

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 213**

51 Int. Cl.:

C01B 33/02 (2006.01)

B65B 17/00 (2006.01)

B65B 23/00 (2006.01)

B65D 75/00 (2006.01)

B65D 77/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.05.2013** **E 13167980 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.07.2017** **EP 2666750**

54 Título: **Silicio policristalino**

30 Prioridad:

21.05.2012 DE 102012208473

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

11.10.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**VIETZ, MATTHIAS y
PECH, DR. REINER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 637 213 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

La invención se refiere a silicio policristalino.

5 El silicio policristalino, a continuación denominado también polisilicio, sirve, entre otras cosas, como material de partida para la producción de componentes electrónicos y pilas solares.

Éste se obtiene mediante descomposición térmica de un gas que contiene silicio o de una mezcla de gases que contiene silicio. Este proceso se denomina precipitación a partir de la fase de vapor (CVD, chemical vapor deposition).

10 A gran escala, este proceso se realiza en los denominados reactores de Siemens. El polisilicio se produce en este caso en forma de varas. Las varas de polisilicio se desmenuzan generalmente por medio de procedimientos manuales.

Son conocidos una serie de procedimientos mecánicos, en los que la fracción grosera de polisilicio, fragmentada previamente a mano, se desmenuza ulteriormente bajo empleo de trituradores habituales. Se describen procedimientos de triturado mecánicos, a modo de ejemplo, en el documento US 8021483 B2.

15 El documento US 8074905 da a conocer un dispositivo que comprende una instalación de emisión para una fracción gruesa de polisilicio en una instalación trituradora, la instalación trituradora y una instalación de separación para la clasificación de la fracción de polisilicio, caracterizado por que la instalación trituradora está provista de un control que posibilita un ajuste variable de un parámetro de triturado en la instalación trituradora y/o al menos de un parámetro de separación en la instalación de separación.

20 Para aplicaciones en la industria de semiconductores y solar es deseable una fracción de polisilicio lo menos contaminada posible. Para realizar esto se emplean también diversos procedimientos de purificación.

25 El documento US 2010/0001106 A1 describe un procedimiento para la producción de fracción de polisilicio altamente pura clasificada, en el que se desmenuza y se clasifica un polisilicio del procedimiento de Siemens por medio de un dispositivo que comprende herramientas de desmenuzado y un dispositivo de tamizado, y la fracción de polisilicio obtenida de este modo se purifica por medio de un baño de purificación, caracterizado por que las herramientas de desmenuzado y el dispositivo de tamizado poseen generalmente una superficie, que entra en contacto con el polisilicio, constituida por un material que impurifica la fracción de polisilicio solo con aquellas partículas ajenas que se eliminan a continuación de manera selectiva a través del baño de purificación.

30 También se considera contaminación el polvo de silicio adherido a los fragmentos, ya que éste reduce el rendimiento en la cristalización.

35 Por el documento US 2012/0052297 A1 es conocido un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende rotura en fragmentos de silicio policristalino precipitado en un reactor de Siemens, clasificación de los fragmentos en categorías de magnitud de aproximadamente 0,5 mm a más de 45 mm, y tratamiento de los fragmentos por medio de aire a presión o hielo seco, para eliminar polvo de silicio de los fragmentos, efectuándose una purificación química en húmedo.

No obstante, el silicio policristalino se debe envasar tras los pasos de desmenuzado, y la purificación o la eliminación de polvo, llevadas a cabo en caso dado, antes de ser transportado al cliente.

Por consiguiente, en el envasado se debe procurar que éste se efectúe con la menor contaminación posible.

40 Habitualmente se envasa fracción de polisilicio para la industria electrónica en bolsas de 5 kg, con una tolerancia de peso de +/- max. 50 g. Para la industria solar es habitual fracción de polisilicio en bolsas con una pesada de 10 kg y una tolerancia de peso de +/- max. 100 g.

Las máquinas para formar, llenar y sellar bolsas, que son apropiadas en principio para el envasado de fracción de silicio, se encuentran disponibles comercialmente. Se describe una máquina de envasado correspondiente, a modo de ejemplo, en el documento DE 36 40 520 A1.

No obstante, en el caso de fracción de polisilicio se trata de un material apilado de bordes afilados, no susceptible de esparcido, con un peso de fragmentos de silicio aislados de hasta 2500 g. Por lo tanto, en el envasado se debe procurar que el material no obture, o incluso destruya completamente la bolsa de material sintético habitual en el envasado en el peor de los casos.

- 5 Para impedir esto, las máquinas de envasado comerciales se pueden modificar de modo apropiado con el fin del envasado de polisilicio.

10 Por el documento US 7013620 B2 es conocido un dispositivo para el transporte, pesada, porcionado, carga y envasado económico completamente automático de una fracción de polisilicio altamente pura, que comprende un canal vibrador para la fracción de polisilicio, un dispositivo de pesada para al fracción de polisilicio, que está unido a un embudo, chapa deflectora de silicio, un dispositivo de envasado, que forma una bolsa de material sintético a partir de una lámina de material sintético altamente pura, que comprende un desionizador, que impide una carga estática, y con ésta una impurificación de partículas de la lámina de material sintético, un dispositivo de sellado para la bolsa de material sintético cargada con la fracción de polisilicio, una caja de flujo aplicada por encima de canal vibrador, dispositivo de pesada, dispositivo de envasado y dispositivo de sellado, que impide una impurificación de partículas de la fracción de polisilicio, una banda transportadora con un detector inductivo magnéticamente para la bolsa de material sintético sellada, cargada con fracción de polisilicio, estando armados con silicio o revestidos con un material sintético altamente resistente al desgaste todos los componentes que entran en contacto con la fracción de polisilicio.

20 Se ha mostrado que en tales dispositivos se produce frecuentemente una obturación de los fragmentos de silicio en el dispositivo de envasado. Esto es desfavorable, ya que de este modo se llega a tiempos de parada de la máquina incrementados. También se producen perforaciones de la bolsa de material sintético, lo que conduce igualmente a una parada de la instalación y a contaminación de silicio.

25 Además se ha mostrado que, durante el envasado de fragmentos de una determinada categoría de magnitudes, por ejemplo tamaños de fracción de 20 a 60 mm, también se producen partículas de silicio o fragmentos menores indeseables. La proporción de tales partículas indeseables asciende a 17000-23000 ppmw para tales tamaños de fracción.

30 A continuación se deben denominar fracción fina todos los fragmentos o las partículas de silicio que presentan un tamaño tal que se pueden separar por medio de un tamiz con mallas cuadradas de un tamaño de 8 mm x 8 mm. La fracción fina no es deseada por el cliente, ya que ésta influye negativamente en los procesos postventa. Si la fracción fina se separa por el cliente, por ejemplo mediante tamizado, ésto significa un gasto incrementado.

Además del envasado automático de silicio policristalino, como según el documento US 7013620 B2, también entra en consideración un envasado manual de silicio policristalino en bolsas de material sintético. Mediante un envasado manual se puede reducir claramente la fracción fina, para el tamaño de fracción citado anteriormente 20-60 mm, de 17000 ppmw a hasta 1400 ppmw.

- 35 Sin embargo, el envasado manual significa un gasto elevado y costes de personal incrementados. Por lo tanto, no entra en consideración un envasado manual por motivos económicos. Además, sería deseable reducir la fracción fina más de lo realizable mediante envasado manual.

Por lo tanto, la tarea de la invención consistía en envasar automáticamente silicio policristalino, reducir la fracción fina producida en este caso a un nivel extremadamente reducido.

40 La tarea de la invención se soluciona mediante silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos, y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene fragmentos de un tamaño de 20 a 200 mm, caracterizado por que una fracción fina, esto es, una fracción de todos los fragmentos o partículas de silicio que presentan un tamaño tal, que se pueden separar por medio de un tamiz con mallas cuadradas de un tamaño de 8 mm x 8 mm, de silicio policristalino en la bolsa de material sintético asciende a menos de 900 ppmw, preferentemente menos de 300 ppmw, de modo especialmente preferente menos de 10 ppmw.

Preferentemente, tal silicio policristalino comprende fragmentos de un tamaño de 45 a 200 mm, ascendiendo la fracción fina de silicio policristalino en la bolsa de material sintético a menos de 600 ppmw, preferentemente a menos de 10 ppmw.

50 El silicio policristalino comprende preferentemente fragmentos de un tamaño de 90 a 200 mm, ascendiendo la fracción fina de silicio policristalino en la bolsa de material sintético a menos de 500 ppmw, preferentemente a menos de 10 ppmw.

En el ámbito de la invención, la fracción fina de silicio policristalino comprende partículas que se pueden tamizar de los fragmentos contenidos en la bolsa de material sintético por medio de un tamiz con una anchura de malla de 8 mm (mallas cuadradas). La cuantificación de la fracción fina se efectúa mediante gravimetría.

5 Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 10 a 40 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de silicio policristalino con un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente con un tamaño de menos de 9,5 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.

10 Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 4 a 15 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de silicio policristalino con un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente con un tamaño de menos de 3,9 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.

15 Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 1 a 5 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de silicio policristalino con un tamaño de menos de 1 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.

La determinación de la fracción fina de tamaños de fracción \leq BG2 se efectúa mediante un aparato de medida de tamaños de partícula comercial, por ejemplo un Camsizer® de la firma Retsch. Como valor de medida para la fracción fina se recurrió al cuantil 1 % en peso (-10000 ppmw).

20 La tarea de la invención se soluciona mediante un procedimiento para la producción de silicio policristalino, que comprende los siguientes pasos: a) desmenuzando de varas de silicio policristalinas, precipitadas por medio de CVD, en fragmentos; b) separación y clasificación de fragmentos de silicio policristalinos en categorías de magnitud de 20 a un máximo de 200 mm, 45 a un máximo de 200 mm, 90 a un máximo de 200 mm, 10 a 40 mm, 4 a 15 mm o 1 a 5 mm; c) dosificación de fragmentos de silicio policristalinos por medio de una unidad de dosificación; d) envasado de fragmentos de silicio policristalinos, dosificados en una pesada de al menos 5 kg, por medio de una unidad de envasado mediante carga en al menos una bolsa de material sintético; comprendiendo la unidad de dosificación y la
25 unidad de envasado elementos que, durante la dosificación y durante el envasado, permiten una separación de fracción fina, esto es, una fracción de todos los fragmentos o partículas de silicio, que presentan un tamaño tal que se pueden separar por medio de un tamiz con mallas cuadradas de un tamaño de 8 mm x 8 mm, o de partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, o de partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, o de partículas de un tamaño
30 de menos de 1 mm, comprendiendo la unidad de dosificación una resbaladera de fracción fina con este fin, y comprendiendo la unidad de envasado un absorbedor de energía o un depósito de reserva, que posibilita un deslizamiento o desplazamiento de fragmentos de silicio en la bolsa de material sintético, extendiéndose, en el caso de empleo de un absorbedor de energía, la bolsa de material sintético por encima del mismo, y descendiendo la bolsa de material sintético hacia abajo durante el llenado con fragmentos de silicio, de modo que el silicio se resbala
35 en la bolsa de material sintético, y generándose tras el llenado de la bolsa de material sintético una corriente gaseosa dentro de la bolsa, a través de la cual se transportan fuera de la bolsa fracción fina, polvo o partículas de un tamaño de menos de 1 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, que se succionan a continuación con un dispositivo de succión; de modo que, tras el llenado de la bolsa de envasado, en una bolsa de envasado están contenidas las siguientes fracciones finas:
40 categoría de magnitud 20 a 200 mm: fracción fina menor que 900 ppmw; categoría de magnitud 45 a 200 mm: fracción fina menor que 600 ppmw; categoría de magnitud 90 a 200 mm: fracción fina menor que 500 ppmw, categoría de magnitud 10 a 40 mm: partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm en menos de 10000 ppmw; categoría de magnitud 4 a 15 mm: partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm en menos de 10000 ppmw; categoría de magnitud 1 a 5 mm: partículas de un tamaño de menos de 1 mm en menos de 10000 ppmw.

45 La invención parte de fragmentos de silicio de determinadas categorías de magnitud, que se generaron mediante desmenuzamiento de una vara precipitada por medio del proceso de Siemens, y subsiguiente separación y clasificación.

La categoría de magnitud se define como la máxima distancia de dos puntos en la superficie de un fragmento de silicio (= longitud máxima):

ES 2 637 213 T3

Tamaño de fracción 0 [mm]	1 a 5
Tamaño de fracción 1 [mm]	4 a 15
Tamaño de fracción 2 [mm]	10 a 40

Además de las categorías de magnitud mencionadas anteriormente, es igualmente habitual la clasificación y separación de silicio policristalino en los siguientes tamaños de fracción:

Tamaño de fracción 3 [mm]	20 a 60
Tamaño de fracción 4 [mm]	45 a 120
Tamaño de fracción 5 [mm]	90 a 200

- 5 En este caso, al menos un 90 % en peso de la fracción de fragmentos se sitúa dentro de los citados intervalos de tamaño.

Tras separación y clasificación se envasaron los fragmentos. Éstos se pueden haber sometido previamente a un procedimiento de purificación. Alternativamente, los fragmentos pueden estar liberados de polvo.

- 10 Es preferente despolvar y no someter a ninguna purificación química en húmedo los fragmentos de silicio – como se describe en el documento US 2010/0052297 A1 -. La eliminación de polvo se efectúa preferentemente por medio de aire a presión o hielo seco. De este modo se puede eliminar polvo de silicio de los fragmentos. El tratamiento de los fragmentos con aire a presión o hielo seco se debía efectuar a una presión de 1 a 50 bar. El tratamiento de los fragmentos se debía efectuar mediante soplado con aire a presión o hielo seco con una velocidad de circulación de al menos 2 m/s. El tratamiento de los fragmentos con aire a presión o hielo seco se debía efectuar durante 0,01 a 15 2000 segundos.

Antes del envasado, en primer lugar se porciona y se pesa el silicio policristalino.

- 20 Los fragmentos de polisilicio se transportan a través de un canal vibrador y se separa en fragmentos gruesos y finos por medio de al menos un tamiz. Éstos se pesan por medio de una balanza de dosificación y se dosifican sobre un peso objetivo, después se descargan a través de un canal de evacuación, y se transportan para dar una unidad de envasado.

En el caso del tamizado se puede tratar de una placa perforada, una criba de barras, una clasificación optoneumática u otro dispositivo apropiado.

- 25 La unidad de carga está configurada de modo que se eliminan partículas ultrafinas y astillados de polisilicio antes o durante el relleno. Según tamaño de fracción se pueden emplear diferentes tamices. Para tamaños de fracción de 20 a 200 mm se emplean tamices con una amplitud de tamizado de 8 mm. De este modo se puede tamizar la fracción fina.

- 30 Para tamaños de fracción menores de 1 a 40 mm se emplean preferentemente tamices con menores amplitudes de tamizado, de menos de 7 mm, preferentemente de 1 a 4 mm. De este modo se pueden separar partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente menos de 9,5 mm, o partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente menos de 3,9 mm, o partículas de un tamaño de menos de 1 mm.

De modo preferente, el tamiz, al menos uno, y la balanza de dosificación comprenden en sus superficies, al menos parcialmente, un material pobre en contaminación, como por ejemplo un metal duro. Se entiende por metales duros metales duros de carburo sinterizados. Además de los metales duros a base de carburo de wolframio

convencionales, también hay metales duros que contienen preferentemente carburo de titanio y nitruro de titanio como sustancias duras, comprendiendo la fase aglutinante en este caso níquel, cobalto y molibdeno.

5 Al menos las zonas de superficie de tamiz y balanza de dosificación sometidas a esfuerzo mecánico, sensibles al desgaste, comprenden preferentemente metal duro o cerámica/carburos. Preferentemente al menos un tamiz está elaborado completamente a partir de metal duro.

Tamiz y balanza de dosificación pueden estar provistas de un revestimiento parcialmente o en toda su superficie. Como revestimiento se emplea preferente un material, seleccionado a partir del grupo constituido por nitruro de titanio, carburo de titanio, nitruro de aluminio y titanio y DLC (Diamond Like Carbon).

10 El porcionado y la pesada de la fracción de polisilicio se efectúa por medio de una unidad de dosificación que comprende un canal vibrador, apropiado para el transporte de una corriente de producto constituida por fragmentos, al menos un tamiz, apropiado para la separación de la corriente de producto en fragmentos gruesos y finos, un canal de dosificación gruesa para fragmentos gruesos y un canal de dosificación fina para fragmentos finos, una balanza de dosificación para la determinación del peso de dosificación, comprendiendo el tamiz, al menos uno, así como la balanza de dosificación, un metal duro en sus superficies al menos parcialmente.

15 Tal unidad de dosificación sirve para dosificar del modo más exacto posible fragmentos de polisilicio de una determinada categoría de magnitud antes del envasado.

Mediante separación de la corriente de producto en fracción gruesa y fina es posible una dosificación de polisilicio más exacta.

20 La unidad de dosificación comprende preferentemente dos tamices, de modo especialmente preferente cribas de barras.

Fragmentos gruesos, o bien mayores, se transportan en un canal de dosificación gruesa.

Fragmentos finos, o bien menores, se transportan en un canal de dosificación fina.

25 La distribución de tamaños de los fragmentos de polisilicio en la corriente de productos de partida depende, entre otras cosas, del proceso de desmenuzado previo. El tipo de distribución en fragmentos gruesos y finos, así como el tamaño de fragmentos gruesos, o bien finos, dependen del producto final deseado, que se debe dosificar y envasar.

Una distribución de tamaños de fracción típica comprende fragmentos los tamaños 20 a un máximo de 200 mm.

A modo de ejemplo, los fragmentos por debajo de un tamaño determinado se pueden evacuar de la unidad de dosificación por medio de un tamiz, preferentemente una criba de barras, en combinación con un canal de descarga. De este modo se puede lograr que se dosifiquen solo fragmentos de una categoría de magnitud muy determinada.

30 Mediante el transporte de polisilicio en los canales vibradores se producen de nuevo tamaños de producto indeseables. Éstos se pueden eliminar de nuevo, a modo de ejemplo mediante una separación en la balanza de dosificación. A tal efecto, la balanza está equipada con un orificio, un mecanismo de separación intercambiable y una unidad de descarga.

35 Los fragmentos menores descargados se clasifican de nuevo, se dosifican y se envasan o se alimentan a otro empleo en procesos subsiguientes.

Es esencial que la unidad de dosificación comprenda una resbaladera de fracción fina. Ésta puede presentar configuración orientable. Según producto objetivo deseado (distribución de tamaños de fracción), ésta se emplea para tamizar y separar de la corriente de producto fracciones finas para la dosificación fina.

La dosificación de polisilicio a través de ambos canales de dosificación se puede automatizar.

40 La unidad de dosificación posibilita además dividir la corriente de producto de silicio en varios sistemas de dosificación y envasado a través de un canal oscilante regulado, y transportar, por lo tanto, una combinación de varios sistemas de dosificación, que se cargan con un producto de partida y se transportan a diferentes máquinas de envasado tras dosificación y pesada.

El sistema de dosificación contiene mecanismos de separación (tamices), que tamizan tamaños de producto indeseables, menores, y alimentan éstos a los procesos iniciales (tamizado, clasificación).

Tras dosificación, los fragmentos se evacúan a través de un canal de descarga y se transportan a una unidad de envasado.

- 5 La unidad de envasado comprende un dispositivo de envasado, por medio del cual se cargan los fragmentos en una bolsa de material sintético.

10 El dispositivo de envasado contiene preferentemente un absorbedor de energía suspendido, constituido por un material no metálico pobre en contaminación. En este caso, la bolsa de material sintético se extiende sobre el absorbedor de energía. A tal efecto es apropiado, a modo de ejemplo, un robot de brazo articulado. El silicio policristalino se introduce, descendiendo hacia abajo la bolsa de material sintético durante el relleno, de modo que el silicio resbala en la bolsa de material sintético. Mediante la presencia del absorbedor de energía se impide una perforación de la bolsa de material sintético, ya que éste se protege de la fuerte colisión de silicio mediante el absorbedor de energía. Mediante el descenso de la bolsa de material sintético se asegura simultáneamente que no se produzcan atascos en el absorbedor de energía. El descenso de la bolsa de material sintético se efectúa preferentemente por medio de sistemas de ganchos apropiados.

15 Por el documento US2010/154357 A1 es ya conocido el empleo de un absorbedor de energía. Sin embargo, se ha mostrado que, con el procedimiento aquí descrito, no es posible una carga de la bolsa de material sintético pobre en desmenuzado posterior. El descenso de la bolsa de material sintético es esencial para el éxito de la invención.

20 El absorbedor de energía tiene preferentemente la forma de un embudo o cuerpo hueco, por ejemplo de un tubo flexible móvil.

Éste está constituido preferentemente por material textil (por ejemplo tejidos Gore-Tex®-PTFE o tejidos de poliéster/poliamida), materiales sintéticos (por ejemplo PE, PP, PA, o copolímeros de estos materiales sintéticos). De modo especialmente preferente, éste está constituido por un material sintético elástico tipo goma, por ejemplo PU, caucho, goma o acetato de etilvinilo (EVA), con una dureza Shore A entre 30 A y 120 A, preferentemente 70 A.

- 25 Si no se emplea un absorbedor de energía, puede estar previsto un depósito de reserva que presenta un orificio, a través del cual se introduce silicio, extendiéndose una bolsa de material sintético sobre el depósito de reserva tras la carga del depósito de reserva con silicio, y haciéndose girar a continuación el depósito de reserva para que el silicio resbale del depósito de reserva a la bolsa de material sintético.

30 En este caso se carga en primer lugar un depósito de reserva con silicio. Con este fin, el depósito de reserva presenta al menos un orificio, a través del cual se introduce el silicio. Tras el llenado del depósito de reserva se extiende una bolsa de material sintético sobre el lado del depósito de reserva que presenta el orificio, a través del cual se introdujo el silicio. A continuación se hace girar el depósito de reserva junto con la bolsa de material sintético, de modo que el silicio resbala del depósito de reserva a la bolsa de material sintético. A tal efecto, el depósito de reserva se retira, a modo de ejemplo, hacia arriba. También en este caso se pueden evitar perforaciones de la bolsa de material sintético de manera segura, ya que el tramo de caída de silicio para llegar del depósito de reserva a la bolsa de material sintético es prácticamente despreciable.

35 Del mismo modo es posible emplear un depósito de reserva que presente al menos dos orificios, extendiéndose una bolsa de material sintético sobre un lado del depósito de reserva, que comprende uno de al menos dos orificios, introduciéndose silicio en el depósito de reserva a través del segundo de al menos dos orificios, estando dispuesto el depósito de reserva, al menos al comienzo del proceso de llenado, de tal manera que el silicio no entre en contacto primeramente con la bolsa de material sintético durante la carga, sino que se consiga que el silicio resbale a la bolsa de material sintético mediante el descenso de la bolsa de material sintético.

40 En este caso, la bolsa de material sintético se extiende sobre el depósito de reserva ya al comienzo del proceso de llenado. El depósito de reserva presenta al menos dos orificios en este caso. A través de un orificio se introduce silicio. A través del segundo orificio, el silicio se puede deslizar a la bolsa de material sintético. Depósito de reserva y bolsa de material sintético están dispuestos de tal modo, a modo de ejemplo inclinados de tal manera, que en ningún caso el silicio introducido en el depósito de reserva incide inmediatamente sobre la bolsa de material sintético, o bien entra en contacto con la misma. En primer lugar, el silicio entra en contacto con una pared interna del depósito de reserva. En este caso, éste pierde energía cinética y se desliza lentamente a la bolsa de material sintético a través del segundo orificio. Por lo tanto, el depósito de reserva sirve igualmente como un tipo de absorbedor de energía.

45 El depósito de reserva, o bien el absorbedor de energía, comprenden preferentemente una balanza.

Esta balanza está constituida preferentemente por un metal duro, o cerámica o carburos.

La bolsa, preferentemente prefabricada, se extiende sobre el depósito de pesada y se llena mediante giro de la unidad completa.

5 La balanza está realizada preferentemente como tamiz, y se encuentra en un plato del absorbedor de energía, o bien del depósito de reserva.

Preferentemente está previsto un mecanismo vibratorio para poder excluir completamente una obturación y para realizar una mejor separación. Tal mecanismo vibratorio se puede generar, a modo de ejemplo, mediante ultrasonido. Otra forma de realización preferente prevé una balanza con transferencia a un absorbedor de energía.

10 En este caso se extiende la bolsa de material sintético sobre el absorbedor de energía, a continuación se abre la balanza, incluyendo tamiz, a continuación se abre y se cierra un freno de caída, y después se baja la bolsa bajo movimientos ondulatorios y/o vibración.

Como freno de caída sirve preferentemente un dispositivo que se presiona contra la bolsa de material sintético, o bien el absorbedor de energía. De este modo se reduce primeramente, después se libera de manera controlada la sección transversal de la bolsa de material sintético, o bien del absorbedor de energía.

15 De este modo se puede controlar el flujo de producto y se consigue una introducción de silicio en la bolsa prefabricada, en la que apenas se genera fracción fina.

Tras el proceso de llenado se cierra la bolsa de material sintético.

20 No obstante, previamente se genera una corriente de gas dentro de la bolsa de material sintético. Con este fin se puede introducir, a modo de ejemplo, aire a presión en la bolsa de material sintético. La presión del gas introducido para el soplado se sitúa entre 1-10 bar, preferentemente en 5 bar. La introducción de aire a presión se puede efectuar a través de un tubo de insuflado u otro dispositivo apropiado. Preferentemente se introduce un aire filtrado para excluir una contaminación de silicio.

25 En este caso, el gas o el aire debe pasar sin obstáculo por los fragmentos grandes. Éste se introduce preferentemente de modo que describa una trayectoria semicircular sobre un primer flanco de la bolsa, el fondo de la bolsa y un segundo flanco de la bolsa. Con la corriente de gas o aire se transportan polvo y pequeñas partículas fuera de la bolsa. Fuera de la bolsa, de modo preferente directamente por encima del borde de la bolsa se succionan corriente de gas o aire que contiene polvo y partículas por medio de un dispositivo de succión. Según categorías de magnitud de fragmento se puede variar la apertura de la bolsa para ajustar la ranura de soplado de modo apropiado.

30 De este modo se transportan fracción fina o polvo, o partículas de un tamaño de menos de 1 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente menos de 3,9 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente menos de 9,5 mm, fuera de la bolsa.

La bolsa de material sintético está constituida preferentemente por un material sintético altamente puro. En este caso se trata preferentemente de polietileno (PE), tereftalato de polietileno (PET) o polipropileno (PP), o de láminas compuestas.

35 Una lámina compuesta es una lámina de envasado multicapa, a partir de la cual se hacen envases flexibles. Las diferentes capas de lámina se extrusionan o se forran, o bien se laminan habitualmente. Los envases se emplean principalmente en la industria alimentaria.

40 Preferentemente, la bolsa de material sintético se mantiene en la bolsa durante la carga con fracción de polisilicio por medio de al menos dos elementos, y se separa del absorbedor de energía hacia abajo, y se alimenta por medio de estos ganchos a un dispositivo de cierre, preferentemente un dispositivo de sellado, una vez concluido el proceso de carga.

La bolsa de material sintético presenta preferentemente un grosor de 10 a 1000 µm. El cierre de la bolsa de material sintético se puede efectuar, a modo de ejemplo, mediante sellado, pegado, costura o unión positiva. Éste se efectúa preferentemente por medio de sellado.

Para asegurar que en la bolsa de material sintético sellada que contiene polisilicio no se llegue de nuevo a un desmenuzado subsiguiente y a la producción de fracción fina durante el transporte al cliente, es preferente un envasado estabilizante ulterior de la bolsa de material sintético.

5 Con fines de transporte, la bolsa de material sintético se introduce en un depósito de transporte, por ejemplo un gran embalaje, que comprende elementos de separación o cartones. Se ha mostrado especialmente ventajoso prever cartones que estén adaptados a las dimensiones de la bolsa de material sintético que contiene polisilicio. Además, la bolsa de material sintético debía estar envuelta por una lámina con una estructura de refuerzo, o por un elemento conformante. Para estabilizar el envase puede ser ventajoso prever elementos cuneiformes, que se adaptan perfectamente al lado superior y/o a una pared lateral del cartón, y a la bolsa de material sintético que contiene silicio policristalino. Con estas medidas es posible garantizar una fijación de los fragmentos durante el transporte al cliente, de modo que se puede evitar la formación de fracción fina nueva o adicional en la bolsa de material sintético.

Ejemplo

15 Se examinaron bolsas envasadas según la invención y como ejemplos comparativos por medio del procedimiento según el documento US 7013620 B2, así como bolsas envasadas manualmente. Se examinaron respectivamente bolsas con pesadas de 5 kg y 10 kg con diferentes categorías de magnitud de los tamaños de fracción BG0 a BG5.

Para la determinación de la fracción fina de tamaños de fracción 3 a 5 se empleó un tamiz de mallas con mallas cuadradas de 8 x 8 mm, y motores de vibración. La fracción fina tamizada en este caso se cuantificó mediante gravimetría (exactitud de identificación 10 ppmw).

20 Para la determinación de la fracción fina en las categorías de tamaño de fracción 0 a 2 se empleó un aparato de medida de partículas comercial. A modo de ejemplo es apropiado el Camsizer® de la firma RETSCH Technology GmbH. En este caso se caracterizan las partículas aisladas a través de sistemas de cámara. Como unidad de medida para la fracción de partículas finas, en este caso se emplea el cuantil 1 % (en peso).

25 La tabla 1 muestra los resultados para tamaños de fracción 0 a 2. Para tamaño de fracción 0 resulta un valor medio de 1,2106 mm. Esto significa que un 1 % en peso del contenido de la bolsa (fragmentos y partículas menores) presenta un tamaño de partícula menor o igual a 1,21 mm. Expresado de otro modo, esto significa que las partículas de un tamaño de menos de 1 mm constituyen como máximo un 1 % en peso del contenido de la bolsa, es decir, menos de un 1 % en peso del contenido de la bolsa fuera del intervalo de tamaños de fracción de 1 a 5 mm.

30 En comparación con el estado de la técnica, esto significa una clara mejora. Tanto el envase según el documento US 7013620 B2, como también el envase manual, conducen a una fracción de partículas indeseables de más de un 1 % en peso.

Tabla 1

Tamaño de fracción	Envase según US 7013620 B2	Envase manual	Invención
	Cuantil 1 % [mm]	Cuantil 1 % [mm]	Cuantil 1 % [mm]
BG0	0,896	0,985	1,267
BG0	0,975	0,978	1,171
BG0	0,894	0,93	1,237
BG0	0,873	0,857	1,256
BG0	0,934	0,987	1,122
Valor medio	0,9144	0,9474	1,2106

ES 2 637 213 T3

Tamaño de fracción	Envase según US 7013620 B2	Envase manual	Invencción
	Cuantil 1 % [mm]	Cuantil 1 % [mm]	Cuantil 1 % [mm]
BG1	2,88	3,005	3,568
BG1	2,704	2,864	3,765
BG1	2,941	2,989	3,688
BG1	3,062	3,045	3,96
BG1	2,835	2,899	3,428
Valor medio	2,8844	2,9604	3,6818
BG2	5,572	6,254	9,044
BG2	5,921	7,021	9,448
BG2	5,556	6,54	8,282
BG2	5,78	7,131	9,59
BG2	6,217	6,125	8,821
Valor medio	5,8092	6,6142	9,037

La tabla 2 muestra los resultados para tamaños de fracción 3 a 5. También en este caso, la invención conduce a claras mejoras frente al envase manual.

5 En el caso de tamaño de fracción 4, según el envase conforme al documento US 7013620 B2 se produce una fracción fina entre 6400 y 3700 ppmw, en media resultan 5280 ppmw.

Por el contrario, si se envasa manualmente el tamaño de fracción 4, se puede observar una reducción significativa de la fracción fina. Se midieron valores entre 1100 y 1900 ppmw, en media 1460 ppmw.

En el procedimiento según la invención se determinaron valores entre 0 y 900 ppmw, en media 340 ppmw. Un valor se situaba por debajo del límite de identificación de 10 ppmw.

10

ES 2 637 213 T3

Tabla 2

Tamaño de fracción	Envase según US 7013620 B2	Envase manual	Inversión
	Tamiz de 8 mm [ppmw]	Tamiz de 8 mm [ppmw]	Tamiz de 8 mm [ppmw]
BG3	22300	1700	600
BG3	16500	1600	300
BG3	17500	1600	800
BG3	17500	1400	900
BG3	20400	2050	700
Valor medio	18840	1670	660
BG4	3700	1300	500
BG4	5200	1900	600
BG4	6400	1700	400
BG4	6300	1100	200
BG4	4800	1300	< 10
Valor medio	5280	1460	340
BG5	4800	1520	500
BG5	3700	1290	200
BG5	5000	1130	< 10
BG5	3200	1420	300
BG5	2900	1390	100
Valor medio	3920	1350	220

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg, que contiene fragmentos de un tamaño de 20 a 200 mm, caracterizado por que una fracción fina, esto es, una fracción de todos los fragmentos o partículas de silicio que presentan un tamaño tal, que se pueden separar por medio de un tamiz con mallas cuadradas de un tamaño de 8 mm x 8 mm, en la bolsa de material sintético asciende a menos de 900 ppmw, preferentemente menos de 300 ppmw, de modo especialmente preferente menos de 10 ppmw.
- 10 2.- Silicio policristalino según la reivindicación 1, que contiene fragmentos de un tamaño de 45 a 200 mm, caracterizado por que la fracción fina en la bolsa de material sintético asciende a menos de 600 ppmw, preferentemente a menos de 10 ppmw.
- 3.- Silicio policristalino según la reivindicación 2, que contiene fragmentos de un tamaño de 90 a 200 mm, caracterizado por que la fracción fina en la bolsa de material sintético asciende a menos de 500 ppmw, preferentemente a menos de 10 ppmw.
- 15 4.- Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 10 a 40 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 9,5 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.
- 20 5.- Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 4 a 15 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de un tamaño de menos de 3,4 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 3,9 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.
- 25 6.- Silicio policristalino, que se presenta en forma de fragmentos y está envasado en bolsas de material sintético con al menos 5 kg de pesada, que contiene, en al menos un 90 % en peso, fragmentos de un tamaño de 1 a 5 mm, caracterizado por que están contenidas partículas de un tamaño de menos de 1 mm, en menos de 10000 ppmw en la bolsa de material sintético.
- 7.- Procedimiento para la producción de silicio policristalino según las reivindicaciones 1 a 6, que comprende los siguientes pasos:
- 30 a) desmenuzado de varas de silicio policristalinas, precipitadas por medio de CVD, en fragmentos; b) separación y clasificación de fragmentos de silicio policristalinos en categorías de magnitud de 20 a un máximo de 200 mm, 45 a un máximo de 200 mm, 90 a un máximo de 200 mm, 10 a 40 mm, 4 a 15 mm o 1 a 5 mm; c) dosificación de fragmentos de silicio policristalinos por medio de una unidad de dosificación; d) envasado de fragmentos de silicio policristalinos, dosificados en una pesada de al menos 5 kg, por medio de una unidad de envasado mediante carga en al menos una bolsa de material sintético; comprendiendo la unidad de dosificación y la unidad de envasado
- 35 elementos que, durante la dosificación y durante el envasado, permiten una separación de fracción fina, esto es, una fracción de todos los fragmentos o partículas de silicio, que presentan un tamaño tal que se pueden separar por medio de un tamiz con mallas cuadradas de un tamaño de 8 mm x 8 mm, o de partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 9,5 mm, o de partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 3,9 mm, o de partículas de un tamaño de menos de 1 mm, comprendiendo la unidad de dosificación una resbaladera de fracción fina con este fin, y comprendiendo la unidad
- 40 de envasado un absorbedor de energía o un depósito de reserva, que posibilita un deslizamiento o desplazamiento de fragmentos de silicio en la bolsa de material sintético, extendiéndose, en el caso de empleo de un absorbedor de energía, la bolsa de material sintético por encima del mismo, y descendiendo la bolsa de material sintético hacia abajo durante el llenado con fragmentos de silicio, de modo que el silicio se resbala en la bolsa de material sintético, y generándose tras el llenado de la bolsa de material sintético una corriente gaseosa dentro de la bolsa, a través de
- 45 la cual se transportan fuera de la bolsa fracción fina, polvo o partículas de un tamaño de menos de 1 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 3,9 mm, o polvo o partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 9,5 mm, que se succionan a continuación con un dispositivo de succión; de modo que, tras el llenado de la bolsa de envasado, en una bolsa de envasado están contenidas las siguientes fracciones finas: categoría de magnitud 20 a 200 mm:
- 50 fracción fina menor que 900 ppmw; categoría de magnitud 45 a 200 mm: fracción fina menor que 600 ppmw; categoría de magnitud 90 a 200 mm: fracción fina menor que 500 ppmw, categoría de magnitud 10 a 40 mm: partículas de un tamaño de menos de 8,3 mm, preferentemente de un tamaño de menos de 9,5 mm, en menos de 10000 ppmw; categoría de magnitud 4 a 15 mm: partículas de un tamaño de menos de 3,5 mm, preferentemente de

ES 2 637 213 T3

un tamaño de menos de 3,9 mm, en menos de 10000 ppmw; categoría de magnitud 1 a 5 mm: partículas de un tamaño de menos de 1 mm en menos de 10000 ppmw.