10 y las paredes laterales 24, 26 ascienden a modo de ejemplo a 1500 x 400 x 1800 mm.

55 La cantidad del material a transferir desde el canal vibratorio 10, es decir el depósito de material en la estación de procesamiento posterior se regula, concretamente, en función de la cantidad que se extrae a la banda transportadora 18 y se alimenta a la cuba 32 dispuesta en ese extremo que, como se ha mencionado, está dispuesta sobre una célula de carga 34. Mediante una controlabilidad variable de la potencia o la frecuencia del accionamiento del canal vibratorio 10 existe además la posibilidad de efectuar una distribución de material definida sobre el siguiente dispositivo de tamizado 12, que también puede denominarse dispositivo de canales de tamizado.

60 De manera correspondiente a la representación de la figura 3, el dispositivo de tamizado 12 puede estar diseñado en varios escalones. El dispositivo de tamizado 12 se compone a este respecto de uno o varios canales de tamizado 33, 35, que están conectados con un accionamiento vibratorio 36, para permitir la limpieza de partículas que se adhieren tales como polvo, metales u otras partículas muy pequeñas por ejemplo de hasta 0,5 mm.

65 En el caso de la disposición en varias partes, ha de preferirse la forma escalonada representada en la figura 3, mediante lo cual al caer desde el canal de tamizado 33 sobre el canal de tamizado 35 tiene lugar un volteo del material y en particular de las piezas de silicio. Con ello tiene lugar una limpieza de las caras superficiales del material de silicio de partículas extrañas que se adhieren.

Tal como resulta de la representación esquemática de la figura 3, el canal de tamizado 35 que sigue inmediatamente al canal vibratorio 10 a través de un escalón cubierto por una cubierta 38, se convierte en el canal de tamizado 33. Ambos canales de tamizado 33, 35 pueden accionarse a este respecto a través de un dispositivo vibrador de acción horizontal como accionamiento vibratorio 36.

5 Las dimensiones del dispositivo de tamizado 12 pueden ascender a 1000 x 200 x 300 mm. La velocidad de transporte en el dispositivo de tamizado 12 es fundamentalmente constante, pero puede modificarse manualmente.

El acoplamiento del dispositivo de tamizado 12 al accionamiento vibratorio 36 tiene dos ventajas esenciales:

- 10
- transporte del material de silicio hasta los siguientes componentes de la instalación, tal como por ejemplo en forma de un separador de metales 14 comercialmente disponible,
 - separación más sencilla de las partículas que se adhieren a partículas más grandes, tal como polvo, metales, partículas muy pequeñas con un diámetro de por ejemplo hasta 0,5 mm de la superficie
- 15
- tamizado de las partículas de Si más pequeñas con mayor superficie con contaminación que se adhiere.

Por medio de la tela de tamiz de los canales de tamizado 33, 35 se apartan las partículas separadas del proceso adicional. A este respecto, la tela de tamiz presentará una abertura de malla entre 0,1 mm y 10 mm, preferentemente de 0,5 mm.

20 En la transición entre el canal de tamizado 33 y un dispositivo de transporte que conduce a través del separador de metales 14 en forma de una cinta transportadora 40 se encuentra preferentemente una aspiración para pelo, cuya abertura de aspiración se encuentra en la salida del canal de tamizado 33 y por encima de la cinta transportadora 40. Naturalmente podría tener lugar también una aspiración en el extremo de la cinta transportadora 40, es decir en la zona de transición al dispositivo distribuidor 16.

Por medio de la cinta transportadora 40 se conduce el material tratado luego a través de un detector de metales 41. Para ello se transfiere el material a la banda transportadora 40 correspondiente. Mediante el detector de metales 41 se detectan partículas gruesas eléctricamente conductoras tales como virutas metálicas, cabezas de alfiler, piezas de grafito, tornillos, piezas mecánicas etc. hacia abajo hasta un tamaño de 0,2 a 1 mm y se retiran del material.

Al separador de metales 14 le sigue un dispositivo distribuidor 16 con canales de transporte 43 y banda transportadora 18, sobre la que se coloca el material que abandona el separador de metales 14 o su banda transportadora 40 distribuido de manera uniforme. Para ello se selecciona la siguiente solución constructiva. La dirección de transporte en el canal de transporte 43 discurre preferentemente en perpendicular a la de la banda transportadora 18 (véase la dirección de la flecha). Además, el canal de transporte 16 presenta un canto de descarga 42, que discurre con un ángulo α con respecto a la dirección de transporte de la banda transportadora 18 y se extenderá a lo largo de toda la anchura de la banda transportadora 18. Por lo tanto, $\text{tg } \alpha = B_1/B_2$ siendo $B_1 =$ anchura del canal de transporte 43 y $B_2 =$ anchura de la banda transportadora 18. De este modo se garantiza que el material a transferir se distribuya uniformemente y caiga esencialmente en una sola capa sobre la banda transportadora 18 y se transporte por la misma.

El canal distribuidor 16 puede presentar, desde el punto de vista constructivo, una tela de tamiz, a través de la cual puede tener lugar un desempolvado adicional de partículas que se adhieren, tal como polvo etc. El canal distribuidor 16 se desplaza con oscilación por un bloque de accionamiento 45.

La velocidad de la banda transportadora 18 puede ajustarse de manera variable. Independientemente de esto, como se ha mencionado, el material se transporta distribuido preferentemente en una sola capa de manera plana sobre la banda transportadora 18 y se hace pasar a un puesto de separación por clasificación. En este puesto de trabajo se apartan preferentemente a mano, es decir, por un operario, pero opcionalmente también automáticamente, objetos tales como cinta adhesiva, silicio fuertemente oxidado, otros componentes no metálicos, etc.

En el extremo de la banda 18 el material de calidad cae en el recipiente colector 32, que está dispuesto para la determinación de la cantidad reunida de partículas de silicio sobre una balanza (célula de carga 34), o en una alimentación a los siguientes componentes de la instalación lavado y/o ataque con ácido, siempre que estos sean necesarios.

Los componentes individuales de la instalación que se componen de la cuba 20, el canal vibratorio 10, el dispositivo de canales de tamizado (canal de volteo) 12, la banda transportadora 40 que se hace pasar en el separador de metales 14, el canal distribuidor 16, así como la banda transportadora 18 que se hace pasar en el puesto de separación por clasificación, están unidos mediante una regulación de tal manera que se garantiza un flujo de material constante. Además, mediante la regulación se permite apartar partículas gruesas eléctricamente conductoras, que se detectan por el separador de metales 14, sin llevar a una pérdida de material de calidad demasiado grande.

65

En cuanto el detector de metales obtiene una señal, detiene toda la instalación. Sólo la banda transportadora 14 del separador de metales 14 corre hacia atrás y rechaza la cantidad errónea, en la que se encuentra la partícula de metal. Como alternativa se detiene también el separador de metales y las piezas de metal se entresacan a mano con un imán.

5 La regulación se permite debido a que el material que cae desde la banda transportadora 18 a la cuba 32 se recoge y se pesa. Si varía el peso por unidad de tiempo, entonces se modifica de manera correspondiente la velocidad del canal vibratorio 10 o la cantidad del material a alimentar por la cuba 20.

10 Naturalmente no es necesario que el material que abandona la banda 18 se recoja por la cuba 32. Así mismo se tienen en cuenta otras posibilidades para la determinación del flujo de material, es decir el peso del material extraído por unidad de tiempo.

15 El rendimiento por hora se encuentra preferentemente entre 10 kg y 30 kg.

El despolvamiento en seco explicado anteriormente ofrece un factor de limpieza de aproximadamente 10.

20 Tras reunir el material de calidad desde la mercancía que se hace pasar a la estación de separación por clasificación, este puede someterse a una limpieza en húmedo. Ésta puede comprender a su vez dos etapas de proceso. De este modo, el material de silicio puede lavarse en primer lugar. Para ello se tiene en cuenta como líquido de limpieza preferentemente agua corriente opcionalmente con tensioactivos, agua ultrapura tal como agua destilada o agua desionizada. Para permitir o facilitar la separación y la evacuación de partículas que se adhieren en la superficie de silicio, pueden acoplarse ultrasonidos a través de un emisor de ultrasonidos en el líquido de limpieza.

25 A través de un circuito de líquido se evacua, limpia y filtra líquido contaminado durante el proceso de limpieza y se alimenta de nuevo al baño de limpieza.

30 Una etapa de limpieza correspondiente puede desprenderse en principio meramente de la figura 6. A través de un dispositivo de transporte tal como una banda transportadora 48 se descarga el material en un baño de limpieza 50, para caer sobre un dispositivo de transporte colocado de manera inclinada tal como canal vibratorio 52, por medio del cual se transporta el material a través del baño de limpieza 50. Sobre el canal vibratorio 52 se transporta el material de manera uniforme distribuido en una sola capa. Una ventaja del transporte en una sola capa es la adecuada separación o, en el caso de ácido, la separación de partículas que se adhieren, sin que capas de material que se encuentran sobre las mismas puedan impedir la evacuación. Para aumentar el efecto de limpieza se conecta ultrasonido. Para ello está previsto un generador de ultrasonidos 54, que está dispuesto en una pared o a ambos lados del baño de limpieza 50. Como resulta de la representación esquemática de la figura 6, se extrae el agua usada (aguas malas), para sustituirla por líquido de limpieza nuevo.

40 A la etapa de limpieza 50 le sigue una etapa de enjuagado 58, que puede ser una sección de una cubeta 60 que presenta la etapa de limpieza 50. La etapa de limpieza 50 está separada de la etapa de enjuagado 58 por una pared de separación 62 que discurre por debajo del canal vibratorio 52. Después de abandonar la etapa de enjuagado 58 el material sale del líquido para someterse a un secado 64.

45 Ha de mencionarse además, que el material, antes de sumergirse en la etapa de limpieza 50, puede humedecerse (flecha 66), para evitar que el material flote sobre la superficie del líquido de limpieza.

Al baño de limpieza le sigue directamente un secado. El secado puede tener lugar por ejemplo mediante:

- 50 - centrífuga
- canal vibratorio + ventilador de aire caliente + radiación óptica tal como radiación IR,
- estufa de secado o estufa de vacío y/o
- túnel de secado con acoplamiento de microondas

55 El transporte en una sola capa del material de silicio a través del baño y a partir del baño es ideal para un secado en un túnel de secado con acoplamiento de microondas. Mediante una capa de material de una sola capa pueden acoplarse muy adecuadamente microondas en las moléculas de H₂O. Mediante una estación de volteo, similar al canal de volteo 12, en el tramo de secado, se garantiza un secado muy adecuado a ambos lados.

60 Esto se explicará en principio meramente por medio de la figura 7. De este modo el material que sale del baño de enjuagado 50 a través del canal vibratorio 52 colocado de forma inclinada se pasa a un dispositivo de transporte 68, que transporta el material a través de una carcasa 70. A este respecto el dispositivo de transporte 68 está diseñado de forma escalonada, mediante lo cual, al descargarse del material de las secciones 72, 74, 76 desplazadas verticalmente entre sí del dispositivo de transporte 68 tiene lugar un volteo del material. Al mismo tiempo, se somete el material a microondas (flecha 78), para permitir el secado deseado. En lugar de microondas puede utilizarse también aire caliente.

65

Después del secado puede reunirse el material en un recipiente o alimentarse directamente al siguiente proceso, al ataque con ácido.

El factor de limpieza del lavado asciende a aproximadamente 10.

5

El ataque con ácido del material puede realizarse de dos maneras:

- Ataque con ácido convencional en el procedimiento por lotes con neutralización posterior y secado posterior, tal como se ha descrito en relación con el proceso de lavado. A este respecto se prefiere en particular un secado en el túnel de secado con acoplamiento de microondas. En conjunto, puede conseguirse con un ataque con ácido convencional correspondiente, un factor de limpieza de 10.
- Ataque con ácido en un baño de ataque con ácido con acoplamiento de ultrasonidos, utilizándose como líquido de ataque con ácido HNO_3 y/o HF. A este respecto sigue directamente un baño de neutralización, después del transporte del material de silicio a partir del baño de ataque con ácido. Mediante un circuito continuo se renueva el baño de neutralización, para garantizar de este modo una limpieza sin residuos. Después del baño de neutralización sigue un secado del tipo descrito anteriormente, estando igualmente garantizado un túnel de secado con acoplamiento de microondas.

10

15

20

25

El ataque con ácido y hacer pasar el material a través de un baño de neutralización y el secado posterior puede tener lugar a este respecto con dispositivos que presentan una estructura principal tal como las dispositivos de lavado y de secado de acuerdo con las figuras 6 y 7. Por lo tanto, el material se conduce a través de un canal vibratorio colocado de forma inclinada mediante el líquido de ataque con ácido, para a continuación exponerse al líquido de neutralización. A este respecto, el líquido de neutralización puede encontrarse en una sección de la sección separada del líquido de ataque con ácido mediante una pared de separación, de un recipiente correspondiente o de una cubeta. El secado tiene lugar del mismo modo preferentemente en una carcasa, en la que tiene lugar un volteo del material, tal como se ha explicado por medio de la figura 7.

30

El factor de limpieza, que se consigue mediante el proceso de ataque con ácido en el baño de ataque con ácido, asciende a 100.

Después del ataque con ácido y el secado se recoge el material limpiado en un recipiente colector y se pone a disposición para el proceso de producción de elementos semiconductores tales como células solares.

35

En el baño de limpieza o baño de ataque con ácido se transportará el material sobre una tela de tamiz inclinado con un ángulo de 5° y 45° con respecto a la horizontal, estando indicado preferentemente el ángulo de 15° . El tamiz está tensado en un marco y conectado con un dispositivo vibratorio, a través del cual se transporta el material a lo largo de la tela de tamiz. Como alternativa puede usarse también una banda transportadora de tela de tamiz.

40

Para el tratamiento de silicio contaminado superficialmente es esencial el desempolvamiento en seco. Las etapas de proceso adicionales del lavado y del ataque con ácido pueden realizarse adicionalmente según sea necesario y según el grado de contaminación.

En conjunto la cadena de tratamiento se puede resumirse tal como sigue:

45

- clasificación,
- limpieza (desempolvado en seco) mediante tamizado,
- desempolvado en húmedo (enjuagado/desempolvado con agua/ultrasonidos),
- ataque con ácido en HNO_3 /HF,
- secado mediante aire caliente y movimiento de material, horno de vacío o microondas.

50

Una clasificación previa se antepone en la mayoría de los casos fundamentalmente al desempolvado en seco descrito anteriormente. En particular puede tener lugar un tamizado previo, cuando el material contiene mucho polvo.

55

En el desempolvamiento en seco puede conseguirse un factor de limpieza de 10, pudiendo ser la pureza del material de silicio después de abandonar el desempolvamiento en seco tal que la contaminación ascienda a de 1 a 3 ppmw. Con el desempolvamiento en húmedo posterior, que está determinado por el lavado, puede conseguirse un factor de limpieza adicional de 10, que lleva a una pureza entre 100 ppbw y 300 ppbw de impurificación.

60

La etapa de ataque con ácido lleva, en el caso del ataque con ácido por lotes, a un factor de limpieza de 10, de modo que resulta una pureza entre 10 y 30 ppbw. Si se realiza un ataque con ácido continuo en un baño de ataque con ácido, entonces resulta una pureza de 1 ppbw - 3 ppbw, es decir, un factor de limpieza de 100.

65

De acuerdo con la invención tiene lugar el tratamiento o separación por clasificación con una instalación de clasificación con compuesta de una artesa de material, que está realizada como canal vibratorio, banda transportadora etc. desde la que se alimenta el material a un tamiz de desempolvamiento, consiguiéndose mediante

5 tamizado de subgrano y polvo una mejora de la pureza en el factor de 10, a partir del cual el material atraviesa un detector de metales, que separa y aparta partículas gruesas eléctricamente conductoras tales como virutas metálicas, cabezas de alfiler, piezas de grafito, tornillos, piezas mecánicas, desde donde el material se distribuye de manera uniforme sobre una banda transportadora tal como banda transportadora, canal vibratorio etc., desde donde se retiran a mano o automáticamente partículas no conductoras. Pelos y objetos ligeros pueden retirarse por medio de equipos aspiradores tales como aspiradoras de polvo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el tratamiento de material de silicio contaminado en superficie presente en una mezcla de materiales tal como piezas de silicio, granulado de silicio inclusive fracciones de plaquitas y/o granulado esféricos, en particular material de silicio con una contaminación superficial de 1 ppb - 1000 ppm, en particular 10 ppm - 1000 ppm, con respecto al peso de silicio, que comprende las etapas de procedimiento, en cualquier orden
- a) retirar material que se adhiere a la superficie del material de silicio mediante tamizado de la mezcla de materiales por medio de una tela de tamiz,
- b) separar partículas gruesas eléctricamente conductoras de la mezcla de materiales y
- c) retirar material extraño visualmente perceptible y material de silicio fuertemente oxidado de la mezcla de materiales.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por las etapas de procedimiento adicionales
- d) lavar el material de silicio con opcionalmente el respaldo de ultrasonidos,
- e) secar el material de silicio,
- f) atacar con ácido el material de silicio y
- g) secar el material de silicio.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2,
caracterizado por que se trata material de silicio que en el interior presenta una contaminación entre $10 \text{ ppt} \leq x \leq 300 \text{ ppb}$, comprendiendo el tratamiento del material de silicio preferentemente por lo menos las etapas de procedimiento a), b), c), f) y g).
4. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que para eliminar material extraño adherido a la superficie de la mezcla de materiales, se coloca la mezcla de materiales sobre un primer canal vibratorio, se distribuye sobre el mismo y luego se coloca de forma dosificada sobre un dispositivo de tamizado, que se desplaza preferentemente con vibración, comprendiendo el dispositivo de tamizado preferentemente varios canales de tamizado, que se disponen uno con respecto a otro de forma escalonada de tal manera que al pasar desde un canal de tamizado hasta el canal de tamizado siguiente tiene lugar un volteo de partes de la mezcla de materiales.
5. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que el primer canal vibratorio se dimensiona de tal manera que éste sirve como almacenamiento de material.
6. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que se retira material extraño tal como pelos u otros objetos ligeros mediante aspiración y/o por que para separar las partículas gruesas eléctricamente conductoras tales como virutas metálicas, piezas de grafito, tornillos, piezas mecánicas metálicas y/o cabezas de alfiler se usa un separador de metales y/o por que la mezcla de materiales enriquecida con el material de silicio después de la etapa de procedimiento b) se coloca distribuida de manera plana sobre un dispositivo de transporte tal como una banda transportadora, de la que se clasifican piezas a retirar de forma manual o automática tales como cinta adhesiva, material de silicio fuertemente oxidado, y/u otras piezas no metálicas.
7. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que el dispositivo de transporte es variable en su velocidad de transporte, regulándose preferentemente la velocidad de transporte de tal manera que tiene lugar un flujo de material constante o casi constante.
8. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que el material de silicio extraído del dispositivo de transporte se alimenta a un baño de limpieza, en el que se encuentra un líquido de limpieza tal como agua ultrapura, agua destilada o agua desionizada, mezclándose opcionalmente con tensioactivos el líquido de limpieza mezclado opcionalmente con alcohol y conduciéndose preferentemente el líquido de limpieza a través del baño de limpieza a un circuito y limpiándose o filtrándose fuera del baño de limpieza.
9. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que en el líquido de limpieza presente en el baño de limpieza se acoplan ultrasonidos.

10. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 el material de silicio se transporta a través del baño de limpieza por medio de un dispositivo vibratorio o banda transportadora, preferentemente banda transportadora en forma de tamiz, disponiéndose el dispositivo vibratorio
 5 preferentemente con pendiente hacia arriba en el baño de limpieza o sosteniéndose el baño de limpieza en un canal vibratorio orientado de forma inclinada.
11. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 10 el material de silicio se dispone en el baño de limpieza sobre una banda de tamizado, que se desplaza con vibración, formando la banda de tamizado preferentemente en el baño de limpieza con respecto a la horizontal un ángulo α con $5^\circ \leq \alpha \leq 45^\circ$, en particular $10^\circ \leq \alpha \leq 20^\circ$, preferentemente α en aproximadamente 15° y/o por que la banda de tamizado o el tamiz incorporado en un canal vibratorio en el baño de limpieza sale del dispositivo vibratorio, a través del cual se transporta el material de silicio a partir del baño de limpieza.
 15
12. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 el material de silicio después del lavado se transporta de forma plana, en particular en una sola capa sobre un dispositivo de transporte tal como segundo canal vibratorio a través de un túnel de secado.
 20
13. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 el material de silicio lavado en particular con el líquido de limpieza se alimenta por lotes a un baño de ataque con ácido y/o se transporta de manera continua en menores cantidades a través de un baño de ataque con ácido, y/o por
 25 que el material de silicio se ataca con ácido con un líquido de ataque con ácido tal como HNO_3 y/o HF.
14. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 el material de silicio tras dejar el baño de ataque con ácido se alimenta a un baño de neutralización, alimentándose
 30 al baño de neutralización preferentemente de manera continua líquido de neutralización tal como agua y/o circulando el líquido de neutralización en el circuito y limpiándose fuera del baño de neutralización.
15. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 35 el material de silicio se transporta a través del baño de ataque con ácido por medio de un dispositivo vibratorio, disponiéndose el dispositivo vibratorio preferentemente con pendiente hacia arriba en el baño de ataque con ácido.
16. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 40 el material de silicio se trata distribuido de manera plana sobre el dispositivo vibratorio de acuerdo con una de las etapas de limpieza anteriores.
17. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 45 el material de silicio sobre un segundo canal vibratorio como el dispositivo vibratorio se seca distribuido de manera plana preferentemente con el respaldo de aire caliente y/o con el respaldo de radiación óptica tal como radiación IR y/o microondas.
18. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado por que
 50 el material de silicio se voltea durante el secado por medio de un dispositivo de transporte diseñado de forma escalonada.

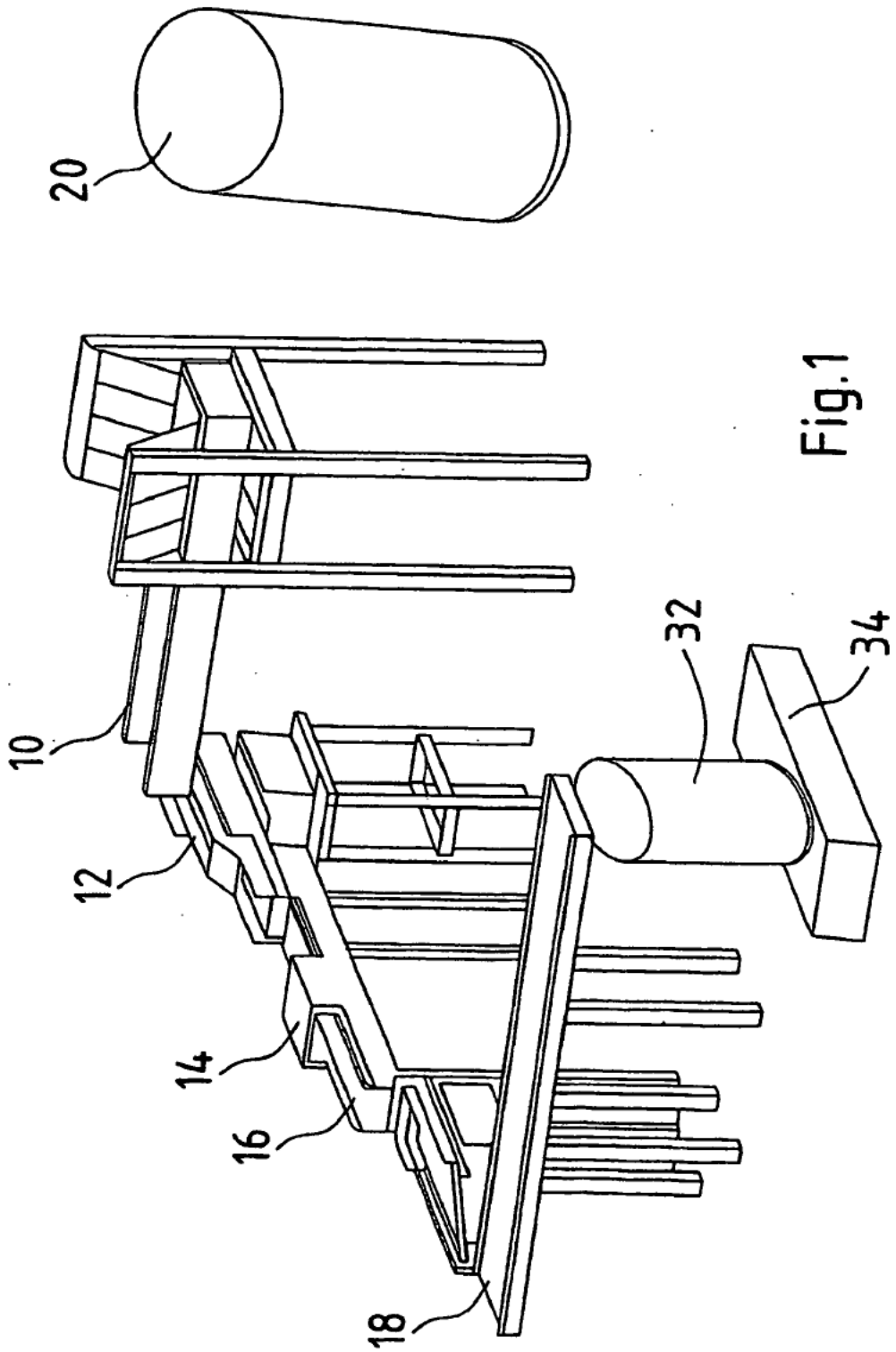


Fig.1

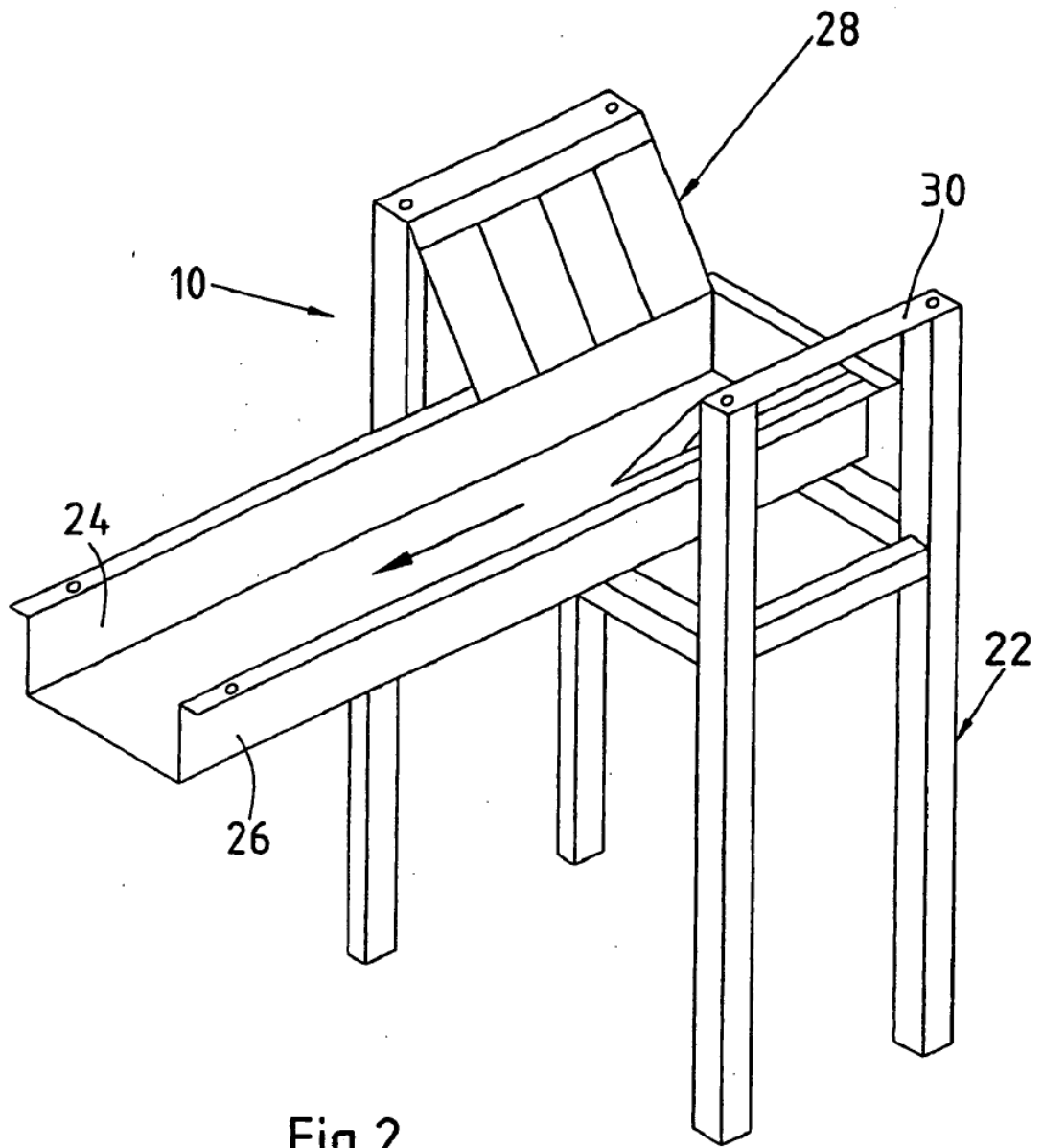


Fig.2

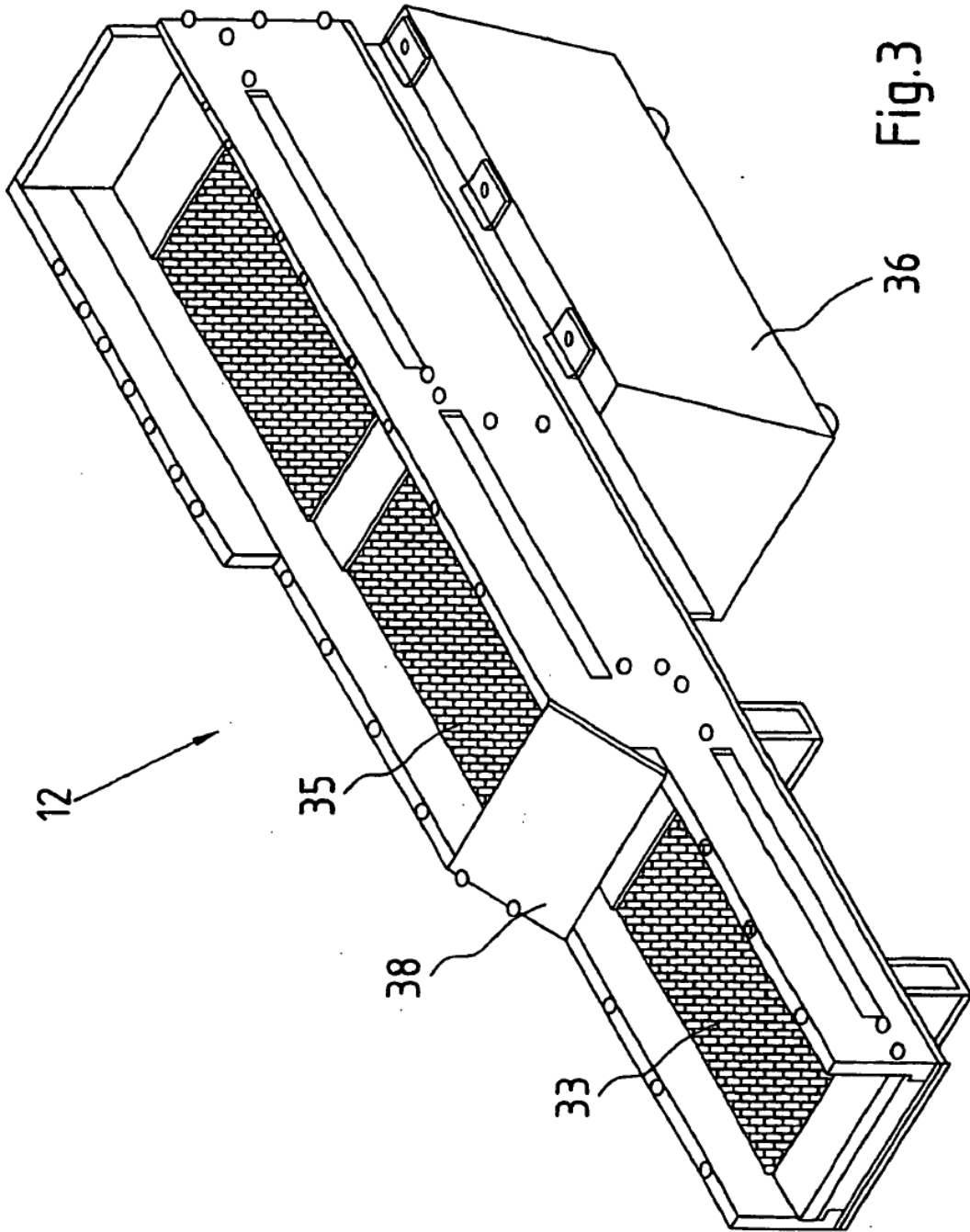


Fig.3

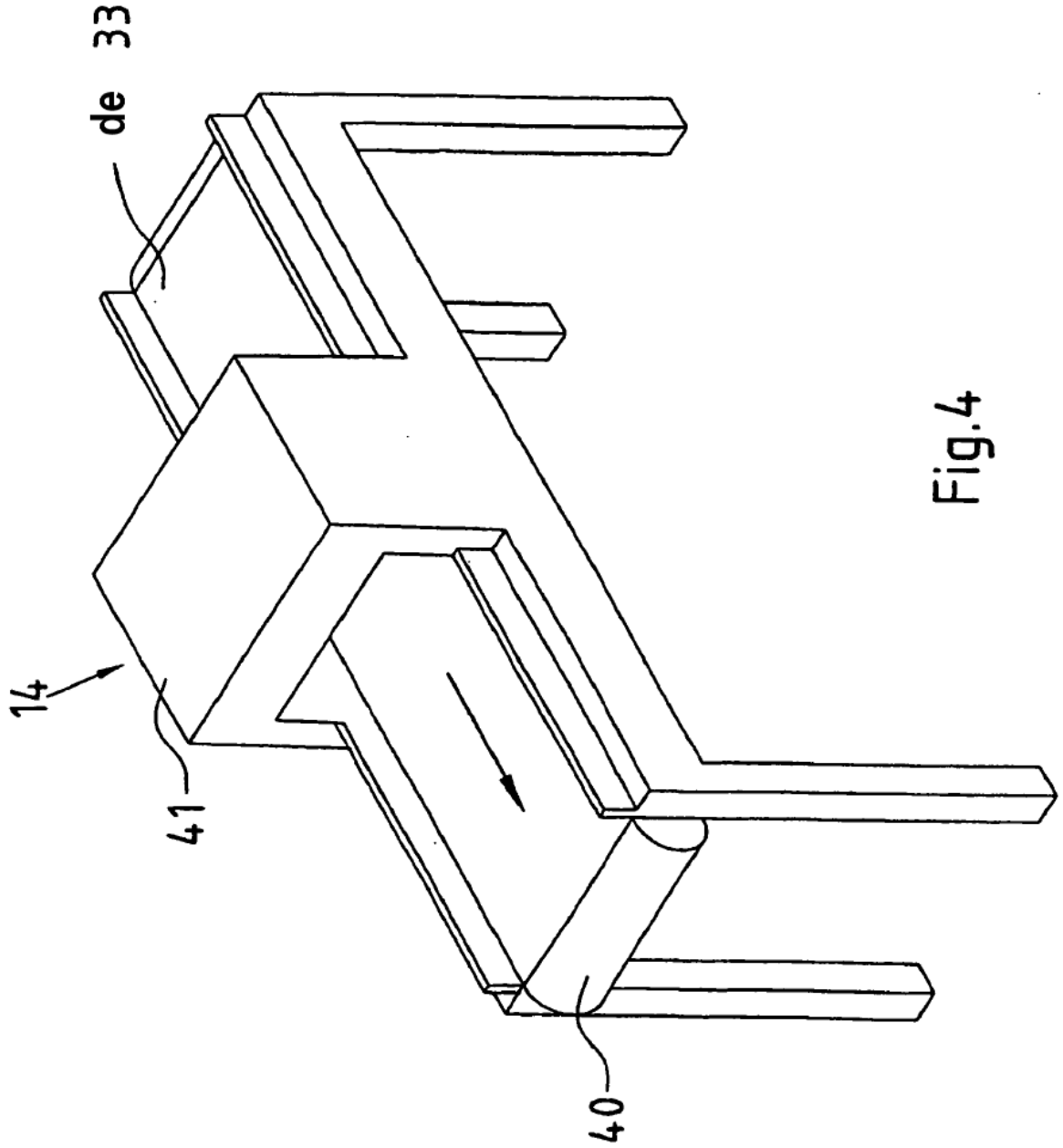


Fig.4

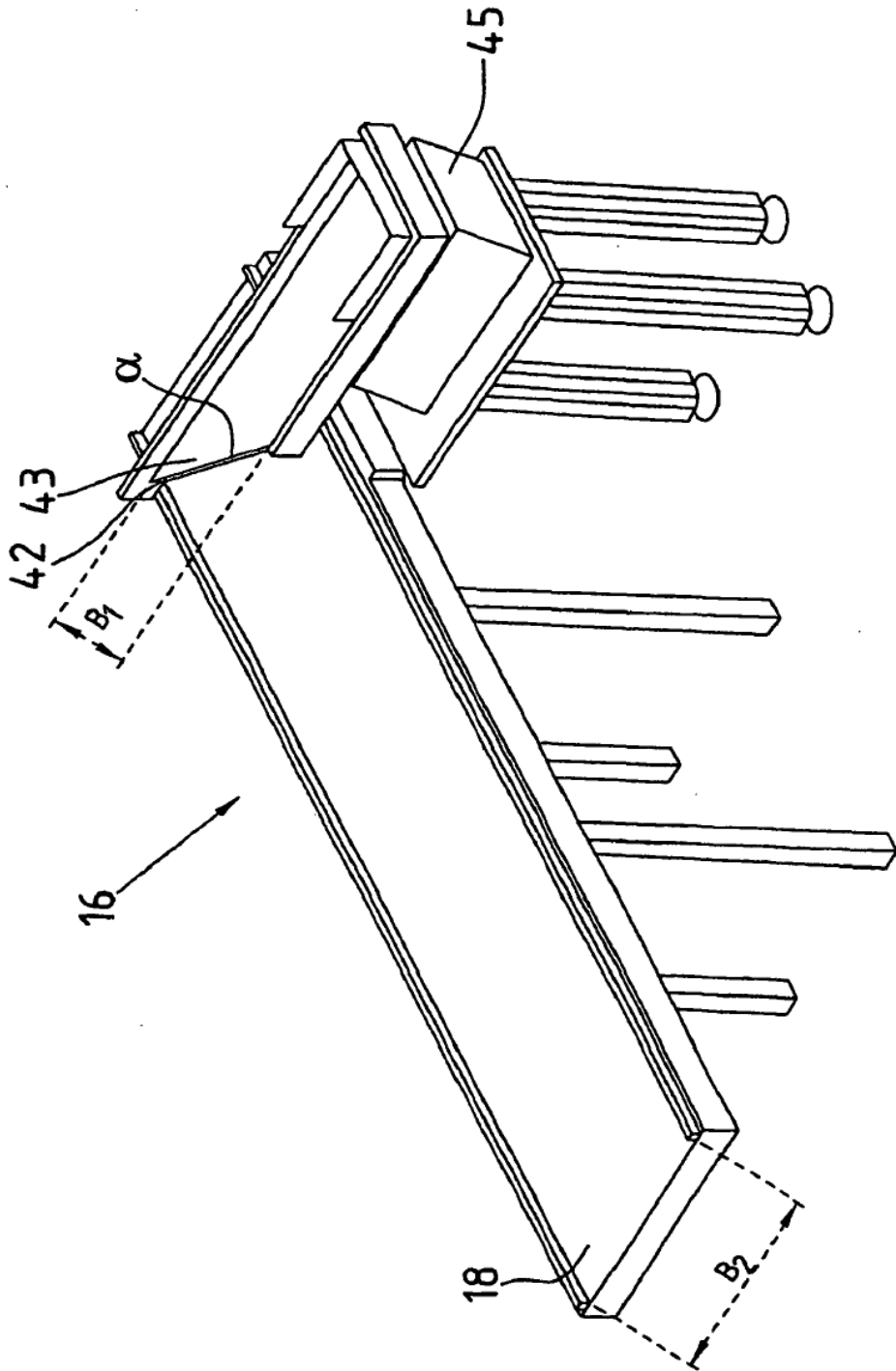


Fig.5

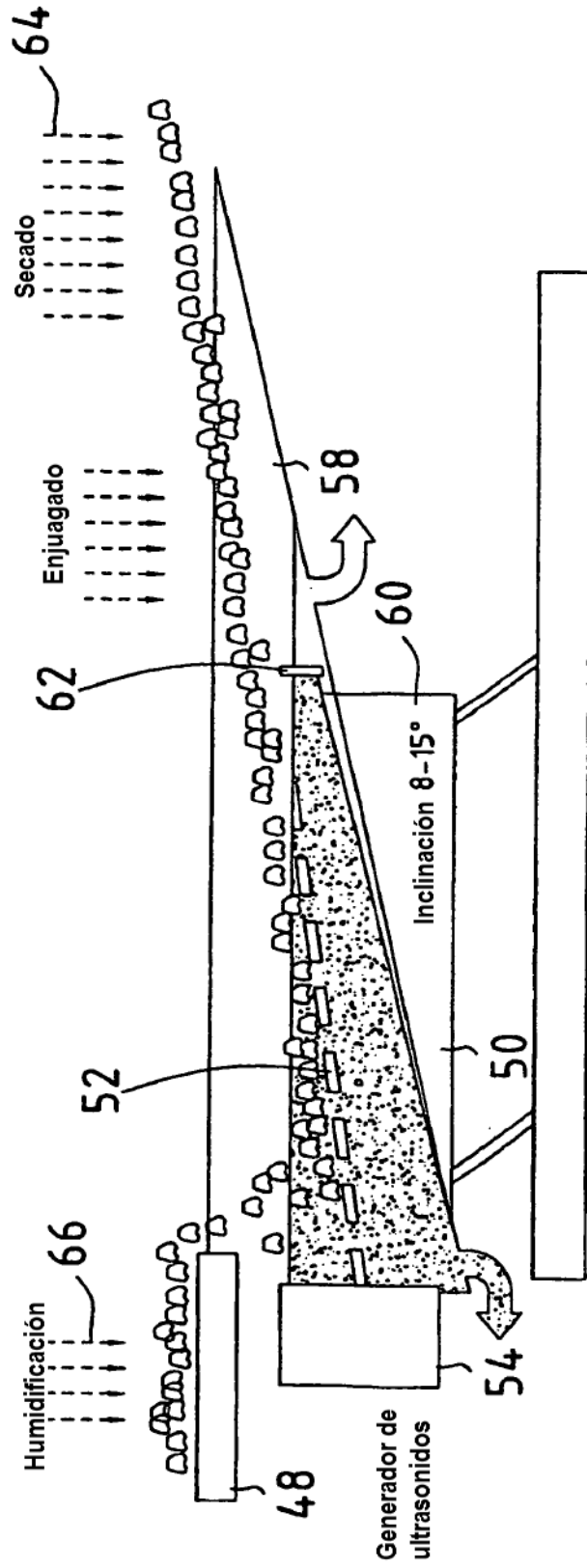


Fig.6

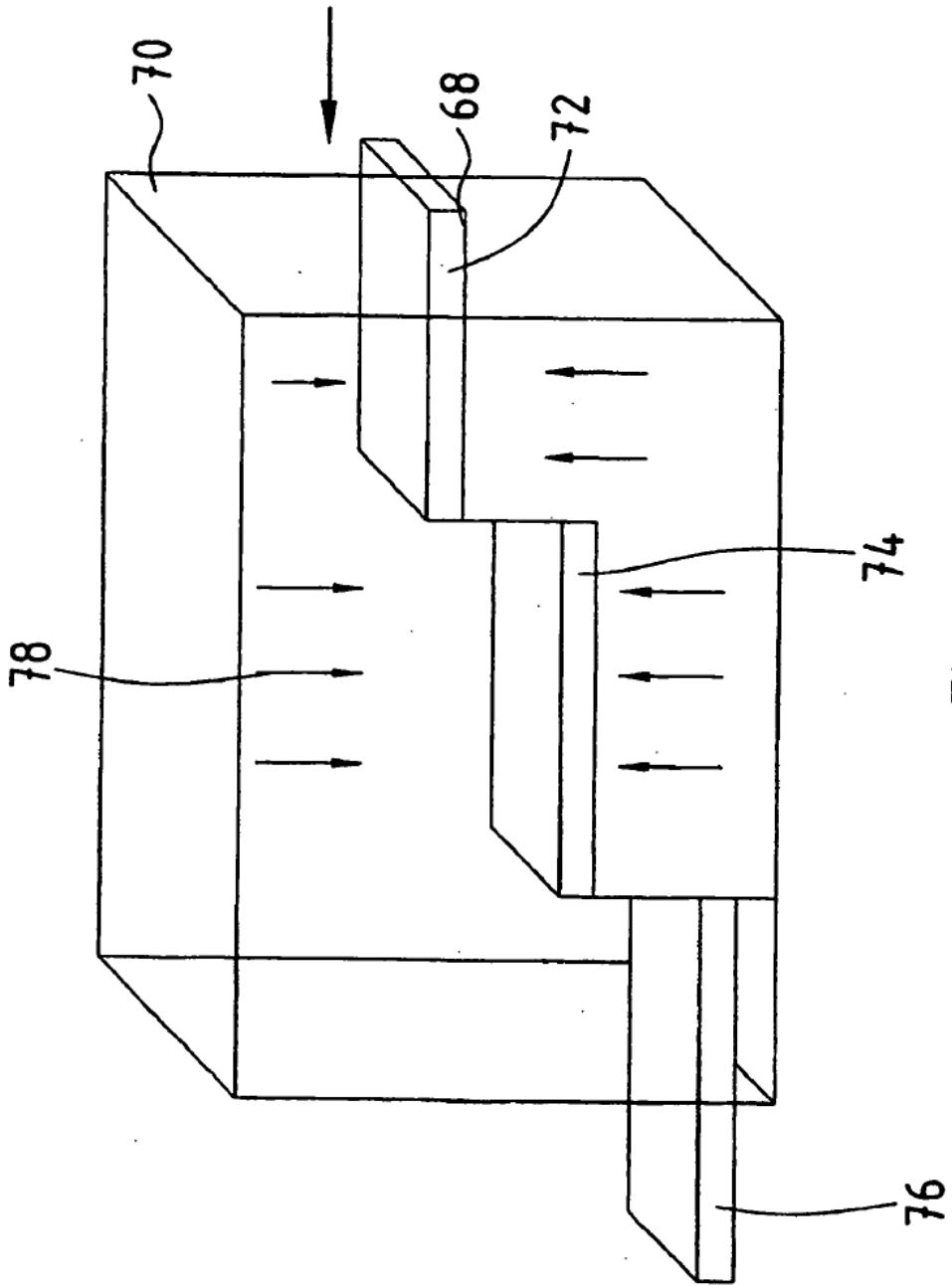


Fig.7