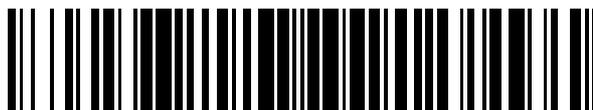


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 477 991**

51 Int. Cl.:

C01B 33/037 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.08.2011** **E 11178284 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014** **EP 2423163**

54 Título: **Silicio policristalino y procedimiento para su producción**

30 Prioridad:

25.08.2010 DE 102010039752

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

18.07.2014

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE**

72 Inventor/es:

**PECH, DR. REINER y
DORNBERGER, DR. ERICH**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 477 991 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

Silicio policristalino y procedimiento para su producción

El invento se refiere a un silicio policristalino y a un procedimiento para su producción.

5 Un silicio policristalino, denominado abreviadamente polisilicio, se produce hoy en día industrialmente en grandes cantidades y sirve, entre otras cosas, como materia prima para usos en el sector fotovoltaico y para las producciones de monocristales en las factorías de los fabricantes de obleas. En el caso de todos los usos se desea una alta pureza o limpieza de la materia prima.

10 En el caso de la producción de un polisilicio, después de la deposición desde la fase gaseosa, es necesario machacar las barras de polisilicio en pequeños trozos para su tratamiento ulterior. En tal caso, el silicio muy puro, sin embargo, es contaminado en mayor o menor grado con átomos ajenos mediante el empleo de herramientas de machaqueo. Además de ello, resultan unas partículas de polvo fino de silicio, que se adhieren a los trozos machacados.

15 Usualmente, el material machacado de silicio para unos sectores de uso de más alto valor, tal como p.ej. para el estiramiento de monocristales, es limpiado antes del tratamiento ulterior y/o del envasado. Esto se realiza, de acuerdo con el estado de la técnica, en una o varias etapas de limpieza química en húmedo. En tal caso, pasan a emplearse unas mezclas de diferentes productos químicos y/o ácidos, con el fin de eliminar de nuevo desde la superficie en particular los átomos ajenos que están adheridos. Sin embargo, estos procedimientos son complicados y caros.

20 A partir del documento de patente de los EE.UU. US 6.916.657 es conocido que las partículas ajenas o respectivamente los átomos ajenos pueden reducir el rendimiento al realizar el estiramiento de los cristales. También el polvo fino de silicio adherido podría tener a este respecto una influencia negativa.

25 A partir de la revista "Reinraumtechnik" [Técnica de espacios limpios] (1/2006, "Hochreiner Siliziumstaub als Kontaminationsquelle" [polvo fino de silicio muy puro como fuente de contaminación]; Reinraumtechnik 1/2006, Ivo Crößmann) se conoce un procedimiento para la determinación de la existencia de polvo fino de silicio sobre un polisilicio. En ese contexto se menciona su influencia negativa en el caso del tratamiento ulterior para formar monocristales. Se divulga que un polisilicio limpiado por vía química en húmedo tiene unos valores de "polvo fino" de 10 ppmw [partes por millón en peso] y contiene, después de un transporte, hasta 60 ppmw en el caso de una distribución de tamaños de partículas de polvo fino más pequeños que 5 µm.

30 A partir del documento de solicitud de patente internacional WO-2009/09003688 se conoce un procedimiento para el tratamiento de un material de silicio impurificado superficialmente, presente en una mezcla de materiales, con una impurificación de las superficies de desde 1 ppb [partes por mil millones] hasta 1.000 ppm [partes por millón] referida al peso de silicio, mediante una separación por tamizado del material que está adherido a la superficie. Mediante la separación por tamizado no resulta sin embargo ninguna reducción de la cantidad de polvo fino de Si adherido más pequeño que aproximadamente 50 µm, sino predominantemente sólo una separación de partículas sueltas y de mayor tamaño.

35 A partir del documento de solicitud de patente de los EE.UU. US 2003/0159647 A1 se conoce un procedimiento para el tratamiento de un material machacado de silicio, en cuyo caso está previsto un sistema para la eliminación del polvo fino destinado a liberar de polvo fino a los trozos de silicio mediante una corriente de aire a través de una plancha perforada. Se informa de unos bajos valores de polvo fino, sin entrar en detalles.

40 No obstante, el despolvado mediante una corriente de aire, en particular para unas partículas de Si pequeñas (< 50 µm) fuertemente adheridas superficialmente, es poco eficiente. Los pequeños trozos machacados de Si pueden desprenderse desde el chorro de aire. En el caso más desfavorable, mediante el fuerte movimiento de los trozos machacados de polisilicio en la capa turbulenta puede aparecer incluso una multiplicación de las partículas.

45 La misión del presente invento consistió en poner a disposición un silicio policristalino barato con un bajo contenido de polvo fino superficial.

50 El problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino con un primer tamaño de fractura, que contiene unos trozos machacados de silicio policristalinos, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 10 hasta 40 mm, que está caracterizado por unas proporciones de las partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 µm, más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 µm, más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 µm y más pequeñas que 3 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 µm, y que por lo demás está caracterizado por unas impurificaciones

superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw [partes por mil millones en peso] y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.

5 De manera preferida, en ese silicio policristalino con un primer tamaño de fractura la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 5 ppmw.

10 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 3 ppmw.

De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 5 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 1 ppmw.

15 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 1 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 0,1 ppmw.

20 Las mencionadas proporciones preferidas y muy especialmente preferidas de partículas de polvo fino de silicio del silicio policristalino conforme al invento con un primer tamaño de fractura se combinan de manera preferida con las siguientes impurificaciones superficiales preferidas con metales:

De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 2,5 ppbw (partes por mil millones de partes) y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.

De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,6 ppbw y más pequeñas o iguales que 2,5 ppbw.

25 De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeños o iguales que 0,6 ppbw.

Los metales de las impurificaciones superficiales de silicio policristalino conforme al invento contienen de manera preferida Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca. Otros metales, tales como Mn y Ag, se presentan en unas concentraciones despreciablemente pequeñas.

30 De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,5 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,1 ppbw y más pequeña o igual que 0,5 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,1 ppbw.

35 De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 1 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,1 ppbw y más pequeña o igual que 1 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,1 ppbw.

40 Por lo demás el problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino con un segundo tamaño de fractura, que contiene unos trozos machacados de silicio policristalinos, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 20 hasta 60 mm, que está caracterizado por unas proporciones de las partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 3 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y que por lo demás está caracterizado por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.

50 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio en el silicio policristalino con este segundo tamaño de fractura para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 10 ppmw. De

manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 5 ppmw.

5 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 3 ppmw.

10 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 5 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 1 ppmw.

De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 1 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 0,1 ppmw.

15 Las mencionadas proporciones preferidas y muy especialmente preferidas de partículas de polvo fino de silicio del silicio policristalino conforme al invento con un segundo tamaño de fractura se combinan de manera preferida con las siguientes impurificaciones superficiales preferidas con metales:

20 De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 2,0 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,5 ppbw y más pequeñas o iguales que 2,0 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 0,5 ppbw.

Los metales de las impurificaciones superficiales de silicio policristalino conforme al invento contienen de manera preferida Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca. Otros metales, tales como Mn y Ag, se presentan en unas concentraciones despreciablemente pequeñas.

25 De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,5 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,1 ppbw y más pequeña o igual que 0,5 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,1 ppbw.

30 De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 1 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,1 ppbw y más pequeña o igual que 1 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,1 ppbw.

35 Por lo demás el problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino con un tercer tamaño de fractura, que contiene unos trozos machacados de silicio policristalinos, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño mayor que 45 μm , que está caracterizado por unas proporciones de las partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 3 ppmw para unos
40 tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y que por lo demás está caracterizado por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.

45 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio en el silicio policristalino con este tercer tamaño de fractura para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 5 ppmw.

De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 3 ppmw.

50 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 5 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de

partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 1 ppmw.

5 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 1 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 0,1 ppmw.

Las mencionadas proporciones preferidas y muy especialmente preferidas de partículas de polvo fino de silicio del silicio policristalino conforme al invento con un tercer tamaño de fractura se combinan de manera preferida con las siguientes impurificaciones superficiales preferidas con metales:

10 De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 1,5 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,2 ppbw y más pequeñas o iguales que 1,5 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 0,2 ppbw.

15 Los metales de las impurificaciones superficiales de silicio policristalino conforme al invento contienen de manera preferida Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca. Otros metales, tales como Mn y Ag, se presentan en unas concentraciones despreciablemente pequeñas.

20 De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 10 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,5 ppbw y más pequeña o igual que 10 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,05 ppbw y más pequeña o igual que 0,5 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,05 ppbw.

25 De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,5 ppbw y más pequeña o igual que 50 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,05 ppbw y más pequeña o igual que 0,5 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,05 ppbw.

30 Por lo demás el problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino con un cuarto tamaño de fractura, que contiene unos trozos machacados de silicio policristalinos, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 3 hasta 15 mm, que está caracterizado por unas proporciones de las partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 45 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 30 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 20 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y que por lo demás está caracterizado por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 1 ppmw.

35 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio en el silicio policristalino con este cuarto tamaño de fractura para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 30 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 15 ppmw.

40 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 20 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 10 ppmw.

45 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 15 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 6 ppmw.

De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 5 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 0,5 ppmw.

50 Las mencionadas proporciones preferidas y muy especialmente preferidas de partículas de polvo fino de silicio del silicio policristalino conforme al invento con un cuarto tamaño de fractura se combinan de manera preferida con las siguientes impurificaciones superficiales preferidas con metales:

De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 10 ppbw y más pequeñas o iguales que 1 ppmw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 4,5 ppbw y más pequeñas o iguales que 10 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 4,5 ppbw.

- 5 Los metales de las impurificaciones superficiales de silicio policristalino conforme al invento contienen de manera preferida Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca. Otros metales, tales como Mn y Ag, se presentan en unas concentraciones despreciablemente pequeñas.

- 10 De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 500 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 1,0 ppbw y más pequeña o igual que 500 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,3 ppbw y más pequeña o igual que 1,0 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 0,3 ppbw.

- 15 De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 500 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 10 ppbw y más pequeña o igual que 500 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 1 ppbw y más pequeña o igual que 10 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 1 ppbw.

- 20 Por lo demás el problema planteado por la misión del invento se resuelve mediante un silicio policristalino con un quinto tamaño de fractura, que contiene unos trozos machacados de silicio policristalinos, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 0,5 hasta 5 mm, que está caracterizado por unas proporciones de las partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 70 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 62 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 60 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 40 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y que por lo demás está caracterizado por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 10 ppmw.

De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio en el silicio policristalino con este quinto tamaño de fractura para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 40 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm es de menos que 20 ppmw.

- 30 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 30 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm es de menos que 15 ppmw.

- 35 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 25 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm es de menos que 12 ppmw.

- 40 De manera preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 10 ppmw. De manera muy especialmente preferida, la proporción de partículas de polvo fino de silicio para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm es de menos que 1 ppmw.

Las mencionadas proporciones preferidas y muy especialmente preferidas de partículas de polvo fino de silicio del silicio policristalino conforme al invento con un quinto tamaño de fractura se combinan de manera preferida con las siguientes impurificaciones superficiales preferidas con metales:

- 45 De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 100 ppbw y más pequeñas o iguales que 10 ppmw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 20 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw. De manera preferida, las impurificaciones superficiales con metales son más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 20 ppbw.

- 50 Los metales de las impurificaciones superficiales de silicio policristalino conforme al invento contienen de manera preferida Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca. Otros metales, tales como Mn y Ag, se presentan en unas concentraciones despreciablemente pequeñas.

5 De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 1 ppmw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 5,0 ppbw y más pequeña o igual que 1.000 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 1,0 ppbw y más pequeña o igual que 5,0 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con hierro es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 1,0 ppbw.

10 De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 5 ppmw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 100 ppbw y más pequeña o igual que 5 ppmw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 10 ppbw y más pequeña o igual que 100 ppbw. De manera preferida, la impurificación superficial con wolframio es más grande o igual que 0,01 ppbw y más pequeña o igual que 10 ppbw.

15 El silicio policristalino con todos los tamaños de fractura que antes se han mencionado adquiere estas propiedades en lo que se refiere al polvo fino superficial y a las contaminaciones metálicas sin ningún tipo de tratamiento químico en húmedo. Esto no quiere decir que un tratamiento químico en húmedo en las subsiguientes etapas de proceso no podría ser ventajoso, con el fin de conseguir p.ej. unas contaminaciones con metales todavía más bajas o con el fin de someter el silicio policristalino a un tratamiento de ataque químico de la superficie.

La baja carga con partículas de polvo fino resulta a partir de un procedimiento especial de desempolvado, que a continuación se explica con mayor detalle. Los valores para los metales se consiguen en todos los intervalos reivindicados y preferidos mediante el uso de un tratamiento escasamente contaminante, en particular al machacar el silicio en trozos machacados, así como por elección de una apropiada clase de espacio limpio.

20 Para unos usos especialmente exigentes, por lo tanto, un tratamiento con una especialmente escasa contaminación se combina con una baja clase de espacio limpio (según el US FED STD 209E, relevada por ISO 14644-1), con una clase de espacio limpio de 100. En el caso de la clase de 100 (ISO 5) pueden estar contenidas como máximo 3,5 partículas con un diámetro de como máximo 0,5 µm por cada litro.

25 Los intervalos preferentes mencionados en el caso de los diferentes tamaños de fractura para unas impurificaciones superficiales con metales así como los intervalos para una contaminación con hierro y con wolframio corresponden a los intervalos más bajos y más altos de los intervalos reivindicados.

En el caso de los bajos intervalos se necesita un tratamiento escasamente contaminante. Este silicio policristalino es apropiado para unos usos especialmente exigentes, en cuyos casos se desea una baja contaminación por metales.

30 De manera preferida, para todos los tamaños de fractura se combinan en cada caso los intervalos más altos y más bajos para una contaminación por metales, por hierro y por wolframio.

Así, por ejemplo, para un silicio policristalino con un tercer tamaño de fractura son especialmente preferidas las siguientes contaminaciones con metales.

Para unos usos exigentes:

35 Metales totales 0,1 ppbw hasta 0,2 ppbw,
Hierro 0,01 ppbw hasta 0,05 ppbw,
Wolframio 0,01 ppbw hasta 0,05 ppbw.

Para unos usos menos exigentes:

40 Metales totales 0,2 ppbw hasta 1,5 ppbw,
Hierro 0,05 ppbw hasta 0,5 ppbw,
Wolframio 0,05 ppbw hasta 0,5 ppbw.

45 El problema del invento se resuelve también mediante un procedimiento para la producción de un silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, que comprende machacar un silicio policristalino depositado junto a barras delgadas en un reactor de Siemens en forma de unos trozos machacados, clasificar los trozos machacados en unas clases de tamaños de desde aproximadamente 0,5 mm hasta más grandes que 45 mm y un subsiguiente tratamiento de los trozos machacados mediante aire comprimido o hielo seco a una presión del gas de 1 a 20 bares y con una velocidad del gas de por lo menos 2 m/s, con el fin de eliminar el polvo fino de silicio desde los trozos machacados, no efectuándose ninguna limpieza química en húmedo.

De manera preferida, en este caso el silicio es machacado con una herramienta, que provoca una escasa contaminación, en forma de trozos machacados.

En el estado de la técnica, era usual hasta ahora limpiar químicamente los trozos machacados de silicio policristalinos, con el fin de conseguir un aceptable nivel de metales y de partículas, cuando están previstos unos usos en la tecnología de los semiconductores.

5 Los autores del invento han mostrado que también un polisilicio no limpiado, que propiamente tiene un nivel demasiado alto de partículas metálicas, a pesar de todo es apropiado también para unas utilizaciones exigentes en la tecnología de los semiconductores, cuando él ha sido previamente desempolvado.

10 Esto es sorprendente, por cuanto que las impurezas metálicas y demás partículas ajenas en el material machacado de polisilicio eran consideradas como una de las causas principales de cambios al realizar el estiramiento de monocristales. Un polisilicio sin ningún tratamiento químico en húmedo tiene una impurificación con metales más alta en un múltiplo de x que un polisilicio tratado químicamente en húmedo. Ésta se sitúa, como con anterioridad se ha divulgado, dependiendo del tamaño de fractura, entre 0,1 ppbw y 10.000 ppbw. La opinión predominante partía del hecho de que las impurificaciones con metales deberían estar situadas como máximo en 100 pptw (partes por trillón en peso) con el fin de no conducir a problemas en el caso del estiramiento de cristales. Sin embargo, se ha mostrado por fin que un polvo fino de silicio desempeña evidentemente un cometido todavía más importante. Un polisilicio no limpiado y desempolvado muestra sobresalientes propiedades en el caso de unos procesos de estiramiento, a pesar de la carga con metales que es comparativamente alta.

15 Además, se comprobó que un polisilicio limpiado químicamente con un pequeño nivel de metales de menos que 100 pptw, que había sido sometido a un desempolvado mediante aire comprimido o hielo seco, tiene un reducido nivel de partículas de silicio, que está situado por debajo del límite de detección, de aproximadamente 1 ppmw, un rendimiento de estiramiento manifiestamente mejor en el caso de unos usos altamente valiosos (p.ej. un estiramiento de monocristales para usos en semiconductores y usos solares exigentes).

20 Las influencias del polvo fino adherido sobre el silicio, en particular en forma de partículas de silicio con los tamaños de desde unos pocos micrómetros (μm) hasta varios cientos de micrómetros (100 μm), se consideraron insuficientes en el estado de la técnica.

25 Los autores del invento han comprobado que también en el caso del moldeo por colada de bloques de silicio para usos solares, el silicio policristalino conforme al invento conduce a unos mejores resultados.

Esto es válido independientemente del tamaño de fractura, que en lo que sigue se define como la distancia más larga entre dos puntos sobre la superficie de un trozo machacado de silicio (= longitud máxima) de la siguiente manera:

- 30
- Tamaño de fractura 0 (BG0) en mm: aproximadamente 0,5 hasta 5
 - Tamaño de fractura 1 (BG1) en mm: aproximadamente 3 hasta 15
 - Tamaño de fractura 2 (BG2) en mm: aproximadamente 10 hasta 40
 - Tamaño de fractura 3 (BG3) en mm: aproximadamente 20 hasta 60
 - Tamaño de fractura 4 (BG4) en mm: aproximadamente > 45
- 35 (* BG es el acrónimo de BruchGröße)

En este contexto en cada caso por lo menos aproximadamente un 90 % en peso de la fracción machacada está situado por dentro del mencionado intervalo de tamaños.

El polisilicio es machacado de manera preferida escasamente contaminante.

40 Con el fin de conseguir unos valores especialmente bajos para los metales, todas las partes de la instalación que están en contacto con el producto en la machacadora y en las instalaciones de tamizado, se realizaban preferiblemente con unos materiales escasamente contaminantes, tales como materiales sintéticos o silicio u otros materiales con escaso desgaste, tales como materiales cerámicos, cuarzo o metales duros.

45 Además de ello, se trabaja de manera preferida en unas clases de espacios limpios más pequeñas que 1.000, de manera especialmente preferida más pequeñas que 100 y de manera muy especialmente preferida más pequeñas que 10.

El desempolvado del polisilicio machacado escasamente contaminante se efectúa mediante aire comprimido y/o hielo seco.

En tal caso, el material machacado de silicio durante desempolvado puede presentarse estáticamente o sin embargo también puede ser cambiado de sitio.

El desempolvado puede efectuarse en este caso a todas las presiones técnicamente usuales y con diferentes disposiciones de toberas y cantidades de toberas.

5 El desempolvado puede efectuarse en uno o varios sitios de la cadena de procesos, es decir por ejemplo directamente después del machacado, y/o después de la clasificación, y/o poco antes del envasado, o también después del transporte, por ejemplo poco antes del enderezamiento en crisoles.

Para una efectiva limpieza por soplado de la superficie de silicio se pueden utilizar también unas pistolas de aire comprimido usuales en el comercio.

10 De manera preferida, estas pistolas de aire comprimido se producen a base de unos materiales escasamente contaminantes, de manera especialmente preferida a base de un acero inoxidable, de unos metales duros o de un material sintético (un PU, PP o PE).

Como aire comprimido se pueden utilizar aire, dióxido de carbono, o también otros gases inertes tales como por ejemplo nitrógeno o argón. Se pueden concebir también unas mezclas gaseosas arbitrarias, o también unos aditivos gaseosos con un efecto adicional de limpieza química, tales como por ejemplo ozono.

15 De manera preferida, en el caso de la producción de un polisilicio conforme al invento se usa un desempolvado con unas presiones del gas de 1 a 20 bares, de manera preferida de 5 a 10 bares. En el caso de unos pequeños tamaños de fractura se trabaja en este caso tendencialmente con unas presiones más pequeñas.

La superficie de los trozos machacados de silicio es limpiada por soplado en este caso con una velocidad del gas de por lo menos 2 m/s, de manera preferida más grande que 10 m/s y de manera especialmente preferida más grande que 100 m/s.

20 La acción del chorro gaseoso sobre la superficie de silicio puede consistir en uno o también varios corto(s) impulso(s) de menos que un segundo, así como también en un chorro permanente durante varios segundos o minutos.

25 Para que no se llegue a ninguna impurificación por causa de partículas ajenas, se trabaja de manera preferida con unos gases purificados secos (con un punto de rocío <40 °C), exentos de aceites y grasas, y de manera especialmente preferida con unos gases en una calidad para semiconductores, o respectivamente con una proporción de átomos ajenos, referida al volumen, de menos que 10 ppm, de manera preferida más pequeña que 1 ppm y de manera especialmente preferida más pequeña que 0,1 ppm.

30 Se consiguen unos resultados especialmente buenos cuando, lo más cerca que sea posible de la salida del aire, el aire es purificado adicionalmente con un filtro de partículas más pequeñas que 10 µm, de manera preferida más pequeñas que 0,1 µm y de manera especialmente preferida más pequeñas que 0,001 µm.

Según sean el tamaño de fractura de los trozos de silicio que se han de purificar y la extensión de la carga con polvo fino de la superficie, son posibles unos aparatos limpiadores a alta presión con toberas giratorias o pulsantes y con diferentes formas de las toberas.

35 En otra forma de realización preferida, el material que se ha de limpiar es transportado sobre un canal vibratorio o por encima y a través de una cinta transportadora, de manera preferida con un tejido de tamiz que es permeable al polvo fino que tiene una anchura de mallas algo más pequeña en comparación con el tamaño de fractura. A través de estas unidades transportadoras son posibles tanto una tobera grande y fuerte como también varias toberas pequeñas en diferentes posiciones, formas de realización y orientaciones con respecto a los trozos de Si.

40 Es especialmente preferida una modificación automática de la orientación del material de silicio por medio de una o varias disposiciones de cambio de dirección.

De manera especialmente preferida, el desempolvado del material machacado de silicio se efectúa mediante hielo seco.

45 La limpieza con hielo seco elimina las partículas adheridas sobre una superficie, soplando un CO₂ tratado en forma de partículas de hielo seco mediante unas toberas con alta velocidad. Las partículas ajenas y las partículas de polvo fino de silicio son desprendidas desde el material machacado de silicio mediante una combinación de energía cinética, de acción de choque de calor y de efecto de sublimación del material machacado de silicio.

De manera sorprendente, se encontró que para esto se pueden utilizar unos aparatos de limpieza usuales en el comercio (p.ej. de la entidad Cold Jet), cuando éstos son provistos de unos materiales escasamente contaminantes.

De manera preferida en este caso para el recipiente de almacenamiento en reserva de hielo seco se utiliza un revestimiento de un material sintético (p.ej. un PU, PP o PE).

5 Si la instalación se hace trabajar con unos bloques de hielo seco, entonces para la producción de las partículas frías a aproximadamente menos 80 °C se emplea de manera preferida una herramienta de tratamiento a base de un material cerámico o un metal duro con escaso desgaste.

Para que no se llegue a ninguna impurificación por partículas ajenas se utiliza un hielo seco purísimo, p.ej. constituido sobre la base de dióxido de carbono gaseoso en una calidad para alimentos.

10 Las partículas de hielo seco son aceleradas en tal caso con ayuda de unos gases purificados (aire comprimido filtrado, CO₂, unos gases inertes tales como nitrógeno en una calidad para semiconductores o unas mezclas de los mismos) a una presión de 1 a 20 bares, de manera preferida de 3 a 10 bares en una tobera de Venturi "escasamente contaminante" y desde éstas ellas son sopladas sobre la superficie de silicio que se ha de limpiar con una velocidad más grande que 2 m/s, de manera preferida más grande que 10 m/s y de manera especialmente preferida más grande que 100 m/s.

15 La limpieza con hielo seco no deja tras de sí de este modo ningún tipo de residuos sobre el polisilicio. Además de ello, el material permanece seco. No es necesaria una costosa desecación, tal como se necesita en el caso de los procedimientos químicos en húmedo.

El consumo de hielo varía en tal caso según sean la forma de realización de las toberas y el intervalo de presiones.

Otra forma de realización preferida consiste en la combinación de un desempolvado mediante aire comprimido y un desempolvado mediante hielo seco.

20 Mediante el empleo del procedimiento de producción conforme al invento, se pueden disminuir los considerables costos en la producción, puesto que por ejemplo se pueden utilizar también unas instalaciones de machacado y clasificación, que generan muchísima cantidad de polvo fino.

25 El procedimiento conforme al invento tampoco está limitado a unos trozos machacados compactos o porosos a base de un polisilicio, sino que también se pueden utilizar para el desempolvado otros productos a base de polisilicio, tales como por ejemplo un granulado o las denominadas barras cortadas (en inglés Cut-Rods) o barras de FZ/CZ.

El invento se debe de explicar ahora con mayor detalle con ayuda de Ejemplos y Ejemplos comparativos.

Ejemplos

Varias barras de silicio policristalino fueron machacadas con una machacadora en trozos machacados de diferentes tamaños y luego clasificadas. El material fino fue separado en tal caso mediante un tamizado.

30 Con el fin de conseguir unos valores especialmente bajos para los metales, todas las partes de la instalación que estaban en contacto con el producto en la machacadora y en las instalaciones de clasificación se realizaron con unos materiales escasamente contaminantes, tales como materiales sintéticos o silicio u otros materiales con escaso desgaste tales como materiales cerámicos, cuarzo o metales duros.

35 El material fue machacado en este caso al tamaño diana tamaño de fractura 4, resultando sin embargo también unos trozos machacados con todos los otros tamaños.

A continuación, a partir de las diferentes fracciones clasificadas de tamaños de fractura, se tomaron aleatoriamente varias muestra y se midieron en éstas las cantidades de polvo fino y de metales adheridos.

40 Para la determinación de las partículas de silicio adheridas se sacaron varios trozos machacados, con un peso de varios cientos de gramos (100 g), en un calcetín o manguito de tamiz limpio (con una anchura de mallas de 160 µm) y las partículas se desprendieron en un baño de agua. El número y el tamaño de las partículas en el baño de agua se refirieron luego a la cantidad pesada introducida de muestras de silicio con una difracción con rayos láser, o respectivamente con un aparato Beckmann Coulter LS 13320.

45 Para la determinación de los metales en la superficie se sacaron asimismo de manera aleatoria varios trozos de muestra y se determinó la contaminación por metales mediante desprendimiento químico de la superficie de silicio y subsiguiente análisis de la solución desprendida con ICPMS.

Los resultados están representados en las **Tablas 1 hasta 4**.

Se muestran unos altos valores de polvo fino, en particular en el caso de pequeños tamaños de fractura.

Los valores para los metales están situados, por el contrario, en un nivel medio, lo que resulta del tratamiento escasamente contaminante.

La **Tabla 1** muestra los valores de polvo fino para el tamaño de fractura 4.

- 5 En cada caso para diferentes tamaños de partículas considerados máximos se representaron las concentraciones en ppmw.

Tabla 1 – Tamaño de fractura 4 – Polvo fino [ppmw]

Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 5 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 20 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
1	2	2	2	2	2
2	6	9	11	14	14
1	4	5	7	10	11
1	3	5	8	11	12
1	4	5	8	11	13
2	4	6	9	13	17
2	4	6	8	13	18
1	3	5	6	9	13
2	4	6	8	12	17
2	5	7	9	15	19
1	4	5	7	11	14
1	3	5	7	10	14
1	4	5	7	10	14
1	3	4	6	7	9
1	3	4	6	9	13
2	4	6	9	18	28

La **Tabla 2** muestra los valores de polvo fino para unos tamaños de fractura 3 en ppmw

- 10 En cada caso para diferentes tamaños de partículas considerados máximos se representan las concentraciones en ppmw

Tabla 2 – Tamaño de fractura 3 – Polvo fino [ppmw]

Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 5 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 20 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
2	3	3	3	3	3
2	3	3	3	3	3
3	6	8	9	11	11
2	6	7	10	13	13
2	5	7	9	12	14
4	8	10	12	14	14
3	8	10	14	19	24
2	5	6	8	12	16
2	5	7	8	11	16
2	6	8	10	14	18
2	4	6	8	13	20
3	6	8	10	13	18
3	6	8	10	14	20
3	5	7	8	11	15
3	5	7	9	12	20
3	5	7	8	10	13

La **Tabla 3** muestra los valores de polvo fino para el tamaño de fractura 2 en ppmw

En cada caso para diferentes tamaños de partículas considerados máximos se representan las concentraciones en ppmw

Tabla 3 – Tamaño de fractura 2 – Polvo fino [ppmw]

Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 5 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 20 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
1	3	4	5	5	5
2	4	6	7	8	8
2	4	6	7	9	9
2	5	6	8	9	9
2	4	6	7	9	10
2	5	6	8	10	10
3	4	4	4	4	4
3	5	5	5	5	5
4	8	10	11	13	13
4	9	12	15	18	18
3	6	7	9	12	13
4	8	10	13	16	17
4	8	10	13	18	21
3	6	7	9	12	13
3	6	8	10	13	19
3	6	8	11	18	27
3	6	8	10	14	18
2	4	6	8	11	16
3	6	7	9	11	16
4	7	8	9	11	15
3	6	8	10	14	21
3	7	8	10	14	21
3	6	8	10	15	21
4	7	8	10	13	19
3	6	8	10	13	18

5

La **Tabla 4** muestra los valores de polvo fino para el tamaño de fractura 1 en ppmw.

En cada caso para diferentes tamaños de partículas considerados máximos se representan las concentraciones en ppmw.

10 **Tabla 4** – Tamaño de fractura 1 – Polvo fino [ppmw]

Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 5 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 20 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
9	15	17	17	17	17
8	14	16	16	16	16
7	12	14	17	25	30
6	11	13	16	25	40
7	14	17	21	31	47
8	13	15	18	27	43
10	15	17	20	26	36
7	12	15	20	31	56
9	15	18	23	37	55
9	15	18	22	29	42
12	20	23	27	36	50
7	15	19	25	40	59
9	20	26	33	53	75
9	15	18	21	31	47

La **Tabla 5** muestra los valores de polvo fino para el tamaño de fractura 0 en ppmw.

En cada caso para diferentes tamaños de partículas considerados máximos se representan las concentraciones en ppmw.

Tabla 5 – Tamaño de fractura 0 – Polvo fino [ppmw]

Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 5 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 20 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
35	55	59	59	59	59
36	56	61	61	61	61
37	58	62	67	75	114
30	46	49	50	50	50
34	51	54	57	58	58

5 La **Tabla 6** muestra los valores para metales según tamaños de fractura en pptw.

Tabla 6

BG4	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Mg	Ti	W	K	Ca	Co	Total
#1	384	5	13	7	12	19	1	11	15	105	2	590	53	1218
#2	53	11	5	3	1	1	1	1	2	60	5	11	52	205
#3	76	16	7	3	1	12	1	6	7	175	5	18	26	352
#4	11	7	3	4	1	7	1	1	1	216	5	26	27	311
#5	127	29	12	4	1	71	1	7	4	397	6	15	51	726
Valor medio	130	14	8	4	3	22	1	5	6	191	5	132	42	562
BG3	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Mg	Ti	W	K	Ca	Co	Total
#1	79	12	6	34	15	16	4	5	1	201	7	99	25	506
#2	130	27	14	14	6	60	2	9	3	342	7	519	79	1212
#3	248	14	7	16	8	18	1	36	5	185	7	220	38	803
#4	109	17	8	5	4	16	17	3	4	216	3	62	31	495
#5	141	19	8	11	7	12	10	3	3	388	4	29	42	678
Valor medio	142	18	8	16	8	24	7	12	3	267	6	186	43	739
BG2	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Mg	Ti	W	K	Ca	Co	Total
#1	144	16	7	33	7	18	2	2	2	297	11	36	70	645
#2	94	17	7	10	4	21	3	2	3	308	14	59	82	622
#3	91	19	8	8	15	2	1	24	1	478	9	1013	71	1740
#4	126	21	12	65	8	18	2	33	3	374	23	1373	76	2134
#5	181	15	7	40	14	25	3	20	6	157	19	246	40	771
Valor medio	127	17	8	31	10	17	2	16	3	323	15	545	68	1183
BG1	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Mg	Ti	W	K	Ca	Co	Total
#1	413	85	38	86	23	11	5	8	27	7500	713	101	1037	10048
#2	368	72	35	22	10	12	5	14	28	6353	7	137	585	7647
#3	485	88	40	85	16	21	6	32	32	2100	797	408	584	4693
#4	1002	162	71	82	58	150	13	74	36	5596	200	855	568	8865
#5	353	56	26	56	42	71	3	15	19	4064	90	541	462	5798
Valor medio	524	93	42	66	30	53	6	29	29	5122	362	408	647	7410
BG0	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Mg	Ti	W	K	Ca	Co	Total
#1	1328	128	40	1760	2264	5	48	48	744	18824	1160	1000	2352	29701
#2	1392	46	20	1538	5	5	46	20	792	23754	1077	1000	3685	33381
#3	1065	8	20	211	68	5	8	20	1208	64631	169	1000	9330	77744
#4	1995	195	75	2000	1748	1500	45	20	998	32948	675	1000	4868	48065
#5	994	51	20	171	5	5	9	20	1183	31911	86	1000	4234	39690
Valor medio	1355	86	35	1136	818	304	31	26	985	34414	633	1000	4894	45716

Ejemplo 1

10 Seguidamente, el procedimiento conforme al invento se usó con los trozos machacados de silicio.

En cada caso se sacaron varias porciones de 100 g de trozos machacados con unas distribuciones de tamaños de fractura desde 0 hasta 4, y se limpiaron por soplado conforme al invento durante 1 a 10 segundos con un aire comprimido secado, exento de aceite y purificado mediante un filtro de partículas de 0,1 µm con una tobera manual

usual en el comercio en el caso de un traslado mecánico sobre un tamiz de material sintético que tiene una anchura de mallas algo más pequeña con relación al tamaño de fractura (tamaño de la anchura de mallas: de manera preferida aproximadamente un 50 % del límite inferior de longitudes del respectivo tamaño de fractura). La presión estaba situada en aproximadamente 5 bares, con una velocidad de salida del aire junto a la tobera (abertura de sección transversal aproximadamente 1 mm²) de más que 10 m/s.

A continuación, en unos trozos de muestra escogidos aleatoriamente se midieron la carga con polvo fino y la concentración de wolframio.

En los casos de todos los tamaños de fractura, los tamaños de partículas del polvo fino adherido se pudieron reducir en promedio por un factor mayor que 2.

10 Los resultados muestran, con ayuda del elemento monitor W, que también se consigue una ligera reducción de la contaminación por metales superficiales. La impurificación con metales se encuentra fundamentalmente en un nivel medio según la **Tabla 6**.

15 El desempolvado conduce sin embargo de manera sorprendente también a una ligera reducción del nivel de metales, lo que se hace visible con ayuda del elemento monitor wolframio. Para el wolframio resultó un valor de 120 pptw.

La **Tabla 7** muestra los valores de polvo fino para todos los tamaños de fractura del **Ejemplo 1** en ppmw.

Se puede reconocer una manifiesta mejoría.

Las fotografías tomadas en un microscopio electrónico de barrido (REM) (no representadas) confirman que se había reducido la cantidad de las partículas de Si adheridas visibles por unidad de superficie.

20 **Tabla 7**

Tamaño de fractura	Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
BG0	3,0	15	20	22
BG0	5,0	20	22	28
BG0	1,0	5	8	9
BG0	13	8	10	11
BG0	4,0	12	13	15
BG1	1,0	10	17	26
BG1	1,2	6	10	15
BG1	0,5	4	6	9
BG1	1,5	4	7	11
BG1	2,0	5	8	12
BG2	0,8	1,3	1,3	1,3
BG2	1,0	1,3	1,3	1,3
BG2	0,7	1,3	1,3	1,3
BG2	1,4	0,8	0,8	0,8
BG2	1,5	1,7	2	2
BG2		1,4	1,4	1,4
BG2		1,3	1,3	1,3
BG2		0,7	0,7	0,7
BG2		1,3	2	2
BG2		4	8	9
BG2		4	7	9
BG2		2	6	11
BG2		3	7	11
BG2		1,0	2	4
BG2		2	5	9
BG3	0,7	3	4	4
BG3	0,5	4	6	7
BG3	0,8	0,8	3	5
BG3	1,0	1,6	4	8
BG3	1,1	2	6	10
BG3		0,2	0,5	0,9
BG3		2	6	9

Tamaño de fractura	Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
BG4	0,5	1,4	5	6
BG4	0,3	1,1	3	4
BG4	0,9	0,9	3	5
BG4	0,6	1,7	5	10
BG4	0,4	1,2	4	9
BG4		0,7	2	3

Ejemplo 2

5 Se procedió de una manera análoga a la del **Ejemplo 1** y a partir de las diferentes distribuciones de tamaños de fractura de Si con los tamaños de fractura desde 0 hasta 4, producidos escasamente contaminante como antes se ha descrito, se tomaron en caso varias porciones de 100 g de los trozos y se desempolvaron conforme al invento mediante hielo seco.

Para esto se utilizó un aparato móvil usual en el comercio de la entidad ColdJet (del tipo Aero), con una velocidad de paso del hielo seco de aproximadamente 1 kg/min.

10 El hielo seco tiene una impurificación de solamente unas pocas ppta (partes por trillón en átomos) de metales (Fe, Cr, Ca, etc...).

Los trozos machacados de polisilicio fueron a continuación trasladados manualmente sobre un tamiz de material sintético PU con una anchura de mallas algo más pequeña que el tamaño de fractura (tamaño de aproximadamente 50 % del límite inferior de longitudes del respectivo tamaño de fractura), y limpiados por soplado durante 1 hasta 10 segundos con una tobera plana.

15 La tobera tenía una abertura en sección transversal de varios cm en la longitud y de varios mm en la anchura.

La presión estaba situada, según el tamaño de fractura, entre 1 y 10 bares, con una velocidad de salida del aire junto a la tobera de por encima de 10 m/s.

En el caso de unos tamaños de fractura más pequeños, se desempolvo con una potencia reducida o respectivamente con una presión reducida del aparato.

20 A continuación, en unos trozos de muestra escogidos aleatoriamente se midieron de nuevo la carga con polvo fino y los metales.

Los metales, medidos de nuevo con el elemento monitor wolframio, se pudieron mejorar ligeramente de nuevo en comparación con la limpieza mediante aire comprimido.

25 Por lo demás, con todos los tamaños de fractura se han reducido todos los tamaños de partículas (en comparación con el ejemplo de referencia) por un factor mayor que 3.

La **Tabla 8** muestra los valores de polvo fino en ppmw para todos los tamaños de fractura del Ejemplo 2.

Tabla 8

Tamaño de fractura	Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
BG0	6	8	17	22
BG0	2	15	18	20
BG0	3	2	5	5
BG0	0,5	7	10	11
BG0	2	12	12	13
BG1	1,0	1,5	2	3
BG1	1,4	3	5	7
BG1	0	3	4	7
BG1	2	3	7	17
BG1	2	4	6	13
BG1		4	6	9
BG1		4	8	9

Tamaño de fractura	Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
BG2	0,8	1,5	2	4
BG2	1,2	2	3	5
BG2	0,7	1,2	2	4
BG2	1,4	3	5	8
BG2	1,3	2	4	7
BG2		2	2	4
BG3	0,7	3	6	10
BG3	0,3	0,9	3	4
BG3	0,8	0,7	3	6
BG3	0,3	2	7	12
BG3	1,1			
BG4	0,5	1,2	4	6
BG4	0,3	0,5	1,3	2
BG4	0,7	1,0	3	4
BG4	0,6	1,7	6	9
BG4	0,2	1,1	4	7

La impurificación con metales se encuentra en un nivel medio

5 La **Tabla 9** muestra las concentraciones de wolframio para el **Ejemplo 1** (con aire comprimido), para el **Ejemplo 2** (con hielo seco) y, como referencia, los valores después de un tratamiento escasamente contaminante, pero sin desempolvado, compárese la **Tabla 6**, en cada caso en pptw.

El wolframio es representado por separado como comparación puesto que en este caso se puede excluir una contaminación cruzada mediante el entorno y la manipulación.

Tabla 9

BG4	Referencia	Aire comprimido	Hielo seco
Wolframio	105	51	36
[pptw]	60	61	40
	175	116	56
	216	106	44
	397	266	254
Valor medio	191	120	86

10 **Ejemplo comparativo**

En el Ejemplo comparativo un poli-Si, no poroso depositado de una manera compacta, mediante un procedimiento análogo al del documento de solicitud de patente alemana DE 10 2006 035 081 A1, se machacó, se limpió químicamente y, envasado en bolsas de PE, se transportó para realizar la analítica. En el Ejemplo comparativo se efectúa por lo tanto una limpieza en húmedo.

15 A continuación a partir de diferentes bolsas de PE se sacaron aleatoriamente unos trozos de muestra del tamaño 4, se midieron la carga con polvo fino y los metales y se hizo una fotografía en REM.

En este caso se establece que todos los valores de polvo fino, compárese la **Tabla 11**, se encuentran junto al límite de detección. Los valores para los metales, compárese la **Tabla 10**, son manifiestamente más bajos que en los **Ejemplos 1 y 2**, comparase la **Tabla 6**.

20 La **Tabla 10** muestra los valores para los metales para el **Ejemplo comparativo** en pptw.

Tabla 10

BG4	Fe	Cr	Ni	Na	Zn	Al	Cu	Ti	W	K	Co	Mn	Ca	Mg	Suma
#1	4	0	0	2	0	3	2	7	0	5	1	0	20	1	45
#2	2	3	0	1	0	3	1	2	2	1	2	1	9	1	28
#3	2	0	0	2	2	2	3	3	0	4	1	0	16	2	38
#4	8	1	1	6	1	0	1	4	0	4	0	0	3	7	36
#5	6	0	0	2	1	0	0	10	1	4	0	1	1	1	27
#6	5	0	1	2	0	1	0	3	1	1	0	1	30	4	50
Valor medio	4	1	0	2	1	2	1	5	1	3	1	1	13	3	37

La **Tabla 11** muestra los valores de polvo fino para el Ejemplo comparativo ppmw

Tabla 11

Tamaño de fractura	Tamaño de partículas < 1 µm	Tamaño de partículas < 10 µm	Tamaño de partículas < 50 µm	Tamaño de partículas < 400 µm
BG0	6	8	17	22
BG0	2	15	18	20
BG0	3	2	5	5
BG0	0,5	7	10	11
BG0	2	12	12	13
BG1	1,0	1,5	2	3
BG1	1,4	3	5	7
BG1	0,3	3	4	7
BG1	2	3	7	17
BG1	2	4	6	13
BG1		4	6	9
BG1		4	8	9
BG2	0,8	1,5	2	4
BG2	1,2	2	3	5
BG2	0,7	1,2	2	4
BG2	1,4	3	5	8
BG2	1,3	2	4	7
BG2		2	2	4
BG3	0,7	3	6	10
BG3	0,3	0,9	3	4
BG3	0,8	0,7	3	6
BG3	0,3	2	7	12
BG3	1,1			
BG4	0,5	1,2	4	6
BG4	0,3	0,5	1,3	2
BG4	0,7	1,0	3	4
BG4	0,6	2	6	9
BG4	0,2	1,1	4	7

- 5 Se muestra que mediante una limpieza química en húmedo resultan unos valores para los metales manifiestamente mejores que según el procedimiento conforme al invento.

No obstante, la meta del invento era poner a disposición un silicio policristalino especialmente favorable, que pueda prescindir de un complicado y caro tratamiento químico en húmedo.

- 10 Los autores del invento han reconocido que un polvo fino de silicio es más crítico para muchos usos que una carga con metales, siempre y cuando que la contaminación por metales varíe en un nivel medio aceptable. Esto se puede conseguir mediante un tratamiento escasamente contaminante, en el caso de usos especialmente exigentes, en vinculación con una baja clase de espacio limpio, así como por medio del procedimiento de desempolvado conforme al invento.

- 15 Por consiguiente, con el presente invento está a disposición un silicio policristalino manifiestamente más favorable con unas muy bajas proporciones de polvo fino y con una contaminación por metales que es aceptable para muchos usos.

REIVINDICACIONES

1. Un silicio policristalino que contiene trozos machacados de silicio policristalino, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 10 hasta 40 mm, caracterizado por unas proporciones de partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 3 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y caracterizado además por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.
2. Un silicio policristalino que contiene trozos machacados de silicio policristalino, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 20 hasta 60 mm, caracterizado por unas proporciones de partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 3 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y caracterizado además por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeños o iguales que 100 ppbw.
3. Un silicio policristalino que contiene trozos machacados de silicio policristalino, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de más que 45 mm, caracterizado por unas proporciones de partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 15 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 14 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 3 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y caracterizado además por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 100 ppbw.
4. Un silicio policristalino que contiene trozos machacados de silicio policristalino, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 3 hasta 15 mm, caracterizado por unas proporciones de partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 45 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 30 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 20 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 10 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y caracterizado además por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 1 ppmw.
5. Un silicio policristalino que contiene trozos machacados de silicio policristalino, teniendo por lo menos un 90 % de los trozos machacados un tamaño de 0,5 hasta 5 mm, caracterizado por unas proporciones de partículas de polvo fino de silicio más pequeñas que 70 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 400 μm , más pequeñas que 62 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 50 μm , más pequeñas que 60 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 10 μm y más pequeñas que 40 ppmw para unos tamaños de partículas más pequeños que 1 μm , y caracterizado además por unas impurificaciones superficiales con metales más grandes o iguales que 0,1 ppbw y más pequeñas o iguales que 10 ppbw.
6. Un silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, conteniendo los metales de las impurificaciones superficiales Fe, Cr, Ni, Na, Zn, Al, Cu, Mg, Ti, W, K, Co y Ca.
7. Procedimiento para la producción de un silicio policristalino de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, que comprende machacar un silicio policristalino depositado junto a barras delgadas en un reactor de Siemens en trozos machacados, clasificar los trozos machacados en clases de tamaños de desde aproximadamente 0,5 mm hasta más grandes que 45 mm y un subsiguiente tratamiento de los trozos machacados mediante aire comprimido o hielo seco con una presión de gas de 1 a 20 bares y una velocidad del gas de por lo menos 2 m/s, con el fin de eliminar polvo fino de silicio desde los trozos machacados, no efectuándose ninguna limpieza química en húmedo.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, siendo machacado el silicio policristalino con una herramienta escasamente contaminante en trozos machacados.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 u 8, efectuándose el tratamiento de los trozos machacados con aire comprimido o hielo seco durante 0,01 hasta 2.000 segundos.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 hasta 9, siendo tratados los trozos machacados con aire comprimido y hielo seco con el fin de eliminar polvo fino de silicio desde los trozos machacados.