

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 591 133**

51 Int. Cl.:

C03C 8/08 (2006.01)

C03C 8/16 (2006.01)

C08L 1/28 (2006.01)

C03C 3/097 (2006.01)

H01L 31/0236 (2006.01)

H01L 31/068 (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2013 PCT/CN2013/089693**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.03.2015 WO15032154**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2013 E 13893094 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.07.2016 EP 2891733**

54 Título: **Aditivo para preparar gamuza en chip de silicio policristalino y método de uso del mismo**

30 Prioridad:

04.09.2013 CN 201310394703

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

25.11.2016

73 Titular/es:

**CHANGZHOU SHICHUANG ENERGY
TECHNOLOGY CO., LTD. (100.0%)
Building C NO.168 Wushen Road, Licheng Town
Changzhou, Jiangsu 213300, CN**

72 Inventor/es:

**FU, LIMING y
ZHANG, YUANYUAN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 591 133 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

Aditivo para preparar gamuza en chip de silicio policristalino y método de uso del mismo.

Campo de la invención

5 La invención se refiere a un aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino y el método de uso del mismo.

Antecedentes de la invención

10 La preparación de gamuza en la superficie de un chip de silicio es un eslabón fundamental en la preparación de una célula solar de silicio policristalino. El efecto de la preparación de gamuza influye directamente en la eficacia de conversión final y la tasa final de productos acabados de porciones de células. Como un chip de silicio policristalino consta de granos cristalinos en diferentes orientaciones del cristal y la orientación del cristal de cada grano cristalino se distribuye de manera opcional, en tecnologías de gamuza ordinarias, la gamuza se forma en la superficie de un chip de silicio policristalino mediante la corrosión química húmeda de una disolución ácida. Estas tecnologías de preparación de gamuza basadas en el principio de corrosión isotrópica de una disolución ácida sobre silicio forman, en superficies de diferentes granos cristalinos de una lámina de silicio, gamuza de picadura similar cuya forma y aspecto es irrelevante para las orientaciones de los granos cristalinos.

15 La patente china CN 102 978 710 A describe un nuevo tipo de líquido de preparación de gamuza, que contiene 1) disolución ácida mezclada de HNO₃, HF, H₂O: 40-80% del volumen total; 2) Aditivos: 0,01 a 1% del volumen total y 3) el agua de equilibrio, en el que dicho componente de aditivo es glicerol, ácido cítrico, tensioactivo de tipo éter de corona y agua, relación en volumen de glicerol y agua 1-10:100, ácido cítrico y agua en una relación en peso de 20 1-3:100, relación en volumen de tensioactivo de éter de corona a agua de 0,1 a 100.

La patente europea EP 2 514 799 A1 describe La presente invención se refiere a una composición de texturización semiconductor, policristalina, ácida, mejorada y método que proporciona un ataque isotrópico y reduce la reflectancia de la luz incidente. La composición descrita comprende uno o más compuestos alcalinos, una o más fuentes de iones fluoruro, una o más fuentes de agentes oxidantes y tiene un pH menor que 7.

25 Actualmente, la disolución ácida común usada en producción industrial consta de ácido nítrico, ácido fluorhídrico y agua desionizada. La gamuza preparada con esta disolución ácida no es deseable y presenta las siguientes desventajas: la gamuza es grande de tamaño y deficiente en uniformidad, la diferencia de color entre diferentes granos cristalinos es obvia, hay picaduras de ataque profundas de una forma de línea negra en el aspecto macroscópico de la gamuza, la tasa de reflexión de la gamuza preparada es relativamente alta y la estabilidad de la gamuza preparada no es buena. Así, será de gran importancia abordar los problemas anteriores preparando gamuza por la adición de un aditivo de preparación de gamuza a una disolución ácida.

Sumario de la invención

35 El objeto de la invención es proporcionar un aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino y el método de uso del mismo, con el uso del aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino en la preparación de gamuza en un chip de silicio policristalino, se puede obtener gamuza microestructural conformada de microporos con una excelente uniformidad y diferencia de color no obvia entre los granos cristalinos para reducir la tasa de reflexión y disminuir con eficacia el número de líneas negras; cambiando el mecanismo de reacción y controlando la velocidad de reacción, el aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino descrito en la presente memoria permite la preparación de gamuza a una temperatura ambiente, reduciéndose enormemente así el coste de control de temperatura, además, se elimina con eficacia la huella del rodillo, por lo tanto, la lámina de silicio es más clara para igualarse mejor con procedimientos posteriores para conseguir una realización de célula muy estable.

40 Para conseguir el fin anterior, la invención proporciona un aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, que comprende: citrato de amonio, polivinilpirrolidona, alcohol polivinílico, ácido cítrico y agua, en el que el porcentaje en masa de cada componente es como sigue: citrato de amonio: 0,2-0,5%, polivinilpirrolidona: 0,1-1%, alcohol polivinílico: 0,1-0,2%, ácido cítrico: 2-2,5% y agua: el porcentaje restante.

Preferiblemente, el agua es agua desionizada.

45 La invención también proporciona un líquido de preparación de gamuza para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, que comprende: el aditivo anterior para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino y una disolución ácida en una relación en masa de 0,1-0,6:100, en el que se proporciona 7-14% de disolución acuosa de HF y 25-50% de disolución acuosa de HNO₃ en la disolución ácida, la disolución acuosa de HF contiene 49% de HF y la disolución acuosa de HNO₃ contiene 69% de HNO₃, en el que el porcentaje se refiere a porcentaje en masa.

50 La invención también proporciona un método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, usando el cual se puede formar gamuza en la superficie de un chip de silicio policristalino con el líquido de preparación de gamuza

anterior, en el que la gamuza se prepara sobre la superficie del chip de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 5-25 grados centígrados para un tiempo de preparación de la gamuza de 45-180 s.

El método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino incluye específicamente las siguientes etapas:

5 1) preparar un aditivo de preparación de gamuza: añadir 0,2-0,5% de citrato de amonio, 0,1-1% de polivinilpirrolidona, 0,1-0,2% de alcohol polivinílico y 2-2,5% de ácido cítrico en el porcentaje restante de agua, mezclar los componentes de manera uniforme en el aditivo de preparación de gamuza, en el que el agua es preferiblemente agua desionizada;

10 2) preparar un líquido de preparación de gamuza: añadir el aditivo de preparación de gamuza preparado en la etapa 1) en una disolución ácida, mezclar de manera uniforme el aditivo de preparación de gamuza con la disolución ácida en el líquido de preparación de gamuza, en el que la relación en masa del aditivo de preparación de gamuza a la disolución ácida es 0,1-0,6:100, se proporciona 7-14% de disolución acuosa de HF y 25-50% de disolución acuosa de HNO₃ en la disolución ácida, la disolución acuosa de HF contiene 49% de HF y la disolución acuosa de HNO₃ contiene 69% de HNO₃, en el que el porcentaje se refiere a porcentaje en masa;

15 3) sumergir un chip de silicio policristalino en el líquido de preparación de gamuza preparado en la etapa 2) para preparar gamuza en la superficie del chip de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 5-25 grados centígrados para un tiempo de preparación de la gamuza de 45-180 s.

20 Las ventajas y los efectos beneficiosos de la invención son como sigue: se proporciona un aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino y el método de uso del mismo, con el uso del aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino en la preparación de gamuza de un chip de silicio policristalino, se puede obtener gamuza microestructural conformada de microporos con una excelente uniformidad y diferencia de color no obvia entre granos cristalinos para reducir la tasa de reflexión y disminuir con eficacia el número de líneas negras; cambiando el mecanismo de reacción y controlando la velocidad de reacción, el aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino descrito en la presente memoria permite la preparación de gamuza a una temperatura ambiente, reduciéndose enormemente así el coste de control de temperatura, además, se elimina con eficacia la huella del rodillo, por lo tanto, la lámina de silicio es más clara para igualarse mejor con procedimientos posteriores para conseguir una realización de célula muy estable.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es una vista de cepilladora de la gamuza en la superficie de un chip de silicio policristalino obtenida en la realización 3 de la invención y observada bajo un microscopio electrónico de barrido.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

30 El modo de implementación específico de la invención se describe a continuación con detalle con referencia a los dibujos adjuntos cuando se lee junto con las realizaciones. Las realizaciones son simplemente ilustrativas de la solución técnica de la invención más fácilmente pero no se deben interpretar como limitantes del alcance de protección de la invención.

La solución técnica específica de la invención es como sigue:

35 Realización 1

Un método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino incluye específicamente las siguientes etapas:

1) preparar un aditivo de preparación de gamuza: disolver 0,2 g de citrato de amonio, 0,1 g de polivinilpirrolidona, 0,1 g de alcohol polivinílico y 2 g de ácido cítrico en agua desionizada para preparar 100 g de aditivo de preparación de gamuza;

40 2) preparar un líquido de preparación de gamuza: disolver 7 kg de disolución acuosa de HF (que contiene 49% en masa de HF) y 25 kg de disolución acuosa de HNO₃ (que contiene 69% en masa de HNO₃) en agua desionizada para obtener 100 kg de disolución ácida y añadir los 100 g de aditivo de preparación de gamuza preparado en la etapa 1) a la disolución ácida para obtener el líquido de preparación de gamuza;

45 3) preparar gamuza: sumergir una porción de célula de silicio policristalino en el líquido de preparación de la gamuza preparado en la etapa 2) para preparar gamuza en la superficie de la porción de célula de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 5 grados centígrados para un tiempo de preparación de la gamuza de 180 s.

Realización 2

Un método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino incluye específicamente las siguientes etapas:

50 1) preparar un aditivo de preparación de gamuza: disolver 3 g de citrato de amonio, 6 g de polivinilpirrolidona, 1,2 g de

alcohol polivinílico y 15 g de ácido cítrico en un disolvente de agua desionizada para preparar 600 g de aditivo de preparación de gamuza;

5 2) preparar un líquido de preparación de gamuza: mezclar 14 kg de disolución acuosa de HF (que contiene 49% en masa de HF) con 50 kg de disolución acuosa de HNO₃ (que contiene 69% en masa de HNO₃) en agua desionizada para obtener 100 kg de disolución ácida y añadir los 600 g de aditivo de preparación de gamuza preparados en la etapa 1) a la disolución ácida para obtener el líquido de preparación de gamuza;

10 3) preparar gamuza: sumergir una porción de célula de silicio policristalino en el líquido de preparación de gamuza preparado en la etapa 2) para preparar gamuza en la superficie de la porción de célula de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 25 grados centígrados para un tiempo de preparación de la gamuza de 45 s.

Realización 3

Un método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino incluye específicamente las siguientes etapas:

15 1) preparar un aditivo de preparación de gamuza: disolver 1,2 g de citrato de amonio, 1,5 g de polivinilpirrolidona, 0,45 g de alcohol polivinílico y 6,9 g de ácido cítrico en un disolvente de agua desionizada para preparar 300 g de aditivo de preparación de gamuza;

20 2) preparar un líquido de preparación de gamuza: disolver 10 kg de disolución acuosa de HF (que contiene 49% en masa de HF) y 40 kg de disolución acuosa de HNO₃ (que contiene 69% en masa de HNO₃) en agua desionizada para obtener 100 kg de disolución ácida y añadir los 300 g de aditivo de preparación de gamuza preparado en la etapa 1) a la disolución ácida para obtener el líquido de preparación de gamuza;

3) preparar gamuza: sumergir una porción de célula de silicio policristalino en el líquido de preparación de gamuza preparado en la etapa 2) para preparar gamuza en la superficie de la porción de célula de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 12 grados centígrados para un tiempo de preparación de gamuza de 100 s.

25 La Fig. 1 muestra una imagen de la gamuza preparada en la superficie de un chip de silicio policristalino en la realización 3 y observada bajo un microscopio electrónico de barrido, se puede observar a partir de la Fig. 1 que la gamuza microestructural de tipo microporos se forma en la superficie de la lámina de silicio y que la distribución de la gamuza es relativamente uniforme.

30 Lo mencionado anteriormente son sólo realizaciones preferidas, se debería apreciar que se pueden idear varias modificaciones y variaciones por los expertos en la materia sin apartarse del principio técnico de la invención y dicha modificación y variaciones se encontrarían en el alcance de protección de la invención.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, que comprende: citrato de amonio, polivinilpirrolidona, alcohol polivinílico, ácido cítrico y agua, en el que el porcentaje en masa de cada componente es como sigue: citrato de amonio: 0,2-0,5%, polivinilpirrolidona: 0,1-1%, alcohol polivinílico: 0,1-0,2%, ácido cítrico: 2-2,5% y agua: el porcentaje restante.
2. El aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino según la reivindicación 1, en el que el agua es agua desionizada.
- 10 3. Un líquido de preparación de gamuza para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, que comprende: el aditivo para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 y una disolución ácida en una relación en masa de 0,1 -0,6:100, en el que se proporciona 7-14% de disolución acuosa de HF y 25-50% de disolución acuosa de HNO₃ en la disolución ácida, la disolución acuosa de HF contiene 49% de HF y la disolución acuosa de HNO₃ contiene 69% de HNO₃, en el que el porcentaje se refiere a porcentaje en masa.
- 15 4. Un método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino, usando el cual la gamuza se prepara en la superficie del chip de silicio policristalino con el líquido de preparación de gamuza según la reivindicación 3, en el que la gamuza se prepara en la superficie del chip de silicio policristalino a una temperatura de preparación de la gamuza de 5-25 grados centígrados para un tiempo de preparación de la gamuza de 45-180 s.
5. El método para preparar gamuza en un chip de silicio policristalino según la reivindicación 4, que comprende las siguientes etapas específicas:
- 20 1) preparar un aditivo de preparación de gamuza: añadir 0,2-0,5% de citrato de amonio, 0,1-1% de polivinilpirrolidona, 0,1-0,2% de alcohol polivinílico, 2-2,5% de ácido cítrico en el porcentaje restante de agua, mezclar los componentes de manera uniforme en el aditivo de preparación de gamuza;
- 25 2) preparar un líquido de preparación de gamuza: añadir el aditivo de preparación de gamuza preparado en la etapa 1) a una disolución ácida, mezclar de manera uniforme el aditivo de preparación de gamuza con la disolución ácida en el líquido de preparación de gamuza, en el que la relación en masa del aditivo de preparación de gamuza a la disolución ácida es 0,1-0,6:100, en el que se proporciona 7-14% de disolución acuosa de HF y 25-50% de disolución acuosa de HNO₃ en la disolución ácida, la disolución acuosa de HF contiene 49% de HF y la disolución acuosa de HNO₃ contiene 69% de HNO₃, en el que el porcentaje se refiere a porcentaje en masa;
- 30 3) sumergir un chip de silicio policristalino en el líquido de preparación de gamuza preparado en la etapa 2) para preparar gamuza en la superficie del chip de silicio policristalino a una temperatura de preparación de gamuza de 5-25 grados centígrados para un tiempo de preparación de gamuza de 45-180 s.

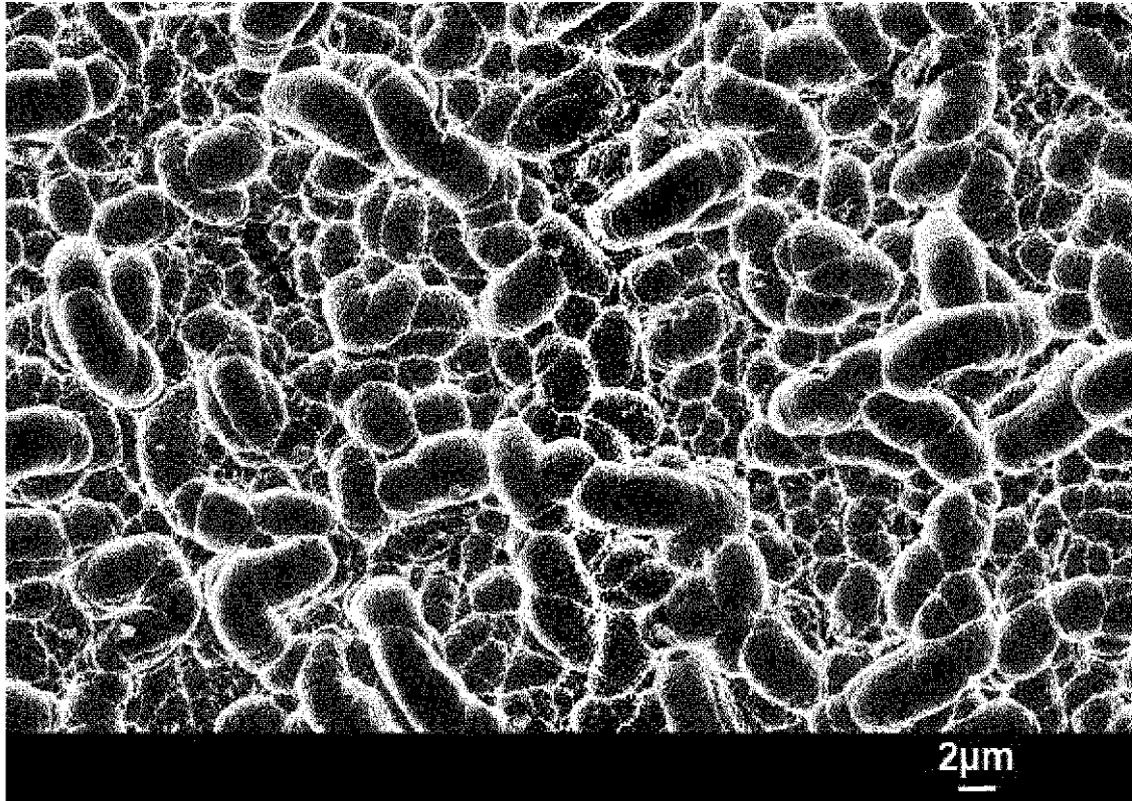


FIG.1