

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 619 523**

51 Int. Cl.:

B22D 27/02 (2006.01)

C01B 33/037 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2009 PCT/UA2009/000067**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.06.2010 WO2010071614**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2009 E 09802044 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.02.2017 EP 2376244**

54 Título: **Procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción y aparato para realizarlo**

30 Prioridad:

15.12.2008 UA 2008014479

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

26.06.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BERINGOV, SERGII;
ONISCHENKO, VOLODYMYR;
SHKULKOV, ANATOLIY;
CHERPAK, YURII;
POZIGUN, SERGII;
MARCHENKO, STEPAN y
SHEVCHUK, ANDRII**

74 Agente/Representante:

MIR PLAJA, Mireia

ES 2 619 523 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 de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción y aparato para realizarlo

5 **Ámbito técnico**

[0001] La invención se refiere a la producción de silicio policristalino, y particularmente a la producción de silicio multicristalino por el método de inducción, y puede ser usada en la fabricación de células solares a partir de silicio multicristalino.

10

[0002] El silicio cristalino se usa para producir células solares para convertir la energía solar en energía eléctrica. Con esta finalidad se usa habitualmente silicio monocristalino.

15 **Antecedentes de la técnica**

15

[0003] La investigación recientemente llevada a cabo ha demostrado que el silicio policristalino formado por los grandes cristales, así llamado silicio multicristalino, permitía lograr un rendimiento de conversión de energía solar en energía eléctrica cercano al del silicio monocristalino. La capacidad de producción del equipo para producir silicio multicristalino es varias veces mayor que la que corresponde al silicio monocristalino, y su tecnología es más fácil que la tecnología que sirve para obtener el silicio monocristalino. El uso de silicio multicristalino permite reducir el coste de los paneles solares e iniciar su producción a nivel industrial.

20

[0004] Está actualmente en uso un procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que comprende un suministro continuo y una fusión por inducción de material de carga de silicio policristalino en terrones en un baño de fusión de silicio sobre un lecho móvil de un crisol refrigerado por agua, el moldeo del silicio fundido con la forma del espacio de fusión, y la subsiguiente cristalización de un lingote de silicio multicristalino (US 4572812). El baño de material fundido está contenido dentro de una película solidificada próxima a las paredes de la lingotera que se forma usando el crisol refrigerado por agua que consta de las secciones verticales de tubo de cobre refrigeradas con agua. Las secciones de cobre están separadas por espacios intermedios y forman un volumen de fusión encerrado en el perímetro. Los espacios intermedios entre las secciones permiten que el campo electromagnético inductor penetre en el volumen de fusión del crisol. El volumen de fusión puede tener la forma de un círculo, un cuadrado o un rectángulo. Durante la fusión, un baño de material fundido llena toda el área transversal del crisol, así redundando tanto en la fusión como en el moldeo del baño de silicio en forma de lingote de forma y dimensiones transversales específicas. A medida que se funde la carga de silicio y que se mueve hacia abajo el fondo móvil del crisol, cristaliza el baño en la parte inferior del baño de material fundido. La velocidad de movimiento del lingote corresponde a la velocidad de fusión de la carga en terrones en la parte superior del baño de material fundido.

25

30

35

[0005] Como resultado de este método conocido, es producido y posteriormente usado en la producción de placas de células solares un largo lingote de silicio multicristalino con una sección transversal específica.

40

[0006] Una desventaja del anteriormente mencionado procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción es la aparición de tensión térmica en el lingote, la cual redundando en una peor calidad y degradación de las placas producidas usando un lingote de este tipo. Las tensiones térmicas en el lingote y en las placas hechas de tal lingote redundan en una disminución del rendimiento de conversión de la energía por parte de las células solares hechas de estas placas. Además, el factor de producción de placas buenas también disminuye debido a su rotura ocasionada por las tensiones térmicas.

45

[0007] Los problemas identificados son resueltos por medio del procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que se describe en la EP 1254861. Según este procedimiento conocido se prevé el adicional calentamiento de un lingote de silicio obtenido en el proceso de moldeo continuo usando los calentadores situados debajo del crisol refrigerado por agua, y un adicional calentamiento del lingote mediante la descarga de plasma de un plasmatrón situado encima del crisol refrigerado por agua. Al mismo tiempo, la descarga de plasma barre la superficie del baño de material fundido. Usando este procedimiento se logra un enfriamiento controlado del lingote obtenido finalmente dentro del gradiente de temperatura predeterminado. El circuito eléctrico para el plasmatrón es engazado en el lingote de silicio por medio de un contacto especial que está dispuesto debajo del sitio por el que el lingote sale de la cámara de procesamiento. El método permite reducir el gradiente de temperatura a lo largo del radio del lingote de silicio hasta 9...7°C/m, y por lo tanto redundando en que se logra un alto rendimiento (14,2...14,5%) de conversión de la energía solar en energía eléctrica para las placas hechas de este lingote.

50

55

[0008] Sin embargo, durante la fusión y producción continua de lingotes largos de silicio multicristalino con un suministro permanente de carga en terrones al baño de material fundido, tan sólo al comienzo del proceso la concentración de impurezas en el baño de material fundido encaja con la concentración de impurezas en la carga cargada. La concentración de impurezas en un lingote viene definida por el factor de segregación de cada impureza. Siempre que el factor de segregación para las impurezas típicas en el material básico sea de menos de 1, la concentración de cada

60

impureza en el lingote es menor que su concentración en el material fundido. Cuanto más largo se hace el lingote, la concentración de impurezas en el baño de material fundido aumenta debido a su acumulación, y en consecuencia también se incrementa su concentración en el lingote multicristalino producido. Cuando la concentración de impurezas en el baño sobrepasa su límite establecido para cada impureza específica, el silicio multicristalino deviene inadecuado para fabricar células solares. Las partes del lingote con la concentración de impurezas más alta que el límite prescrito no pueden ser usadas para producir células solares y son desechadas, haciendo con ello que disminuya significativamente la fracción de células solares con alto rendimiento de conversión producidas.

[0009] El procedimiento más próximo al de la invención reivindicada es un procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que está descrito en la EP 1754806. Este método comprende los pasos de cargar y someter a un calentamiento inicial a un material de carga de silicio en terrones en una atmósfera controlada sobre un fondo móvil dentro del espacio de fusión de un crisol refrigerado por agua, crear un baño de silicio fundido, y a continuación fundir y moldear el silicio fundido dándole la forma del espacio de fusión, cristalizar un lingote de silicio multicristalino y enfriar de modo controlable el lingote de silicio usando un conjunto de equipo de calentamiento. A medida que el lingote de silicio multicristalino se enfría, el mismo es quitado de la cámara de procesamiento pasando por una junta hermética a los gases que impide que el aire atmosférico penetre en la cámara, y por medio de un cortador es cortado en secciones cortadas a medida. A fin de incrementar el rendimiento del método, tras haber sido alcanzado en el baño un límite admisible de concentración de impurezas es detenido el proceso de fusión, el baño de material fundido es cristalizado, y un dispositivo de separación es bajado al interior del lingote cristalizado en el volumen de fusión del crisol refrigerado por agua para bloquear el volumen de fusión e impedir que el silicio impuro de la superficie inferior del dispositivo de separación entre en la superficie superior. Al mismo tiempo, la carga en terrones inicial de silicio es aportada a la superficie superior del dispositivo de separación, y se repiten las operaciones comenzando por el suministro y el calentamiento inicial de la carga de silicio en terrones.

[0010] El método del estado de la técnica tiene los inconvenientes siguientes:

[0011] Cuando se detienen la fusión por inducción y el moldeo, si las impurezas alcanzan su contenido crítico en el baño al estar siendo obtenido un lingote largo (de p. ej. 14 m de largo), toda la parte superior del lingote – de aproximadamente 2,5 m de largo – situada dentro del equipo de calentamiento y de la cámara de procesamiento (encima de la junta hermética a los gases) debería ser sometida al paso de enfriamiento controlado. Con esta finalidad el enfriamiento controlado es realizado de manera similar a como se hace para todo el lingote, y este paso lleva aproximadamente 30 horas. Además, cada paso de introducir el dispositivo de separación en el interior del volumen de fusión del horno y reanudar el proceso de fusión y moldeo lleva aproximadamente 7,2 horas. Durante este periodo no se hace fusión por inducción y moldeo del baño.

[0012] El paso de introducir un dispositivo de separación en un volumen de fusión requiere una alta precisión, puesto que incluso un pequeño error de desalineación durante la instalación del dispositivo de separación puede redundar en su agarrotamiento y en que resulte dañado el crisol refrigerado por agua, lo cual redundaría en la forzosa terminación de la fusión y del moldeo.

[0013] Además, la introducción de un dispositivo de separación hecho de material foráneo – específicamente de nitruro de silicio o grafito – en el interior del baño de material fundido da lugar a una contaminación de la parte inferior del lingote, que queda con impurezas, y como resultado de ello se ven reducidos la calidad y el factor de producción de silicio de buena calidad. La necesidad de reanudar la fusión sobre la parte superior de un lingote de silicio ya producido conduce a la necesidad de detener su movimiento al interior del equipo de calentamiento y de mantenerlo dentro del crisol refrigerado por agua por espacio de un largo periodo de tiempo. Esto redundaría en un enfriamiento incontrolado de esta parte del lingote, en la aparición de tensiones térmicas y microfisuras en esa zona, y en consecuencia en la necesidad de desechar la parte superior del lingote.

[0014] La EP 1754806 describe un sistema de producción de lingotes de silicio multicristalino que comprende una cámara con un crisol refrigerado por agua incorporado con un fondo móvil, y un conjunto de equipo de calentamiento para un enfriamiento controlado del lingote. El crisol refrigerado por agua incluye las secciones aisladas hechas de material conductor de la electricidad y del calor – típicamente cobre – refrigeradas por un flujo de agua. El crisol refrigerado por agua está rodeado por un inductor y conectado a una tolva de carga. El fondo móvil está diseñado para moverse hacia arriba y hacia abajo a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento. Además, el sistema está provisto de un dispositivo de separación (divisor) que puede ser instalado sobre un lingote cristalizado en el volumen de fusión del crisol refrigerado por agua. El posterior calentamiento de una carga de silicio en terrones, la posterior fusión y el posterior moldeo pueden tener lugar encima de la superficie superior del dispositivo de separación.

[0015] Un inconveniente del sistema actual es el de su baja capacidad de producción, especialmente cuando se usa una carga con un alto contenido de impurezas.

[0016] El más cercano a la invención que se reivindica es un aparato de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que se da a conocer en la EP 0349904. En este aparato, una tolva de carga está en

conexión con una cámara dentro de la cual está instalado el equipo siguiente: un crisol refrigerado por agua rodeado por un inductor, un dispositivo para el calentamiento inicial de la carga de silicio en terrones, un fondo móvil con una barra conectada al equipo de movimiento, y un compartimento de enfriamiento controlado con un conjunto de equipo de calentamiento situado debajo del crisol refrigerado por agua. El fondo móvil está dispuesto para moverse hacia arriba y hacia abajo a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento.

[0017] El hecho de disponer del equipo de calentamiento permite controlar la velocidad de enfriamiento del lingote producido al desplazarse el mismo continuamente dentro del compartimento de enfriamiento controlado, lográndose así una disminución de los gradientes de temperatura a lo largo del lingote de 5 a 10°C/cm.

[0018] Un inconveniente del aparato del estado de la técnica es la degradación de la calidad del lingote y la disminución de la capacidad de producción cuando se usa una carga de silicio en terrones con un alto contenido de impurezas, tal como por ejemplo el silicio de calidad metalúrgica caracterizado por un incrementado contenido de ingredientes de hierro (Fe) y aluminio (Al). La capacidad de funcionamiento de las células solares disminuye cuando el contenido de Fe es de más de 0,01 ppm en peso, y cuando el contenido de Al es de más de 0,1 ppm en peso. Debido a la segregación de las impurezas identificadas, se mantiene una satisfactoria calidad del silicio dentro de una limitada longitud del lingote de silicio multicristalino producido, de no más de 2-4 m, en dependencia de la cantidad de impurezas. Sin embargo, al haber producido los lingotes de la longitud identificada, el periodo de tiempo requerido para quitar el lingote del crisol refrigerado por agua y del compartimento de enfriamiento controlado aumenta con respecto al tiempo de fusión por inducción y moldeo, y disminuye la capacidad del equipo.

Breve exposición de la invención

[0019] Un objeto de la invención es el de perfeccionar el procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción de forma tal que el mismo condujese a un incremento de la producción de silicio multicristalino adecuado para fabricar células solares debido a la propuesta reubicación de un lingote y equipo de calentamiento con un fondo móvil durante el enfriamiento controlado.

[0020] Otro objeto de la invención es el de mejorar el aparato de producción de silicio multicristalino de forma tal que debido al diseño que se propone se incremente la capacidad de producción en la obtención de lingotes de silicio multicristalino adecuados para fabricar células solares.

[0021] El método que se propone para obtener lingotes de silicio multicristalino usando inducción comprende los pasos de cargar y someter a un calentamiento inicial a un material de carga de silicio en terrones en una atmósfera controlada sobre un fondo móvil dentro del espacio de fusión de un crisol refrigerado por agua, crear un baño de silicio fundido, y a continuación fundir y moldear el silicio fundido dándole la forma del espacio de fusión, cristalizar un lingote de silicio multicristalino, y enfriar de manera controlable el lingote de silicio usando un conjunto de equipo de calentamiento, poner término a los pasos de fusión y moldeo cuando el contenido de impurezas en el silicio fundido deviene crítico, y repetir los pasos del proceso partiendo de los pasos de cargar el material de carga de silicio en terrones y someterlo al calentamiento inicial. Según la invención, al concluir los pasos de fusión y moldeo se termina el paso de cristalizar la parte restante del lingote de silicio multicristalino al ser todo el lingote enfriado de manera controlable; y una vez concluida la cristalización el lingote de silicio multicristalino es retirado junto con el fondo móvil y el conjunto de equipo de calentamiento y es enfriado adicionalmente de manera controlable; y al mismo tiempo otro conjunto de equipo de calentamiento que incluye otro fondo móvil es llevado al espacio que ha quedado vacante; y entonces dicho otro fondo móvil es llevado al interior del crisol refrigerado por agua; y los pasos del procedimiento se repiten a fin de producir el lingote siguiente.

[0022] La realización preferida del procedimiento que se reivindica es una simultánea remoción del lingote de silicio multicristalino con el conjunto de equipo de calentamiento y la aportación de otro conjunto de equipo de calentamiento junto con otro fondo móvil que se hace por medio de un giro de 180 grados.

[0023] En el otro aspecto de la invención que se reivindica se propone un aparato para la realización del procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que comprende una cámara conectada a una tolva de carga, incluyendo la cámara un crisol refrigerado por agua rodeado por un inductor, un dispositivo para someter a un calentamiento inicial a un material de carga de silicio en terrones, y un fondo móvil con una barra conectada a unos medios de movimiento, así como un compartimento de enfriamiento controlado dispuesto debajo del crisol refrigerado por agua y que incluye un conjunto de equipo de calentamiento, siendo el fondo móvil susceptible de ser desplazado hacia arriba y hacia abajo a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento. Según la invención el aparato que se reivindica comprende además una plataforma instalada en el compartimento de enfriamiento controlado y capaz de efectuar una rotación en torno al eje en el que está montado dicho conjunto de equipo de calentamiento; y el aparato comprende además al menos un conjunto de equipo de calentamiento más instalado sobre la plataforma y otro fondo móvil dispuesto en dicho otro conjunto de equipo de calentamiento junto con una barra conectada a unos adecuados medios de movimiento para ello.

[0024] En una realización preferida de la invención el aparato puede contener dos conjuntos de equipos de calentamiento instalados sobre la plataforma simétricamente en torno a un eje de rotación. Al mismo tiempo, cada uno de los conjuntos de equipos de calentamiento tiene un algoritmo para cambiar la temperatura verticalmente para asegurar que se mantenga en el lingote de silicio multicristalino producido un gradiente de temperatura establecido.

[0025] Se ha determinado experimentalmente que mediante la simultánea implementación de la fusión por inducción y del moldeo primeramente, junto con el enfriamiento controlado, y luego, tras haber detenido la fusión por inducción, realizando el moldeo y la cristalización del lingote, así como mediante la continuación del enfriamiento controlado del lingote al proceder a preparar e iniciar la producción del lingote siguiente, se logra la producción de lingotes con un contenido de impurezas controlado.

[0026] Además, la propuesta graduación del enfriamiento controlado de un lingote de silicio multicristalino que puede ser implementada sin interrumpir el proceso de enfriamiento global permite ser flexibles al regular la longitud del lingote producido en dependencia de la cantidad de impurezas en la carga de partida.

[0027] Por consiguiente, el procedimiento que se reivindica es un procedimiento eficaz que está caracterizado por una alta capacidad de producción de lingotes adecuados para fabricar baterías solares, y puede ser usado para cargas con un alto contenido de impurezas.

[0028] Un reducido periodo de tiempo de parada de la fusión por inducción y la ausencia de dependencia de una parte del proceso de enfriamiento controlado de los procesos de fusión y moldeo permiten incrementar la capacidad del sistema de producción de silicio multicristalino.

Breve Descripción de los Dibujos

[0029] La invención es ilustrada por los dibujos acompañantes pero no queda limitada a los mismos. Los dibujos ilustran el aparato de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción que como tal aparato tiene dos conjuntos de equipos de calentamiento para el enfriamiento controlado del silicio multicristalino, y en dichos dibujos:

La Fig. 1 es una realización del aparato en el paso de calentamiento inicial;

la Fig. 2 es el aparato de la Fig. 1 en el paso de fusión por inducción y moldeo de un lingote de silicio multicristalino;

la Fig. 3 ilustra la posición del lingote de silicio multicristalino antes del movimiento;

la Fig. 4 ilustra la posición del lingote de silicio multicristalino después del movimiento;

la Fig. 5 es el aparato de la Fig. 1 en el paso de fusión por inducción y moldeo del siguiente lingote de silicio multicristalino, y de remoción del anterior lingote de silicio multicristalino;

la Fig. 6 ilustra un gráfico que muestra los cambios de la concentración de hierro a lo largo del lingote de silicio multicristalino con una sección transversal cuadrada (un lado es de 337 mm de largo) para la materia prima que se especifica en la Tabla.

El Mejor Modo de Realizar la Invención

[0030] El aparato para producir lingotes de silicio multicristalino usando el método de inducción como se muestra en la Fig. 1 comprende una cámara 1 conectada a una tolva de carga 2 y un crisol refrigerado por agua 3 rodeado por un inductor 4. Están instalados dentro de la cámara 1 un fondo móvil 5 con una barra 6 conectada a los dispositivos de movimiento, así como un dispositivo 7 de calentamiento inicial del material de carga de silicio en terrones 8. El dispositivo de calentamiento inicial 7 está hecho de material conductor, como p. ej. grafito. El crisol refrigerado por agua 3 está hecho de secciones de cobre refrigeradas con agua. En la cámara 1 está situado debajo del crisol refrigerado por agua un compartimento de enfriamiento controlado 9 que incluye un conjunto de equipo de calentamiento 10 y un similar conjunto de equipo de calentamiento 11. El fondo móvil 5 está dispuesto para moverse verticalmente a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento 10. El conjunto de equipo de calentamiento 11 consta de un fondo móvil 12 con una barra 13 conectada a los correspondientes dispositivos de movimiento. El fondo móvil 12 puede moverse verticalmente a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento 11. Los conjuntos de los equipos de calentamiento 10 y 11 están instalados sobre una plataforma 14. La plataforma 14 está situada en el compartimento de enfriamiento controlado 9 y es capaz de girar en torno al eje 15. La cámara 1 está conectada a un dispositivo de descarga 16 a través de una junta hermética a los gases 17. El aparato funciona de la manera siguiente.

[0031] En la cámara 1, bajo atmósfera controlada el fondo móvil 5 es desplazado hacia el crisol refrigerado por agua 3, y es creado por el inductor 4 un campo electromagnético de alta frecuencia. El material de carga de silicio en terrones 8 es descargado desde la tolva de carga 2 al interior de un espacio de fusión 18 creado por el crisol refrigerado por agua 3 y el fondo móvil 5. Entonces el dispositivo de calentamiento inicial 7 es introducido en el espacio de fusión 18 situado dentro de un campo electromagnético de alta frecuencia creado por el inductor 4. El dispositivo de calentamiento inicial 7 es calentado, y el material de carga de silicio en terrones 8 se calienta y empieza a fundirse bajo la influencia del calor radiado y del campo electromagnético creado por el inductor 4 (Fig. 1).

5 **[0032]** El dispositivo de calentamiento inicial 7 es quitado del campo electromagnético creado por el inductor 4, mientras en el espacio de fusión 18 es producido un baño de material fundido 19 en forma de su sección lateral. Como resultado de la emisión de calor en la periferia del baño de material fundido 19, el baño es cristalizado y se forma una película solidificada próxima a las paredes que impide que el baño se derrame del espacio de fusión 18. Tras haberse formado el baño de material fundido 19, desde la tolva de carga 2 es aportado permanentemente a su superficie un material de carga de silicio en terrones 8. El material de carga de silicio en terrones 8 se funde, y al mismo tiempo es continuamente desplazado hacia abajo el fondo móvil 5 junto con el baño de material fundido 19 con la película solidificada próxima a las paredes. El movimiento se produce a una velocidad que permite que el baño de material fundido 19 se mantenga a un nivel invariable con respecto al inductor 4 y al crisol refrigerado por agua 3, siendo efectuada continuamente en la parte inferior del baño de material fundido la cristalización del lingote de silicio multicristalino 20. El lingote de silicio multicristalino 20 formado con ello es continuamente desplazado hacia abajo al interior del compartimento de enfriamiento controlado 9 hacia el conjunto de equipo de calentamiento 10, donde es llevado a cabo su enfriamiento controlado y son eliminadas las tensiones térmicas (Fig. 2).

15 **[0033]** Si el contenido de impurezas en el baño llega a ser crítico, se detiene el suministro de material de carga de silicio en terrones 8, se elimina el campo electromagnético del inductor 4, y se detienen la fusión por inducción y el moldeo del baño. El lingote de silicio multicristalino 20 producido es quitado del crisol refrigerado por agua 3 y es puesto en el interior del conjunto de equipo de calentamiento 10 para concluir la cristalización (Fig. 3). Luego el lingote de silicio multicristalino 20 es transferido junto con el fondo móvil 5 y el conjunto de equipo de calentamiento 10 (Fig. 4) girando la plataforma 14, y continúa el enfriamiento controlado del lingote. Tal movimiento puede ser llevado a cabo, por ejemplo, por medio de una rotación de 180 grados de la plataforma 14 en torno al eje 15.

20 **[0034]** Simultáneamente a la reubicación del lingote de silicio multicristalino 20 junto con el fondo móvil 5 y el conjunto de equipo de calentamiento 10, el conjunto de equipo de calentamiento 11 con el fondo móvil 12 es transferido al espacio que ha quedado vacante (Fig. 4). Los conjuntos de los equipos de calentamiento 10 y 11 son conmutados eléctricamente, y se cambia en consecuencia el algoritmo de regulación de la temperatura.

25 **[0035]** El fondo móvil 21 es transferido al crisol refrigerado por agua 3, definiendo un nuevo espacio de fusión 21, y los pasos del procedimiento son repetidos comenzando por el suministro y el calentamiento inicial de material de carga de silicio en terrones, a fin de obtener un siguiente lingote 22 (Fig. 5). El lingote de silicio multicristalino enfriado 20 situado dentro del conjunto de equipo de calentamiento 10 es desplazado hacia arriba sobre el fondo móvil 5 al interior del dispositivo de descarga 16.

30 **[0036]** Viene a continuación un ejemplo de cómo pueden obtenerse lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción según el procedimiento de la invención y con el uso del aparato descrito anteriormente.

Ejemplo

35 **[0037]** Fueron obtenidos lingotes de silicio multicristalino usando un aparato con un espacio de fusión de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 340 mm. Este aparato permite producir lingotes de silicio multicristalino de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 337 mm.

40 **[0038]** Como materia prima para la producción de lingotes de silicio multicristalino se usó silicio a granel de calidad metalúrgica con los ingredientes habituales que se indican a continuación, tales como boro (B), fósforo (P), hierro (Fe) y aluminio (Al). Está indicado en la Tabla el contenido de impurezas en la materia prima. Adicionalmente se usó una aleación para mantener la resistencia específica dentro de la gama de valores de 0,8-1,2 ohmios x cm.

| Tabla Contenido de impurezas habituales en la carga de silicio en terrones de calidad metalúrgica | |
|---|-----------------------------------|
| Impureza | Concentración át./cm ³ |
| B | 5,46*10 ¹⁶ |
| P | 7,07*10 ¹⁶ |
| Al | 2,29*10 ¹⁶ |
| Fe | 1,30*10 ¹⁷ |

45 **[0039]** Mediante cálculos experimentales se determinó el contenido crítico de impurezas en un baño en dependencia de la composición de la materia prima. Sobre la base de estos datos, se halló para la materia prima seleccionada la dependencia entre la concentración de ingredientes de hierro (la impureza que determina la calidad del silicio multicristalino) y la longitud del lingote de silicio multicristalino de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 337 mm (Fig. 6).

50 **[0040]** Para la materia prima con el contenido de impurezas que se enumera en la Tabla y para unos lingotes de silicio multicristalino obtenidos de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 337 mm, el contenido crítico de impurezas es alcanzado cuando el lingote llega a ser de 2,0 ... 2,5 m de largo, siendo una longitud óptima del lingote la de 2,0 ... 2,3 m.

5 [0041] Dentro de una cámara hermética un crisol refrigerado por agua está instalado y rodeado por un inductor de 3 vueltas de 140 mm de altura conectado a una fuente de energía eléctrica con una frecuencia de trabajo de 10 kHz, y hay un fondo móvil que está hecho en forma de una placa cuadrada de silicio de 40 mm de espesor con una longitud del lado de 338 mm, la cual está puesta usando un disco de aislamiento térmico sobre una plataforma de acero resistente al calor, y está unida a la barra por medio de una unión tipo enchufe. En el compartimento de enfriamiento controlado debajo del crisol refrigerado por agua sobre la plataforma está instalado el primer conjunto de equipo de calentamiento que tiene un espacio de calentamiento de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 380 mm. Simétricamente, el segundo conjunto de equipo de calentamiento está instalado sobre la plataforma y tiene un espacio de calentamiento de sección transversal cuadrada y con una longitud del lado de 380 mm. El espacio de calentamiento de cada conjunto de equipo de calentamiento es de 2,4 m de altura. Cada conjunto de equipo de calentamiento está provisto de elementos calentadores de grafito conectados al transformador de frecuencia industrial a través de los controladores de corriente, permitiendo así asegurar cambios controlados del campo de temperatura verticalmente. El segundo conjunto de equipo de calentamiento tiene otro fondo móvil instalado que usa un disco de aislamiento térmico sobre una plataforma de acero resistente al calor, y está unido a la barra por medio de una conexión tipo enchufe.

20 [0042] Se hizo el vacío en la cámara y se la llenó con argón. En el espacio de fusión del crisol refrigerado por agua fue creado un campo electromagnético de alta frecuencia usando el inductor. Material de carga de silicio en terrones fue cargado al interior del espacio de fusión desde una tolva de carga, y se introdujo un dispositivo de calentamiento inicial realizado en forma de un disco de grafito. El dispositivo de calentamiento inicial fue calentado, y bajo la influencia de la emisión de calor y del campo electromagnético la materia prima de silicio en terrones fue calentada hasta una temperatura de 800-1100°C, y empezó a fundirse. El dispositivo de calentamiento inicial fue quitado del campo electromagnético del inductor. Dentro del espacio de fusión se formó un baño de material fundido que se expandió y llegó a las paredes de un crisol frío, es decir que el baño fue moldeado con la forma del crisol refrigerado por agua. Al mismo tiempo, una película solidificada próxima a las paredes se formó e impedía que se derramase el baño y contenía el baño de material fundido. Luego se aportó continuamente materia prima de silicio en terrones a la superficie del baño desde la tolva de carga. La materia prima de silicio en terrones era fundida, el fondo móvil era continuamente desplazado hacia abajo, y se formaba un lingote de silicio multicristalino.

30 [0043] Al ser el lingote de silicio multicristalino fundido, moldeado y formado, el mismo era desplazado hacia abajo al interior del espacio de calentamiento del primer conjunto de equipo de calentamiento, donde se realizaba el enfriamiento controlado y la eliminación de las tensiones térmicas calentando el lingote de silicio multicristalino – ya cristalizado y enfriado – principalmente en las esquinas del lingote. La temperatura era incrementada hasta los 1200°C con una continuación una disminución de la temperatura con un gradiente de no más de 7°C a lo largo del lingote.

35 [0044] Al devenir crítico el contenido de impurezas en el baño cuando el lingote era de aproximadamente 2,2 m de largo (Fig. 6), se detuvo el suministro de materia prima de silicio en terrones, se desconectó el inductor, y se puso fin a la fusión por inducción y al moldeo del baño. Como resultado de ello, el baño de material fundido se cristalizó. El lingote de silicio multicristalino obtenido, de 2,2 m de largo, fue quitado del crisol refrigerado por agua y fue completamente introducido en el espacio de calentamiento del primer conjunto de equipo de calentamiento. Entonces el primer conjunto de equipo de calentamiento fue desconectado de los controladores de corriente, y mediante un giro de 180 grados de la plataforma en torno a su eje el lingote de silicio multicristalino fue desplazado junto con el fondo móvil y el primer conjunto de equipo de calentamiento.

45 [0045] Una vez concluido el giro de la plataforma, los conjuntos de los equipos de calentamiento quedaron intercambiados; es decir que el segundo conjunto de equipo de calentamiento junto con el otro fondo móvil vino a quedar debajo del crisol refrigerado por agua, mientras que el primer conjunto de equipo de calentamiento con el lingote de silicio multicristalino situado dentro de su espacio de calentamiento se hallaba en el sitio en el que estaba el segundo conjunto de equipo de calentamiento. Entonces ambos conjuntos de los equipos de calentamiento fueron conectados a los controladores de corriente; es decir que el segundo conjunto de equipo de calentamiento situado debajo del crisol refrigerado por agua fue conectado usando el algoritmo de fusión, y el primer conjunto de equipo de calentamiento situado fuera de contacto con el crisol refrigerado por agua lo fue usando el algoritmo para el enfriamiento controlado del lingote multicristalino. Tras haber sido el lingote multicristalino enfriado hasta una temperatura de menos de 250°C, el mismo fue elevado sobre el fondo móvil al interior del dispositivo de descarga.

50 [0046] El fondo móvil situado dentro del espacio de calentamiento del segundo conjunto de equipo de calentamiento, una vez concluido el giro de la plataforma, fue transferido al crisol refrigerado por agua, y los pasos del procedimiento fueron repetidos comenzando por el suministro y el calentamiento inicial de la carga en terrones hasta obtener el lingote siguiente.

60 [0047] Las pruebas del aparato piloto según la invención que se reivindica dieron como resultado una producción media de 18 kg por hora de silicio multicristalino en forma de un lingote con una sección transversal de 337 x 337 mm². Al mismo tiempo quedó establecido que ni la parte superior ni la parte inferior de los lingotes producidos tienen microfisuras de tipo alguno o impurezas adicionales, y las mismas son adecuadas para la producción de placas de

células solares, con la excepción del baño de material fundido residual que cubre la parte superior de cada lingote a lo largo de una longitud de aproximadamente 160 mm. La producción de producto de buena calidad era de un 93% del lingote obtenido.

5 **[0048]** Operaciones experimentales de fusión basadas en el método que se describe en la EP 1754806 usando un dispositivo de separación de grafito permitieron alcanzar una capacidad del equipo de 16,2 kg/h para una materia prima similar y un lingote de unas dimensiones similares con tres operaciones de introducción del dispositivo de separación. Al mismo tiempo, además del baño de material fundido residual fueron desechados aproximadamente de 50 a 70 mm de un lingote debido a microfisuras. Se hallaron impurezas de grafito en la parte inferior de cada lingote. Tales zonas eran
10 de una longitud de hasta 50 mm y fueron desechadas. Como resultado de ello, la producción de producto de buena calidad fue de un 88 por ciento del lingote obtenido.

[0049] La invención que se propone asegura una incrementada producción de silicio multicristalino adecuado para la fabricación de células solares.
15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de producción de lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, que comprende los pasos de cargar y someter a un calentamiento inicial a un material de carga de silicio en terrones en una atmósfera controlada sobre un fondo móvil dentro del espacio de fusión de un crisol refrigerado por agua, crear un baño de silicio fundido y posteriormente fundir y moldear el silicio fundido con la forma del espacio de fusión, cristalizar un lingote de silicio multicristalino y enfriar de manera controlable el lingote de silicio usando un conjunto de equipo de calentamiento, poner fin a los pasos de fusión y moldeo cuando el contenido de impurezas en el silicio fundido llegue a ser crítico, y repetir los pasos del procedimiento comenzando por los pasos de cargar y someter a un calentamiento inicial al material de carga de silicio en terrones, **caracterizado por el hecho de que** al concluir los pasos de fusión y moldeo, el paso de cristalizar la parte restante del lingote de silicio multicristalino es acabado al ser todo el lingote enfriado de manera controlable; al concluir la cristalización el lingote de silicio multicristalino es retirado junto con el fondo móvil y el conjunto de equipo de calentamiento y es sometido a un adicional enfriamiento de manera controlable; y al mismo tiempo otro conjunto de equipo de calentamiento que incluye otro fondo móvil es llevado al espacio que ha quedado vacante; y entonces dicho otro fondo móvil es llevado al interior del crisol refrigerado por agua; y los pasos del procedimiento son repetidos a fin de producir el lingote siguiente.
- 10
- 15
- 20 2. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** la simultánea remoción del lingote de silicio multicristalino con el conjunto de equipo de calentamiento y la aportación de otro conjunto de equipo de calentamiento junto con otro fondo móvil se hace por medio de una rotación de 180 grados.
- 25 3. Aparato para producir lingotes de silicio multicristalino por el método de inducción, que comprende una cámara conectada a una tolva de carga, incluyendo la cámara un crisol refrigerado por agua rodeado por un inductor, un dispositivo para someter a un calentamiento inicial a un material de carga de silicio en terrones, y un fondo móvil con una barra conectada a unos medios de movimiento, así como un compartimento de enfriamiento controlado dispuesto debajo del crisol refrigerado por agua y que incluye un conjunto de equipo de calentamiento, siendo el fondo móvil susceptible de ser desplazado hacia arriba y hacia abajo a lo largo del conjunto de equipo de calentamiento, **caracterizado por** comprender además una plataforma instalada en el compartimento de enfriamiento controlado y capaz de efectuar una rotación en torno al eje donde está montado dicho equipo de calentamiento; y comprendiendo el aparato además al menos un equipo de calentamiento más instalado sobre la plataforma y otro fondo móvil dispuesto en dicho otro equipo de calentamiento junto con una barra conectada a unos adecuados medios de movimiento para ello.
- 30
- 35 4. Aparato según la reivindicación 3, **caracterizado por el hecho de que** contiene dos conjuntos de equipos de calentamiento instalados sobre la plataforma simétricamente en torno a un eje de rotación.

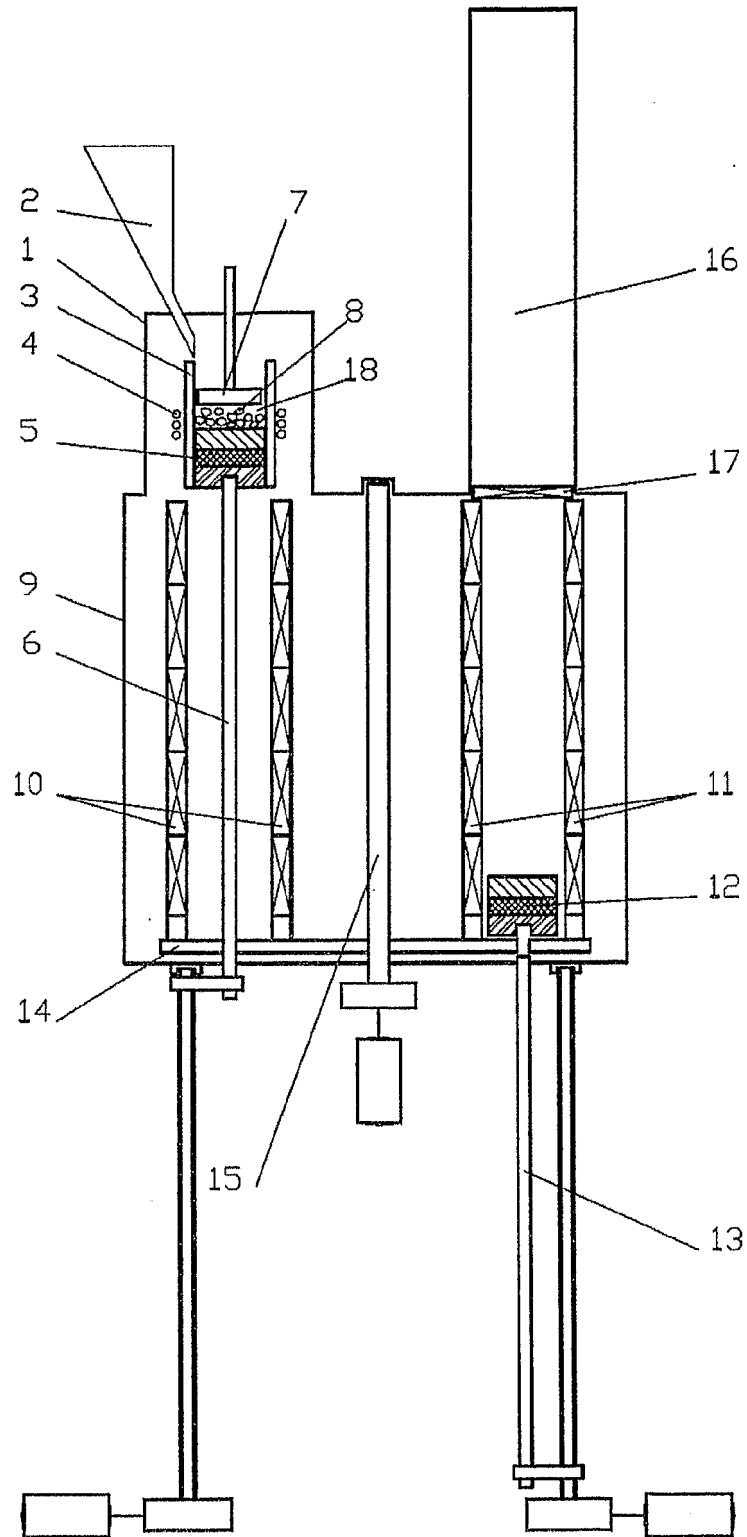


Fig. 1

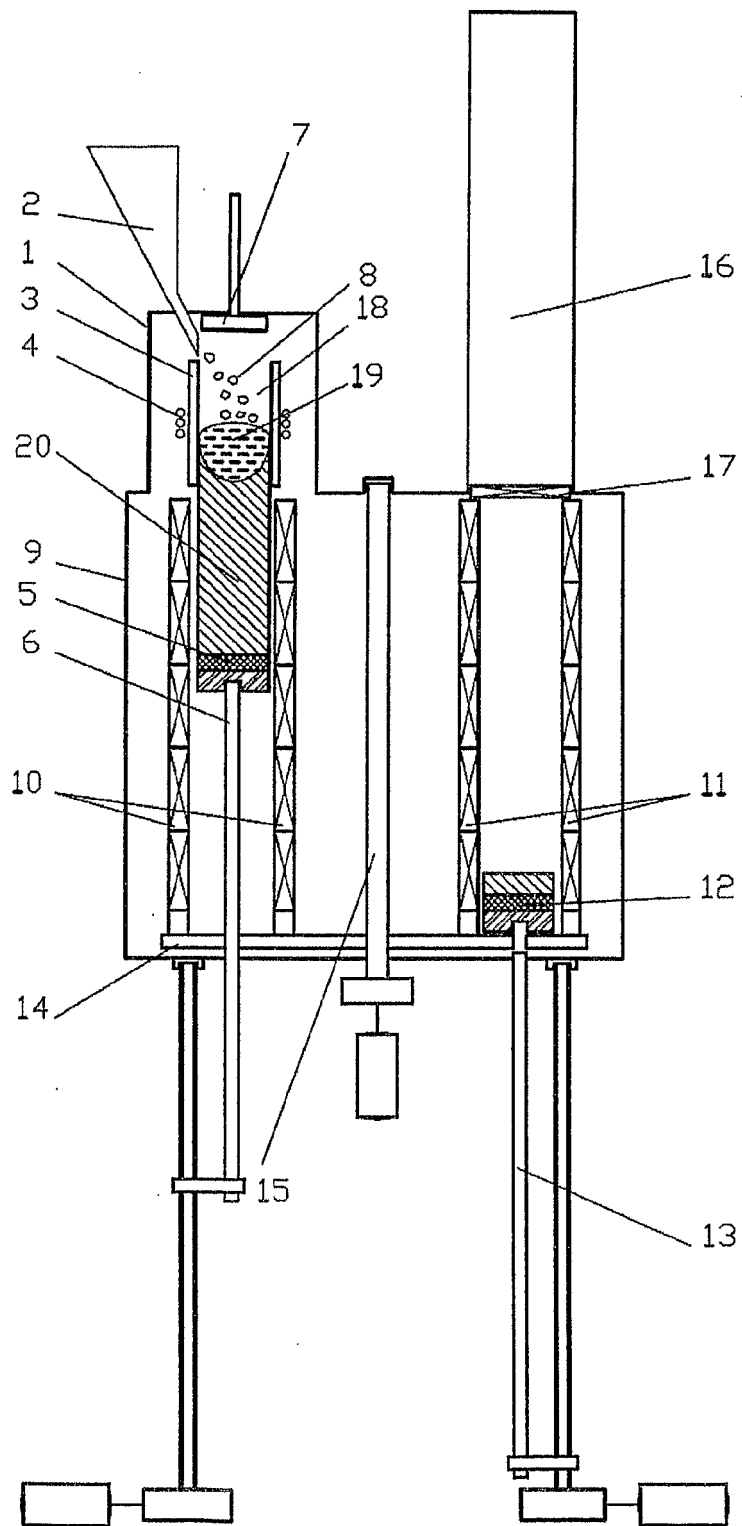


Fig. 2

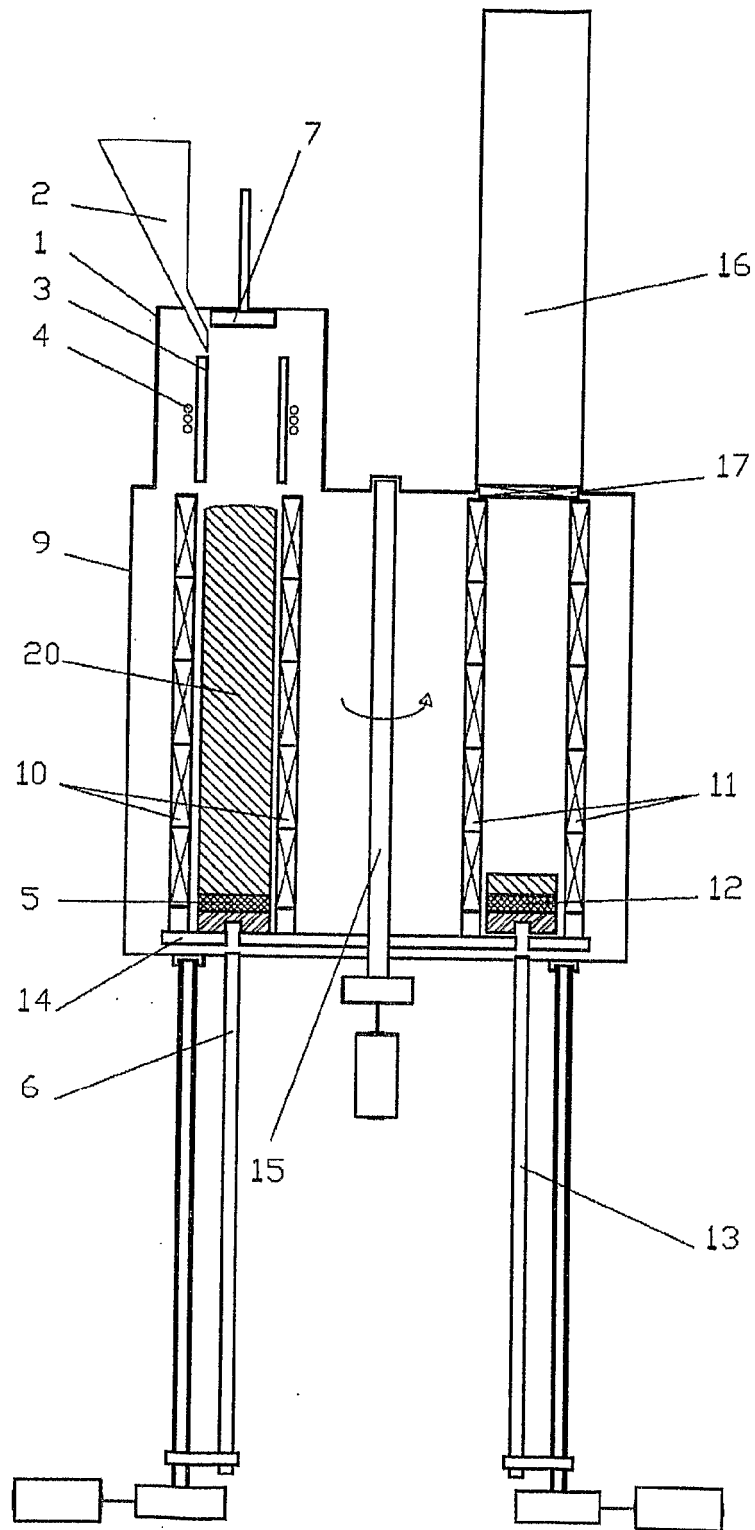


Fig. 3

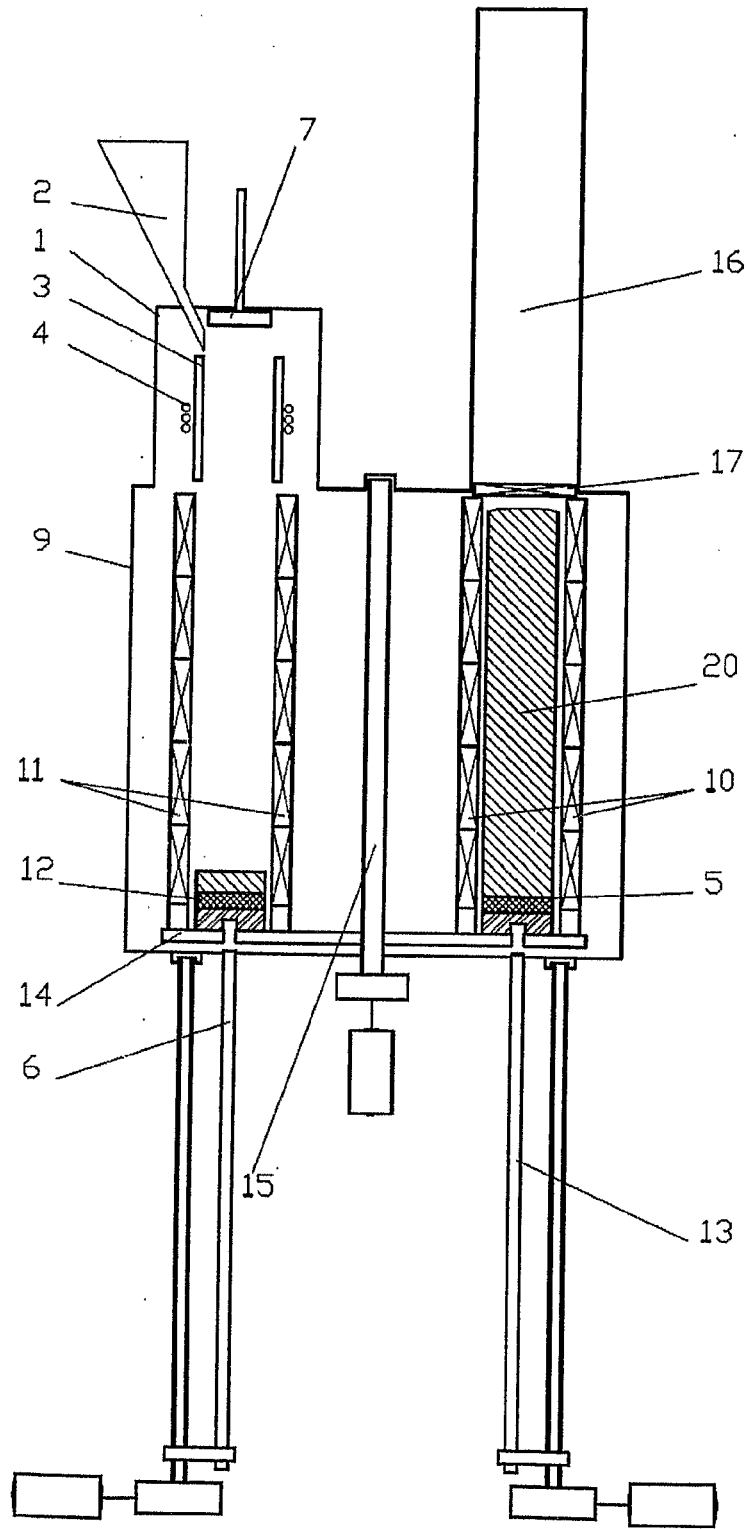


Fig. 4

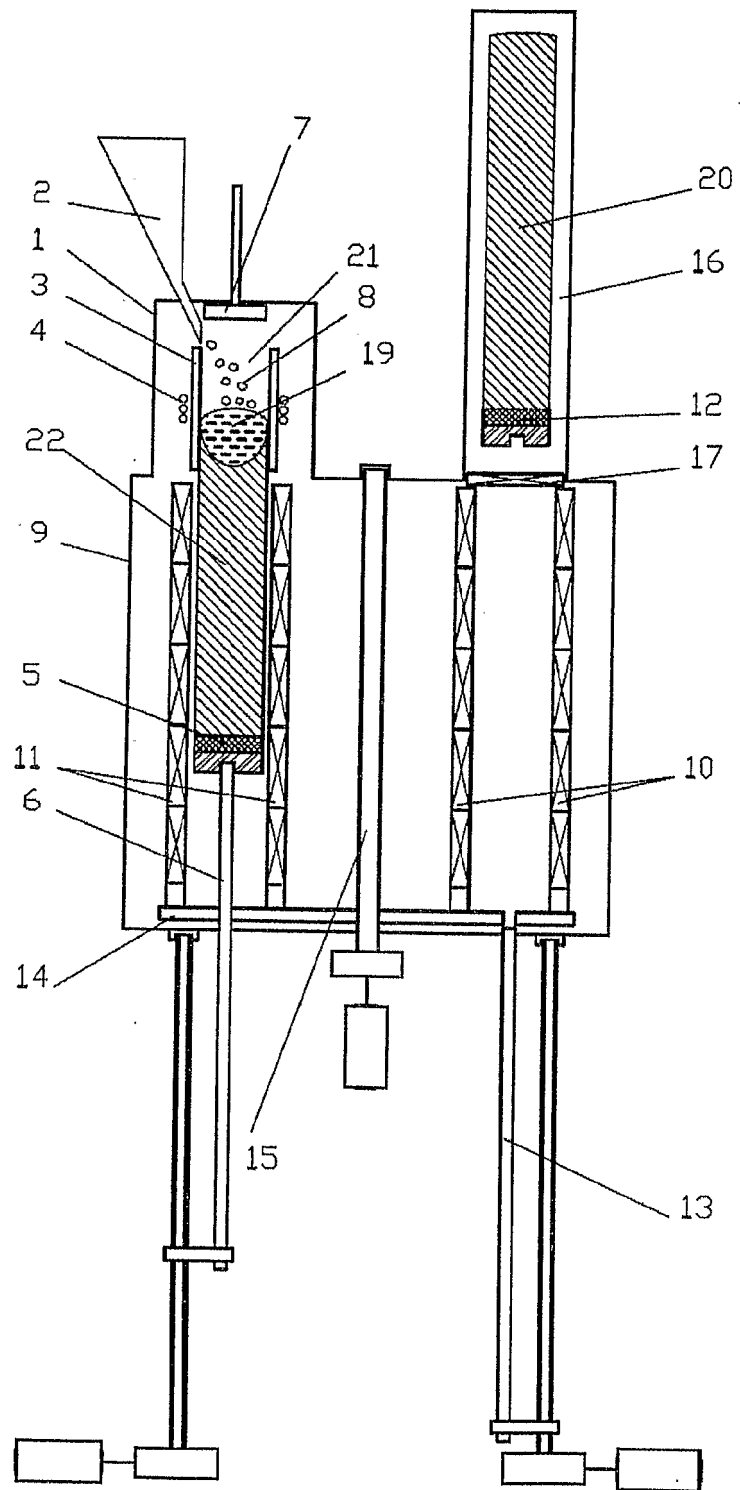


Fig. 5

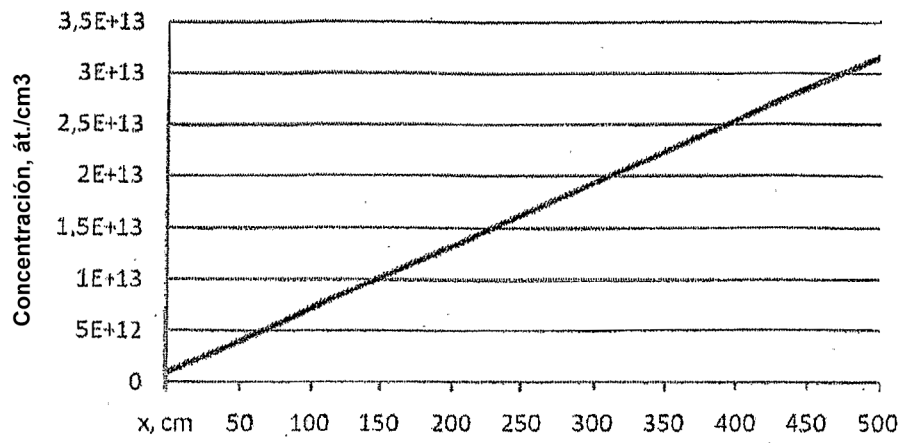


Fig.6