

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 667 699**

51 Int. Cl.:

C01B 33/037 (2006.01)

B01J 6/00 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

F27D 1/00 (2006.01)

F27D 1/18 (2006.01)

F27B 14/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.03.2012 PCT/JP2012/056113**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.09.2013 WO13132651**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2012 E 12870741 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 2824071**

54 Título: **Dispositivo de refinado de silicio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.05.2018

73 Titular/es:
SILICIO FERROSOLAR S.L. (100.0%)
Paseo de la Castellana 259 D
28046 Madrid, ES

72 Inventor/es:
KISHIDA, YUTAKA y
DOHNOMAE, HITOSHI

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 667 699 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

Dispositivo de refino de silicio

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un dispositivo de refino de silicio destinado a refinar materiales de silicio metálico baratos con altas concentraciones de impurezas, y producir silicio de alta pureza que puede ser, preferiblemente, utilizado como material en bruto para la producción de células solares, etc.

Antecedentes de la invención

10 La mayor parte del silicio de alta pureza utilizado en la producción de células solares se produce, en el momento presente, utilizando una técnica química de cloro conocida como el denominado método de Siemens. Sin embargo, si bien es posible obtener silicio de una pureza suficientemente elevada utilizado para producir elementos
15 semiconductores, basándose en el método de Siemens, este resulta problemático por cuanto los costes de producción son elevados, se generan residuos de cloruro de silicio considerados gases venenosos en grandes cantidades, se requieren recursos sustanciales con el fin de construir instalaciones de producción, etc. De acuerdo con ello, por lo que respecta a la producción de silicio de alta pureza para su empleo en la producción de células
solares, para las cuales se espera una demanda en aumento en el futuro, el aporte por parte del método de Siemens es limitado.

Por otra parte, por lo que respecta al silicio de alta pureza que se utiliza en la producción de células solares, puesto que no es necesaria una pureza tan elevada para producir elementos semiconductores, se ha desarrollado un
20 procedimiento para producir silicio de alta pureza y barato en grandes cantidades utilizando técnicas metalúrgicas tales como la fusión en vacío, el refino de solidificación, etc.

El procedimiento de producción de silicio de alta pureza basado en estas técnicas metalúrgicas implica un procedimiento de refino de elementos impuros por combinación de procesos subordinados, o subprocesos, metalúrgicos utilizando las diferencias en el comportamiento físico entre los elementos impuros y el silicio, de tal
25 manera que se ha considerado específicamente la aplicación de la fusión en vacío utilizando un subproceso que elimina elementos impuros con presiones de vapor más elevadas que la del Si (silicio), representados por P (fósforo). En lo que sigue de esta memoria, se hace referencia a la eliminación del P por medio de esta fusión en vacío como «eliminación P»; es más, durante esta eliminación P, los elementos impuros diferentes del P y con presiones de vapor más elevadas que la del Si son simultáneamente eliminados.

El dispositivo de refino de silicio que se utiliza para esta fusión en vacío es, básicamente, de una configuración en la cual un crisol destinado a alojar un material de silicio metálico, y un dispositivo de calentamiento tal como un
30 calentador se han dispuesto en una vasija capaz de reducir la presión (una vasija de descompresión), que tiene una bomba de vacío. Por otra parte, un material de silicio metálico que contiene P en una cantidad mayor que varias decenas de ppm [partes por millón] es depositado en el interior de dicho crisol, y este material de silicio metálico es calentando y fundido hasta obtener un gas inactivo o inerte bajo descompresión, lo que hace posible la eliminación
35 de P al mantener el metal fundido de silicio obtenido durante un tiempo constante bajo descompresión y a una temperatura que no es inferior al punto de fusión. La concentración de P en el Si disminuye con el tiempo al ser el P, con una presión de vapor más alta que la del Si, selectivamente vaporizado por esta operación de eliminación del P.

Como dispositivo de refino de Si que se ha venido utilizado hasta el presente en la implementación de la fusión en vacío, se conocen técnicas convencionales tales como la descritas en el Documento de Patente 1, en el Documento
40 de literatura no patente 1, en el Documento de literatura no patente 2, en el Documento de literatura no patente 3, en el Documento de literatura no patente 4, en el Documento de literatura no patente 12, etc. Puesto que el dispositivo de refino de silicio que se utiliza para estas técnicas convencionales tiene una estructura básica en la que se han dispuesto un crisol y un dispositivo de calentamiento general se han dispuesto dentro de una vasija de descompresión, el dispositivo de refino de silicio tiene una configuración de dispositivo barata; sin embargo, el
45 dispositivo de refino de silicio presenta una velocidad de eliminación del P baja; en otras palabras, resulta problemático por cuanto el dispositivo de refino de silicio no es práctico debido a su baja productividad. Es más, por lo que respecta a algunas de las técnicas convencionales antes mencionadas, se ha informado de que la concentración de P en el material de silicio metálico no puede ser refinada hasta aproximadamente 0,05 ppm o menos, tal como es necesario para el silicio de alta pureza que se utiliza en la producción de células solares, lo que
50 lo convierte asimismo en un problema de calidad.

Por otra parte, técnicas convencionales según se describen en el Documento de literatura no patente 5, en el Documento de Patente 2, en el Documento de Patente 3, en el Documento de Patente 4, en el Documento de Patente 5, en el Documento de Patente 6, en el Documento de Patente 7, en el Documento de Patente 8, son también conocidas como métodos de refino de silicio prácticos con elevadas velocidades de eliminación de P y una
55 alta productividad. Sin embargo, como estas técnicas convencionales están basadas en la fusión por haz electrónico, las instalaciones y los costes de instalación se hacen enormes, lo que crea un problema práctico como consecuencia de las pérdidas de instalación. En particular, como se divulga en el Documento de Patente 2 y en el

Documento de Patente 7, basados en el método de utilizar haces de electrones como medio de calentamiento y de fusión, es necesario colocar una pluralidad de crisoles dentro de una vasija de vacío, lo que resulta problemático por cuanto se requieren costes de instalación mayores.

5 Frente a tales antecedentes, se ha sugerido un dispositivo de refino de silicio que es capaz de conseguir una velocidad de eliminación de P suficiente utilizando una configuración de dispositivo comparativamente simple y barata, de tal manera que el dispositivo de refino de silicio comprende: un crisol, dispuesto dentro de una vasija de descompresión, provisto de una bomba de vacío; un dispositivo de calentamiento, situado dentro de la vasija de descompresión; y un condensador de impurezas, provisto de un sistema de enfriamiento así como un dispositivo de elevación y descenso, configurado para condensar y eliminar las impurezas evaporadas de un metal fundido de silicio durante el calentamiento del crisol, que se ha dispuesto sobre una superficie de metal fundido de silicio, dentro de dicho crisol, o en una posición desde la que pueden verse una o las dos partes de la abertura de crisol (Documento de Patente 9).

15 Es más, en el Documento de Patente 10 se ha propuesto un dispositivo de refino de silicio de tal manera que, en el dispositivo de refino de silicio, que tiene un crisol y un dispositivo de calentamiento dentro de una vasija de descompresión provista de una bomba de vacío, por ejemplo, tal como se ilustra en la Figura 8 y en la Figura 9, se proporciona en la parte superior del crisol un miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido, de tal modo que dicho miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido comprende: un miembro de soporte 3, que tiene una parte de soporte 3a conformada con una forma de anillo por una placa plana de grafito con el centro de la misma abierto, y una parte cilíndrica 3b, construida en el borde de la abertura central de esta parte de soporte 3a, de una cierta altura; un material de aislamiento 4, hecho de una fibra tal como un fieltro hecho de carbono, dispuesto sobre la cara superior de la parte de soporte 3a de este miembro de soporte; y una abertura de escape 2, formada por la parte cilíndrica 3b de dicho miembro de soporte 3, con un área de abertura más pequeña que el área de la superficie de metal fundido de silicio existente en dicho crisol; de tal modo que la superficie de metal fundido de silicio es humidificada por este miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido para ser depositada sobre la superficie del metal fundido de silicio, a fin de evitar que partículas de SiC obstruyan la vaporización de las impurezas; y, adicionalmente, en el Documento de Patente 11, en lugar de dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, se propone un dispositivo de refino de silicio, de tal manera que el dispositivo de refino de silicio cubre la abertura de extremo superior de un crisol, en la parte superior del crisol, y tiene una abertura de escape con un área de abertura que es menor que el área de la superficie de metal fundido de silicio, dentro del crisol, de manera que comprende un tapón humidificador en forma de anillo que puede ser intercambiado mientras se está calentando el crisol.

Documentos de la técnica anterior

Documentos de Patente

Documento de Patente 1: La memoria de la Patente de los EE.UU. Nº 4.304.763;
 35 Documento de Patente 2: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1995-315, 827;
 Documento de Patente 3: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1995-309, 614;
 Documento de Patente 4: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1997-309, 716;
 Documento de Patente 5: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1998-167, 716;
 Documento de Patente 6: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1998-182, 130;
 40 Documento de Patente 7: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 1999-209, 195;
 Documento de Patente 8: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 2000-247, 623;
 Documento de Patente 9: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 2005-231, 956;
 Documento de Patente 10: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 2006-232, 658;
 Documento de Patente 11: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 2012-025, 646;
 45 Documento de Patente 12: Publicación de Solicitud de Patente japonesa sin examinar Nº 2010-254534;
 Documento de Patente 13: Publicación de Solicitud de Patente Internacional Nº WO 2011/106580 A2.

Documentos de literatura no patente

Documento de literatura no patente 1: Suzuki et al., Journal of the Japan Institute of Metals and Materials (Revista del Instituto Japonés de Metales y Materiales), febrero de 1990, Vol. 54, segunda edición, págs. 161 a 167;
 50 Documento de literatura no patente 2: Ikeda et al., IISJ International, 1992, Vol. 32, Nº 5, págs. 635-642;
 Documento de literatura no patente 3: Yushita et al., Journal of the Japan Institute of Metals and Materials, octubre de 1997, Vol. 61, décima edición, págs. 1086 a 1093;
 Documento de literatura no patente 4: Morita, Metal, AGNE Gijutsu Center Inc., 1999, Vol. 69, undécima edición, pág. 949;
 55 Documento de literatura no patente 5: Photovoltaic Power Generation Technology Research Association (Asociación de Investigación Tecnológica para la Generación de Energía Fotovoltaica), Energy and Industrial Technology Development Organization (Organización para el Desarrollo de la Tecnología Energética e Industrial) en 1998,

Research and study on analysis of the practical use of technology for producing solar cell silicon materials (Investigación y estudio sobre el análisis del uso práctico de la tecnología para producir materiales de silicio para células solares), marzo de 1999, pág. 81.

Compendio de la invención

5 Problema que ha de ser resuelto por la invención

Si bien el dispositivo de refinado de silicio que implementa el condensador de impurezas descrito en el Documento de Patente 9 hace posible una velocidad suficiente de la eliminación de P en virtud de una configuración del dispositivo comparativamente simple y barata, es necesario un condensador de impurezas provisto de un sistema de enfriamiento, conjuntamente con un dispositivo de elevación y descenso, con margen de mejora en términos de costes de configuración.

Es más, a diferencia del caso del Documento de Patente 9, el dispositivo de refinado de silicio que pone en práctica el miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido descrito en el Documento de Patente 10, resuelve suficientemente los problemas de la técnica convencional hasta el presente; sin embargo, para el caso en que el procedimiento de eliminación de P se haya llevado a cabo durante un largo tiempo por fusión en vacío, se han puesto de manifiesto los nuevos problemas operativos siguientes.

Concretamente, por el procedimiento de eliminación de P por fusión en vacío, una cantidad sustancial de P es evaporada desde la superficie de metal fundido de silicio, conjuntamente con las impurezas, ya que el vapor de Si pasa a través de la abertura de un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido de forma discoidal, dispuesto en la parte superior del crisol; sin embargo, el vapor de Si se acumula parcialmente como una parte de condensación, con una alta temperatura que es mayor que el punto de fusión del Si, en la parte superior, en la dirección del espesor de este miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, cuando el vapor de Si pasa a su través. Sin embargo, este miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido se forma normalmente por un material de aislamiento hecho de una fibra tal como fieltro hecho de carbono, lo que permite que el Si en un estado fundido penetre en las profundidades del material de aislamiento debido a la tensión superficial en la región en la que se produce la condensación, y este solo se detiene cuando llega a una posición con una temperatura más baja que el punto de fusión del silicio. Una vez que el Si ha penetrado en las profundidades del material de aislamiento, el efecto de aislamiento térmico del material aislante en esa posición se pierde, lo que hace que la temperatura de la parte periférica se incremente hasta ser más elevada que el punto de fusión, y ello conduce a la penetración adicional del vapor de Si. En otras palabras, una vez que el vapor de Si penetra en el material de aislamiento, el Si que se funde como consecuencia de la condensación penetra a través del material de aislamiento. De acuerdo con ello, considerando las múltiples operaciones que tienen lugar a lo largo de un tiempo prolongado, la función de los materiales de aislamiento hechos de fibra como material aislante se ve en gran medida impedida debido a la infiltración del Si. Resulta evidente que el material de aislamiento puede ser protegido, por ejemplo, por medio de un anillo de grafito; sin embargo, incluso en tal caso, el Si vaporizado que entra en el material de aislamiento a través de intersticios existentes entre los miembros, pequeños intersticios tales como grietas, debidos al deterioro de los miembros, etc., se funde para penetrar a través del material de aislamiento como resultado de la tensión superficial. De esta forma, cuando la función del material de aislamiento se pierde como consecuencia de la infiltración de Si, la temperatura superficial del metal fundido de silicio dentro del crisol, durante la operación, se hace descender, se deposita SiC sobre la superficie, y la superficie del metal fundido de silicio se recubre de SiC, lo que impide en gran medida el efecto de eliminación de P.

Además, si bien el dispositivo de refinado de silicio descrito en el Documento de Patente 11, el cual lleva a la práctica un tapón de humidificación en forma de anillo que puede ser intercambiado mientras se está calentando el crisol, resulta ventajoso por cuanto presenta una elevada velocidad de eliminación de P y, por tanto, una alta productividad, puede llevarse a cabo un tratamiento de eliminación de P múltiple durante un largo tiempo, y la configuración del dispositivo es comparativamente simple también, y, mientras se calienta el crisol, son necesarios un lugar de almacenamiento para intercambiar el tapón de humidificación en forma de anillo y un dispositivo de elevación y descenso, conjuntamente con la provisión de una cámara de escape de repuesto para el intercambio del tapón de humidificación sin romper el vacío del interior de una vasija de descompresión, con margen de mejora por lo que respecta a los costes de configuración.

En consecuencia, como resultado de una extensa investigación encaminada al desarrollo de un dispositivo de refinado de silicio para uso en la producción de silicio de alta pureza con vistas a la producción de células solares, para la que es de esperar una demanda en aumento en el futuro, por fusión en vacío, de manera que dicho dispositivo de refinado de silicio tenga una velocidad de eliminación de P elevada y, por tanto, una alta productividad, además de ser capaz de llevar a efecto un tratamiento de eliminación de P múltiple durante un tiempo prolongado, y ser un dispositivo práctico en términos de costes, los presentes inventores concluyeron que el problema convencional del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido en el que el tratamiento de eliminación de P durante un tiempo prolongado se hace difícil a medida que el Si penetra en el material de aislamiento estratificado e impide la función de aislamiento térmico, puede ser solventado empleando un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido que comprende un material de aislamiento estratificado que tiene una estructura de múltiples capas en la que tres o más láminas son estratificadas a intervalos predeterminados unas de otras, además de exhibir una

función de aislamiento térmico radiante, con lo que se completa la presente invención.

De acuerdo con ello, el propósito de la presente invención es proporcionar un dispositivo de refino de silicio al vacío que pueda ser, preferiblemente, utilizado a la hora de producir industrialmente silicio de alta pureza basándose en un método de refino de silicio por fusión, de tal manera que dicho dispositivo de refino de silicio tenga una elevada velocidad de eliminación de P y una alta productividad, además de ser un dispositivo práctico en cuanto a costes y con una configuración de dispositivo simple y barata.

Medios para resolver el problema

A la luz de los problemas antes descritos, se ha creado la presente invención con las siguientes configuraciones:

(1) Un dispositivo de refino de silicio que comprende, dentro de una vasija de descompresión provista de una bomba de vacío: un crisol con una abertura en el extremo superior, que contiene un material de silicio metálico; un dispositivo de calentamiento, que calienta el crisol; y un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, dispuesto sobre la parte superior de dicho crisol con el fin de cubrir la parte superior del metal fundido de silicio, y que tiene una abertura de escape con un área de abertura que es más pequeña que el área de la superficie de metal fundido de silicio, de tal manera que el miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende un material de aislamiento estratificado con una estructura de múltiples capas en la que tres o más láminas se estratifican a intervalos de 3 mm o más unas de otras, y que exhibe una función de aislamiento de calor radiante basada en la estructura de múltiples capas.

(2) El dispositivo de refino de silicio descrito en el epígrafe (1), en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende láminas de dicho material de aislamiento estratificado para formar la estructura de múltiples capas, de tal manera que las láminas se encuentran, respectivamente, separadas a intervalos de 3 mm.

(3) El dispositivo de refino de silicio descrito en el epígrafe (1) o en el (2), en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende láminas que están formadas, respectivamente, por un material laminar hecho de un material compuesto de fibra de carbono.

(4) El dispositivo de refino de silicio descrito en uno cualquiera de los epígrafes (1) a (3), en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido se ha conformado con una forma de anillo, con una abertura de escape en el centro del mismo.

(5) El dispositivo de refino de silicio descrito en el epígrafe (4), en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende una parte periférica que está dispuesta de forma desprendible en la parte superior de dicho crisol.

De acuerdo con la presente invención, se requiere que un material de aislamiento estratificado de un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido se forme como una estructura de múltiples capas en la que al menos tres, o más, láminas se estratifican a intervalos predeterminados unas con respecto a otras, preferiblemente de cinco a doce láminas. Si el número de láminas es menor que tres, en ocasiones el comportamiento del aislamiento térmico se vuelve insuficiente; es más, incluso si el número de láminas se incrementa de manera que sea mayor que 12, los costes que se ahorran por el incremento del efecto de aislamiento térmico se ven contrarrestados como consecuencia del aumento en coste de los miembros. Aquí, por lo que respecta al número de láminas, como es generalmente conocido, debido a que el flujo de calor radiante se reduce a aproximadamente $\frac{1}{2}$ para cada tablero adicional y la capacidad de aislamiento térmico necesitada en la práctica es menor que $\frac{1}{10}$ del flujo de calor radiante desde la superficie del metal fundido de silicio, se necesitan en total al menos cuatro láminas; sin embargo, como el miembro de soporte también contribuye a la capacidad de aislamiento térmico, son necesarias al menos tres láminas para configurar un material de aislamiento estratificado que exhiba la función de apantallamiento del calor radiante necesaria. Si bien el flujo de calor radiante puede ser reducido hasta aproximadamente $\frac{1}{8.000}$ utilizando doce láminas, si el número de láminas se incrementa en cualquier medida adicional, en términos de la velocidad de flujo de calor desde el lado del nivel de fluido del crisol hasta el lado del techo de un horno, la velocidad de flujo del calor a través del miembro de soporte, etc., por conducción de calor, se hace más grande que aquella con la que se traspasa el material de aislamiento, lo va en detrimento de cualquier aumento en el número de láminas.

Además, por lo que respecta al material de aislamiento estratificado de dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, los intervalos entre las respectivas láminas que configuran la estructura de múltiples capas son de 3 mm o más, preferiblemente, de 4 mm o más; de tal manera que, si no se garantizan intervalos de 3 mm y por encima de este valor, el metal fundido de silicio formado por condensación a partir de este, sobre este material de aislamiento estratificado, entra en los intervalos entre las láminas respectivas por la acción capilar, y, como resultado de ello, existe la preocupación de que estos intervalos entre las respectivas láminas puedan quedar bloqueados y perder su función de apantallamiento del calor radiante basada en la estructura de múltiples capas.

Es más, por lo que respecta a cada lámina empleada para formar el material de aislamiento estratificado de dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, si bien puede utilizarse cualquier metal de punto de

fusión elevado, tal como titanio, molibdeno, tungsteno, etc., como material para la misma, en lo que respecta a la prevención de impurezas además de costes de material elevados, el material de la misma es, preferiblemente, un material laminar de compuesto de fibra de carbono, generalmente, con un espesor comprendido entre 0,5 mm y 10 mm. Si el espesor de la lámina es menor que 0,5 mm, se hace difícil obtener una placa densa con una función de
 5 apantallamiento de la radiación suficiente; por otra parte, el coste de material para miembros con un grosor mayor que 10 mm se hace más grande, ya que la fabricación de los mismos es difícil.

De acuerdo con la presente invención, dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido puede haberse conformado con una forma de anillo, con una abertura de escape en el centro del mismo; es más, dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido puede haberse formado con una configuración
 10 provista de tres o más patas destinadas a ser fijadas o montadas sobre la parte periférica superior del crisol, y de manera que tiene una abertura de escape conformada con una forma discoidal que es más pequeña que el diámetro interior del crisol, con una pluralidad de hendiduras separadas por respectivas patas situadas entre la parte periférica y el diámetro interior del crisol. Por lo que respecta al miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido conformado con forma de anillo, la parte periférica del mismo puede ser fijada sobre la parte superior del crisol, o
 15 bien puede disponerse de forma desprendible. De manera adicional, el tamaño de la abertura de escape formada en el miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido es del 3% al 20% del tamaño del área de la superficie de metal fundido de silicio.

Por otra parte, de acuerdo con la presente invención, para el caso de que el miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido en forma de anillo se haya dispuesto de forma desprendible sobre la parte superior del
 20 crisol, al proporcionarse un espacio de almacenamiento, un dispositivo de elevación y descenso, una cámara de escape de repuesto, etc. al dispositivo de refinado de silicio, como es necesario, este miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido puede ser configurado de un modo tal, que puede ser intercambiado mientras se calienta el crisol.

Efectos de la invención

De acuerdo con el dispositivo de refinado de silicio de la presente invención, empleado en la producción industrial de silicio de alta pureza basada en el método de refinado de silicio por fusión en vacío, pueden repetirse múltiples procedimientos de eliminación de P durante un largo tiempo, y es posible mantener una elevada velocidad de
 25 eliminación de P al inhibir la generación de sustancias flotantes de partículas de SiC sobre la superficie de metal fundido de silicio, durante este tiempo, tanto como sea posible, lo que permite la producción de silicio de alta pureza con una elevada productividad. Por otra parte, el dispositivo de refinado de silicio de la presente invención es un
 30 dispositivo práctico en cuanto a costes, con una configuración de dispositivo simple y barata, lo cual es muy importante a la hora de proporcionar silicio de alta pureza de empleo en la producción de células solares, para las que se espera una demanda en aumento en el futuro.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una vista explicativa que ilustra el concepto del primer aspecto de un dispositivo de refinado de silicio de acuerdo con la presente invención.

La Figura 2 incluye una vista en planta explicativa (a) que ilustra la Realización 1 de un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido que se emplea por un dispositivo de refinado de silicio de acuerdo con la presente invención, conjuntamente con una vista en corte transversal (b) tomado a lo largo de línea B-B de la
 40 misma.

La Figura 3 es una vista en perspectiva explicativa que ilustra un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido de la Figura 2.

La Figura 4 es una vista explicativa parcial, en corte transversal y ampliada, de una vista en corte transversal (b) tomado a lo largo de la línea B-B de la Figura 2.

La Figura 5 es una vista explicativa parcial, en corte transversal y ampliada similar a la Figura 4, que ilustra la Realización 2 de un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido empleado por un dispositivo de refinado de silicio de acuerdo con la presente invención.

La Figura 6 es una vista explicativa parcial, en corte transversal y ampliada similar a la Figura 4, que ilustra la Realización 3 de un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido empleado por un dispositivo de
 50 refinado de silicio de acuerdo con la presente invención.

La Figura 7 es una vista explicativa que ilustra el concepto del segundo aspecto de un dispositivo de refinado de silicio de acuerdo con la presente invención.

La Figura 8 incluye una vista explicativa en planta (a) similar a la Figura 2, que ilustra un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido empleado por un dispositivo de refinado de silicio convencional, conjuntamente con una vista en corte transversal (b) tomado a lo largo de la línea A-A de la misma.

La Figura 9 es una vista explicativa parcial, en corte transversal y ampliada de una vista en corte transversal (b) tomado a lo largo de la línea A-A de la Figura 8.

Modo de llevar a cabo la invención

Primer aspecto del dispositivo de refino de silicio

5 Como se ilustra en la Figura 1, el primer aspecto del dispositivo de refino de silicio de acuerdo con la presente invención comprende, básicamente, dentro de una vasija de descompresión 5 provista de una bomba de vacío 6: un crisol 7, con una abertura en el extremo superior que contiene un material de silicio metálico; un dispositivo de calentamiento 8, que calienta el crisol 7; y un miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido, dispuesto sobre la parte superior de dicho crisol 7 para cubrir la parte superior de este metal fundido de silicio 9, y
 10 que tiene una abertura de escape 2 con un área de abertura que es más pequeña que el área de la superficie de metal fundido de silicio del metal fundido de silicio 9; de tal manera que el dispositivo de refino de silicio aumenta la pureza del material al evaporar las impurezas contenidas en este metal fundido de silicio, a partir del material de silicio metálico (metal fundido de silicio), fundido utilizando un vacío. Aquí, el refino, en la presente invención, se refiere principalmente a la eliminación de P; sin embargo, este también incluye la eliminación de elementos distintos del P y con presiones de vapor más altas que la del Si, por ejemplo, Al, As, Sb, Li, Mg, Zn, Na, Ca, Ni, Ge, Cu, Sn, Ag, In, Mn, Pb, Tl, etc.

En el dispositivo de refino de silicio de la presente invención, como la bomba de vacío 6 reduce suficientemente la presión dentro de la vasija de descompresión 5 a 500 Pa o menos, tan solo se requiere una única bomba rotatoria obturada por aceite; sin embargo, puede proporcionarse una bomba de refuerzo mecánica de acuerdo con el tamaño de la vasija de descompresión 5, y, además, en caso de que se proporcionen una bomba de difusión de aceite y una bomba turbomolecular, el tiempo de duración del vacío y el tiempo de eliminación del P pueden ser adicionalmente acortados.
 20

Es más, el crisol 7 puede ser capaz de soportar elevadas temperaturas y condiciones de gran vacío sin reaccionar con el silicio bajo estas condiciones, de manera que el crisol está, preferiblemente, hecho de grafito de alta densidad que no genera gas de reacción con silicio, considerado como óptimo. Puesto que un crisol de cuarzo reacciona con el silicio bajo un vacío elevado para generar gas de SiO (monóxido de silicio), este resulta problemático por cuanto no es posible mantener un vacío elevado y el metal de silicio fundido provoca ebullición violenta debido al gas de hinchamiento, lo que hace los crisoles de cuarzo inadecuados para la fusión en vacío en el refino de silicio.
 25

Es más, puede aplicarse cualquier dispositivo de calentamiento 8, siempre y cuando pueda ser calentado hasta el punto de fusión del silicio o aún más; dicho esto, el sistema de calentamiento de calentador es el más simple, por cuanto permite la aplicación de una tensión eléctrica a un elemento de calentamiento hecho de grafito, etc., y al crisol de calentamiento 7, conjuntamente con el metal fundido de silicio 9, por calentamiento por efecto Joule. Un sistema de calentamiento por inducción que calienta el metal fundido de silicio 9 por medio del crisol de calentamiento 7, a través de una corriente de inducción, con una bobina de inducción dispuesta por fuera del crisol 7, hecha de grafito, etc., es también un sistema de calentamiento de bajo coste que puede ser preferiblemente utilizado. Ambos dispositivos de calentamiento constituyen sistemas de calentamiento simples y de uso generalizado para fundir metal.
 30
 35

Realización 1 del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido

De acuerdo con el dispositivo de refino de silicio de la presente invención, por ejemplo, se utiliza la Realización 1, ilustrada en las Figuras 2 a 4, como miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido.
 40

El miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido de acuerdo con la Realización 1 comprende un miembro de soporte 3 que tiene una parte de soporte 3a, conformada con la forma de un anillo por medio de una placa plana de grafito cuyo centro está abierto, y una parte cilíndrica 3b, construida en el borde de la abertura central de esta parte de soporte 3a, de una cierta altura, y el material de aislamiento estratificado 10 de una estructura de múltiples capas estratificadas sobre la superficie superior de la parte de soporte 3a de este miembro de soporte 3, que se mantiene con espacios de separación o intersticios de tamaños específicos.
 45

De manera subsiguiente, se forma el material de aislamiento estratificado 10 como una estructura de múltiples capas en la que la parte de soporte 3a y cinco láminas 10a de aproximadamente la misma forma son cortadas de un material laminar de compuesto de fibra de carbono con un espesor de aproximadamente 1 mm, estas láminas respectivas 10a son estratificadas con el uso de un separador de grafito 10b con un espesor de 4 mm, de manera que se forman, respectivamente, intersticios de 4 mm entre la parte de soporte 3a y estas cinco láminas 10a.
 50

Aquí, el material del miembro de soporte 3 está hecho, preferiblemente, de grafito denso, en cuyo seno difícilmente penetra el vapor de silicio (vapor de Si) evaporado desde un metal fundido de silicio al calentar un crisol; la parte de soporte 3a y la parte cilíndrica 3b están, de preferencia, densamente unidas, por ejemplo, al haberse combinado en una estructura de casamata con el fin de impedir la penetración de tanto vapor de Si como sea posible; y, según sea necesario, la parte de soporte 3a y la parte cilíndrica 3b pueden haberse configurado como un único cuerpo recortado de un único material de base de grafito.
 55

De acuerdo con esta Realización 1, dicho separador 10b, con un área superficial mínima, puede ser insertado de un modo tal, que estas láminas 10a respectivas pueden ser fijadas de forma estable entre láminas 10a respectivas. Específicamente, pueden utilizarse tuercas de norma M8, etc., hechas de grafito comercial con un espesor de 4 mm x una longitud de lado de 12 mm. Es más, entre el miembro de soporte 3 y el material de aislamiento estratificado 10 que configuran el miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido, a fin de tratar fácilmente este miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido, tal como se ilustra en la Figura 2(a), se construyen unos pernos de material compuesto de carbono 11 en ocho posiciones del miembro de soporte 3, tal y como se ilustra en la Figura 4, al tiempo que las láminas 10a y los separadores 10b respectivos son unidos por roscado mediante los pernos 11, de manera que se integren al quedar fijados por medio de una tuerca de material compuesto de fibra de carbono 12. Si bien es suficiente con que estas láminas respectivas sean unidas por roscado mediante un perno en tres o más posiciones, el hecho de aumentar el número de los mismos permite disponer las láminas de forma estable, lo que hace posible garantizar de forma estable los intervalos entre las láminas respectivas.

Realización 2 del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido

La Figura 5 ilustra el miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido de acuerdo con la Realización 2, en la cual, en contraste con la Realización 1 antes mencionada y que se ilustra en las Figuras 2 a 4, el miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido comprende una lámina 10a y un separador 10b que se han formado integralmente para configurar el material de aislamiento estratificado 10, de tal manera que se ha proporcionado una arandela de material compuesto de fibra de carbono 13 entre la tuerca 2 y la lámina 10a más superior.

La Figura 6 ilustra un miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido de acuerdo con la Realización 3; en ella, en contraste con la Realización 1 antes mencionada e ilustrada en las Figuras 2 a 4, el miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido comprende un material de aislamiento estratificado 10 que está formado por cinco láminas 10a, ocho separadores 10b, y se monta un material de superficie hecho de molibdeno 14 y con un espesor de 0,1 mm, de manera que cubre la superficie superior de la lámina 10a situada más arriba, formada de un material de grafito de alta densidad en cuyo seno difícilmente penetra vapor de Si, conjuntamente con el miembro superior 3, lo que impide en la medida de lo posible la penetración de vapor de Si desde el lado de superficie superior del material de aislamiento estratificado 10.

Segundo aspecto del dispositivo de refino de silicio

La Figura 7 ilustra el segundo aspecto del dispositivo de refino de silicio de acuerdo con la presente invención. Este dispositivo de refino de silicio, en contraste con el primer aspecto del dispositivo de refino de silicio antes mencionado, comprende una abertura central 15 con un área de abertura que es más pequeña que el área superficial del metal fundido de silicio 9 del crisol 7 situado en el interior de la vasija de descompresión 5, que está provista de una bomba de vacío 6, además del crisol 7 y de un dispositivo de calentamiento 8, un primer miembro de aislamiento térmico 1a de superficie de metal fundido, con forma de anillo y fijado al borde de abertura de extremo superior del crisol 7, similarmente a, por ejemplo, la Realización 1 antes mencionada de la presente invención, y una abertura de escape 2, con un área de abertura más pequeña que el área superficial de la abertura central 15 del primer miembro de aislamiento térmico 1a de superficie de metal fundido, de tal manera que dicho dispositivo de refino de silicio está provisto de una pluralidad de segundos miembros de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido, en forma de anillo, montados de forma desprendible en el borde de abertura de la abertura central 15 del primer miembro de aislamiento térmico 1a de superficie de metal fundido, conjuntamente con un espacio de almacenamiento 16 para almacenar temporalmente el segundo miembro de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido cuando no está en uso, antes de ser utilizado y/o después de haber sido utilizado; es más, cuando se adhieren Si y compuesto de Si 17 al borde de abertura de la abertura de escape 2 del segundo miembro de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido, cuando está en uso, los segundos miembros de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido pueden ser intercambiados a la vez que se calienta el crisol 7, de acuerdo con el número de estos segundos miembros de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido, por medio tales como un dispositivo de elevación y descenso (no ilustrado).

En el segundo aspecto de este dispositivo de refino de silicio, el primer miembro de aislamiento térmico 1a de superficie de metal fundido emplea una configuración similar al miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido de la presente invención; sin embargo, tanto el primer miembro de aislamiento térmico 1a de superficie de metal fundido como el segundo miembro de aislamiento térmico 1b de superficie de metal fundido pueden adoptar una configuración similar a la del miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido antes mencionado de la presente invención, o bien adoptar una configuración similar a la del miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido antes mencionado de la presente invención.

Ejemplo(s)

En lo que sigue de esta memoria, se explicará en detalle el dispositivo de refino de silicio de la presente invención con referencia a realizaciones y ejemplos comparativos; sin embargo, la presente invención no está limitada a estas realizaciones y ejemplos comparativos.

El dispositivo de refinado de silicio que se utiliza en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos es el primer aspecto del dispositivo de refinado de silicio ilustrado en la Figura 1, en el cual la vasija de descompresión 5 comprende una estructura de camisa cilíndrica para enfriamiento por agua, y la bomba de vacío 6 es una bomba de vacío de dos etapas de una bomba rotatoria obturada por aceite → una bomba impulsora mecánica; es más, el crisol 7 está hecho de grafito de alta pureza con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 900 mm x una profundidad (medición interna) de 500 mm, el dispositivo de calentamiento 8 comprende un calentador hecho de grafito de alta pureza que puede suministrar una potencia eléctrica máxima de 300 kW a la posición que cubre las superficies lateral y de fondo de este crisol 7, y se ha dispuesto dentro de la vasija de descompresión 5 un material de aislamiento de fibra de carbono que cubre las partes exteriores de estos.

10 Ejemplo comparativo 1

La configuración del miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido utilizado en el Ejemplo comparativo 1 se ilustra en las Figuras 8 y 9; el miembro de soporte 3 está configurado por una parte de soporte de grafito de alta densidad en forma de anillo 3a, que tiene un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 40 mm, y una parte cilíndrica de grafito de alta densidad 3b con un diámetro exterior de 400 mm x un diámetro interior de 380 mm x una altura de 40 mm; y la relación de áreas de la abertura de escape 2 con respecto al área de la superficie de metal fundido de silicio es el 20%. Además, el material de aislamiento en forma de anillo 4, formado por un fieltro de grafito con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 40 mm, como miembro de aislamiento térmico, se coloca sobre la superficie superior de la parte de soporte 3a del miembro de soporte 3.

20 En este Ejemplo comparativo 1, basado en el tratamiento de eliminación de P, se depositan dentro del crisol 150 kg de un material de silicio metálico con una concentración inicial de P de 30 ppm, por enfriamiento, a fin de ser barrido por el vacío, se alimenta energéticamente el calentador una vez que la presión dentro de la vasija de descompresión alcanza un grado de vacío de 5,0 Pa o menos, a fin de iniciar la fusión, todos los materiales de silicio metálico se mantienen durante dos horas por calentamiento en el seno de un vacío de 10 Pa, una vez que se han fundido por completo, y se descarga, a continuación, el metal fundido de silicio contenido en el crisol, y esta operación es repetida ocho veces en el procedimiento con el fin de recuperar un silicio de alta pureza.

30 El rendimiento de eliminación de P alcanzado en cada una de las primera, segunda, cuarta, sexta y octava operaciones, durante las ocho operaciones sucesivas llevadas a cabo en este Ejemplo comparativo 1, es evaluado de acuerdo con los cambios en la producción de SiC 30 minutos después de haberse completado la fusión y dos horas después de haberse completado la fusión, conjuntamente con la velocidad de eliminación de P (valor relativo). Bajo estas condiciones operativas, se generan en ocasiones partículas de SiC tras haber completado la fusión del material de silicio metálico, de manera que las partículas de SiC generadas tienden a recubrir gradualmente la superficie de metal fundido de silicio. Como esta producción de SiC está relacionada con el deterioro del rendimiento de eliminación de P, las áreas de los emplazamientos recubiertos por partículas de SiC se miden, respectivamente, 30 minutos después de haber completado la fusión y dos horas después de haber completado la fusión (terminación del tratamiento), y se evalúa la producción de SiC utilizando la relación de esta área recubierta de partículas de SiC con respecto al área de la superficie de metal fundido de silicio; es más, la velocidad de eliminación de P (valor relativo) se obtiene de la concentración de P inicial del material de silicio metálico y de la concentración de P en el silicio que es recuperado tras el tratamiento y, entonces, refinado. Por otra parte, la concentración de P del silicio refinado se mide utilizando espectrometría de emisión de ICP. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

45 Por lo demás, al examinar el estado del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido una vez completada la octava operación y enfriado el horno hasta la temperatura ambiental, se encontró que se habían generado grietas en el miembro de soporte de grafito de alta densidad, además de la presencia de signos de que el vapor de Si había entrado en el material de aislamiento, procedente del mismo. Es más, una gran cantidad de Si penetró en el material de aislamiento constituido por el fieltro de grafito, estando el fondo del mismo fijado a la parte de soporte del miembro de soporte. Por otro lado, al tirar de esta región fijada hasta retirarla y medir el peso del material de aislamiento en cuyo seno había penetrado el Si, se encontró que el peso del material de aislamiento se había incrementado en 33,4 kg con respecto al peso inicial, de 3,5 kg a 36,9 kg. Esto indica que el Si penetró en una parte que oscila hasta el 50% de la medida cúbica del material de aislamiento, lo que indica claramente que se había perdido la capacidad de aislamiento térmico.

Tabla 1

Número de operación		Primera	Segunda	Cuarta	Sexta	Octava
Producción de SiC (relación en %)	30 minutos después de completar la fusión	0,0	0,0	30	25	100
	Dos horas después de completar la fusión	0,0	0,0	40	100	100

Velocidad de eliminación de P (valor relativo)	2,1	2,1	1,7	1,0	0,2
--	-----	-----	-----	-----	-----

Ejemplo 1

El miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido que se utiliza en el Ejemplo 1 se refiere a la Realización 1 ilustrada en las Figuras 2 a 4; en él, de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1, el miembro de soporte 3 estaba configurado por una parte de soporte de grafito de alta densidad con forma de anillo 3a, con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 40 mm, y una parte cilíndrica de grafito de alta densidad 3b con un diámetro exterior de 400 mm x un diámetro interior de 380 mm x una altura de 40 mm, y con una relación de área de la abertura de escape 2 con respecto al área de la superficie de metal fundido del 20%. Es más, el miembro estratificado de aislamiento 10 se formó cortando seis láminas en forma de anillo 10a con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 1 mm, a partir de un material laminar de compuesto de fibra de carbono con un espesor de 1 mm, metiendo el separador 10b, constituido por una tuerca M8, con un espesor de 4 mm, entre láminas 10a respectivas, uniendo por roscado las láminas 10a respectivas, unas con otras, con un perno pasador M6 de material compuesto de fibra de carbono 11, construido sobre la parte de soporte 3a, y fijándolas utilizando una tuerca de material compuesto de fibra de carbono 12.

El procedimiento de eliminación de P se llevó a cabo mediante exactamente el mismo proceso que en el caso del Ejemplo comparativo 1, repitiendo esta operación ocho veces. Es más, se evaluó el rendimiento de eliminación de P a lo largo de ocho operaciones sucesivas llevadas a cabo en este Ejemplo 1, conjuntamente con el del Ejemplo comparativo 1.

Los resultados se muestran en la Tabla 2.

En este Ejemplo 1, no se encontraron partículas de SiC generadas sobre la superficie de metal fundido de silicio al fundir el material de silicio metálico, 30 minutos después de haberse completado la fusión y dos horas después de haberse completado la fusión (terminación del tratamiento), de manera que todas las relaciones del área recubierta de partículas de SiC, indicativas de la producción de SiC sobre el área de la superficie de metal fundido, fueron 0, y tampoco cambió la velocidad de eliminación de P (valor relativo) con respecto al valor inicial de 2,1. Es más, al examinar el estado del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido tras la ultimación de la octava operación y una vez enfriado el horno hasta la temperatura ambiental, se encontró que se habían generado grietas en el miembro de soporte de grafito de alta densidad, además de signos de que había entrado vapor de Si en el material de aislamiento desde éste, y que había penetrado Si en la mayor parte de las superficies del miembro de aislamiento estratificado; sin embargo, como no quedaba Si entre las placas de capas múltiples respectivas, se determinó que se había mantenido la función de apantallamiento de la radiación.

Tabla 2

Número de operación		Primera	Segunda	Cuarta	Sexta	Octava
Producción de SiC (relación en %)	30 minutos después de completar la fusión	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	Dos horas después de completar la fusión	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Velocidad de eliminación de P (valor relativo)		2,1	2,1	2,1	2,1	2,1

Ejemplo comparativo 2

El miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido que se utiliza en el Ejemplo comparativo 2 se refiere a la Realización 1 ilustrada en las Figuras 2 a 4; en él, de la misma manera que en el Ejemplo 1, el miembro de soporte 3 estaba configurado por una parte de soporte de grafito de alta densidad con forma de anillo 3a con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 40 mm, y una parte cilíndrica de grafito de alta densidad 3b con un diámetro exterior de 400 mm x un diámetro interior de 380 mm x una altura de 40 mm, de manera que la relación de áreas de la abertura de escape 2 con respecto al área de la superficie de metal fundido de silicio era del 20%. Es más, el miembro de aislamiento estratificado 10 se formó recortando dos láminas en forma de anillo 10a con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 1 mm, de un material laminar de compuesto de fibra de carbono con un espesor de 1 mm, metiendo un separador 10b constituido por una tuerca M8 con un espesor de 4 mm, entre respectivas láminas 10a, uniendo por roscado las respectivas láminas 10a, unas con otras, con un perno pasador M6 de material compuesto de fibra de carbono 11,

construido sobre la parte de soporte 3a, y fijándolas utilizando una tuerca de material compuesto de fibra de carbono 12.

5 El procedimiento de eliminación de P se llevó a cabo mediante exactamente el mismo proceso que en el caso del Ejemplo comparativo 1 y el Ejemplo 1, repitiendo esta operación ocho veces. Es más, se evaluó el rendimiento de eliminación de P a lo largo de ocho operaciones sucesivas llevadas a cabo en este Ejemplo comparativo 2, conjuntamente con el del Ejemplo comparativo 1 y el Ejemplo 1.

Los resultados se muestran en la Tabla 3.

10 En este Ejemplo comparativo 2, en cada una de las operaciones primera a octava, se encontraron partículas de SiC generadas sobre la superficie de metal fundido de silicio con la fusión del material de silicio, 30 minutos después de haberse completado la fusión y dos horas después de haberse completado la fusión (terminación del tratamiento), de manera que la relación del área recubierta de partículas de SiC, indicativa de la producción de SiC sobre el área de la superficie de metal fundido, aumento del 25% al 40%. La velocidad de eliminación de P (valor relativo) era aproximadamente 0,4 inferior a la del caso del Ejemplo 1, siendo la velocidad de eliminación de P de 1,7 en cada número de operación. Es más, al examinar el estado del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido una vez completada la octava operación y enfriado el horno hasta la temperatura ambiental, se encontró que se habían generado grietas en el miembro de soporte de grafito de alta densidad, además de haber signos de que había entrado vapor de Si en el material de aislamiento desde este, y de que el Si había penetrado en la mayor parte de las superficies del miembro de aislamiento estratificado; no quedaba, sin embargo, nada de Si entre las placas de capas múltiples respectivas. En otras palabras, la dos placas de múltiples capas se mantenían sólidamente incluso tras ocho operaciones; además, cuando el número de placas utilizadas como placas de múltiples capas era dos, la función de apantallamiento de la radiación era insuficiente.

Tabla 3

Número de operación		Primera	Segunda	Cuarta	Sexta	Octava
Producción de SiC (relación en %)	30 minutos después de completar la fusión	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0
	Dos horas después de completar la fusión	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0
Velocidad de eliminación de P (valor relativo)		1,7	1,7	1,7	1,7	1,7

Ejemplo 2

25 El miembro de aislamiento térmico 1 de superficie de metal fundido que se utiliza en el Ejemplo 2 se refiere a la Realización 1 ilustrada en las Figuras 2 a 4; en él, de la misma manera que en el Ejemplo 1, el miembro de soporte 3 estaba configurado por una parte de soporte de grafito de alta densidad con forma de anillo 3a con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 40 mm, y una parte cilíndrica de grafito de alta densidad 3b con un diámetro exterior de 400 mm x un diámetro interior de 380 mm x una altura de 40 mm, de manera que la relación de áreas de la abertura de escape 2 con respecto al área de la superficie de metal fundido de silicio era del 20%. Es más, el miembro de aislamiento estratificado 10 se formó recortando seis láminas en forma de anillo 10a con un diámetro exterior de 1.000 mm x un diámetro interior de 400 mm x un espesor de 1 mm, de un material laminar de compuesto de fibra de carbono con un espesor de 1 mm, metiendo un separador 10b abierto con un diámetro de 8 mm en el centro, de una placa cuadrada de material compuesto de carbono con un espesor de 2 mm y un lado de 20 mm, entre respectivas láminas 10a, uniendo por roscado las respectivas láminas 10a, unas con otras, con un perno pasador M6 de material compuesto de fibra de carbono 11, construido sobre la parte de soporte 3a, y fijándolas utilizando una tuerca de material compuesto de fibra de carbono 12.

40 El procedimiento de eliminación de P se llevó a cabo mediante exactamente el mismo proceso que en el caso de los Ejemplos comparativos 1 y 2 y del Ejemplo 1, repitiendo esta operación ocho veces. Es más, se evaluó el rendimiento de eliminación de P a lo largo de ocho operaciones sucesivas llevadas a cabo en este Ejemplo comparativo 2, conjuntamente con el de los Ejemplos comparativos 1 y 2 y el Ejemplo 1.

Los resultados se muestran en la Tabla 4.

45 En este Ejemplo 2, de las operaciones primera a tercera no se encontraron partículas de SiC generadas sobre la superficie de metal fundido de silicio con la fusión del material de silicio y transcurridos tanto 3 minutos desde la terminación de la fusión como dos horas desde la terminación de la fusión (terminación del tratamiento). Sin embargo, se encontraron partículas de SiC generadas sobre la superficie de metal fundido de silicio con la fusión del material de silicio en la cuarta operación, de tal modo que la relación del área recubierta de partículas de SiC,

indicativa de la producción de SiC, con respecto al área de la superficie de metal fundido llegó a ser del 30% después de treinta minutos y del 40% después de dos horas. La velocidad de eliminación de P (valor relativo) era 1,8 más baja que la de la segunda operación. Es más, al incrementarse el número de la operación, la relación del área recubierta de partículas de SiC con respecto al área de la superficie de metal fundido aumentaba, al tiempo que la velocidad de eliminación de la desfosforización, en la octava operación, se redujo hasta 0,5. Al examinar el estado del miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, una vez completada la octava operación y enfriado el horno hasta la temperatura ambiental, se encontró que se habían generado grietas en el miembro de soporte de grafito de alta densidad, además de haber signos de que había entrado vapor de Si en el material de aislamiento desde el mismo, a lo que se añadía el descubrimiento de que había penetrado Si en la mayor parte de las superficies del miembro de aislamiento estratificado, había penetrado una gran cantidad de Si en los intersticios entre las respectivas placas de múltiples capas, y la mayoría de las placas habían quedado fijadas entre sí por el silicio. Al medir el peso de la placa de múltiples capas tras la operación con silicio fijado a la misma, el peso de la placa de múltiples capas se había incrementado en aproximadamente 7,5 kg con respecto al peso antes de la operación. Esto significa que el 45% de la medida cúbica de los intersticios entre las placas de múltiples capas respectivas había sido reemplazado por silicio.

Tabla 4

Número de operación		Primera	Segunda	Cuarta	Sexta	Octava
Producción de SiC (relación en %)	30 minutos después de completar la fusión	0,0	0,0	30,0	40,0	80,0
	Dos horas después de completar la fusión	0,0	0,0	40,0	80,0	100,0
Velocidad de eliminación de P (valor relativo)		2,1	2,1	1,8	1,0	0,5

Explicación de símbolos

1... miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, 1a... primer miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, 1b... segundo miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, 2... abertura de escape, 3... miembro de soporte, 3a... parte de soporte, 3b... parte cilíndrica, 4... material de aislamiento, 5... vasija de descompresión, 6... bomba de vacío, 7... crisol, 8... dispositivo de calentamiento, 9... metal fundido de silicio, 10... miembro de aislamiento estratificado, 10a... lámina, 10b... separador, 11... perno, 12... tuerca, 13... arandela, 14... material de superficie, 15... abertura central, 16... espacio de almacenamiento, 17... Si y compuesto de Si.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un dispositivo de refino de silicio que comprende, dentro de una vasija de descompresión provista de una bomba de vacío:
- un crisol, provisto de una abertura en el extremo superior y que contiene un material de silicio metálico;
- 5 un dispositivo de calentamiento, que calienta el crisol; y
- un miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido, dispuesto sobre la parte superior de dicho crisol para cubrir la parte superior del metal fundido de silicio, y que tiene una abertura de escape con un área de abertura que es menor que el área de la superficie de metal fundido de silicio, de tal manera que el miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende un material de aislamiento estratificado, con una estructura de
- 10 múltiples capas en la que tres o más láminas se han estratificado a intervalos de 3 mm o más unas con respecto a otras, y que exhibe una función de aislamiento del calor radiante basada en la estructura de múltiples capas.
- 2.- El dispositivo de refino de silicio de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual las láminas están estratificadas a intervalos de 4 mm o más.
- 3.- El dispositivo de refino de silicio de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el cual dicho
- 15 miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende láminas que están, respectivamente, formadas por un material laminar hecho de un material compuesto de fibra de carbono.
- 4.- El dispositivo de refino de silicio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido se ha conformado con una forma de anillo, con una abertura de escape en el centro del mismo.
- 20 5.- El dispositivo de refino de silicio de acuerdo con la reivindicación 4, en el cual dicho miembro de aislamiento térmico de superficie de metal fundido comprende una parte periférica que está dispuesta de forma desprendible sobre la parte superior de dicho crisol.

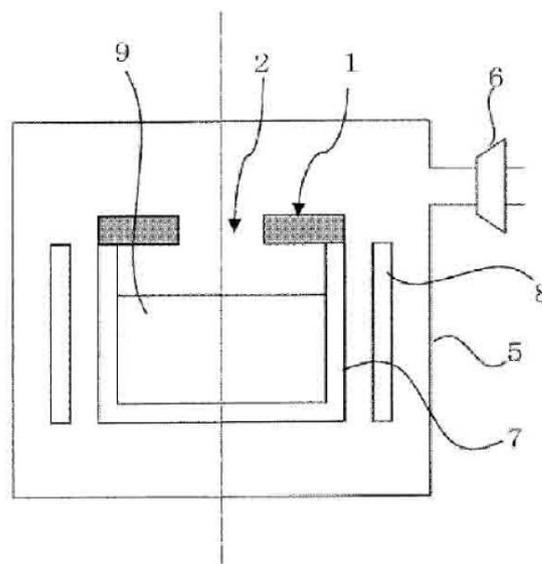


FIGURA 1

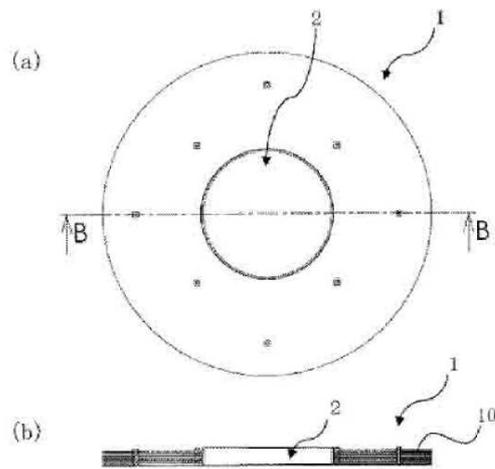


FIGURA 2

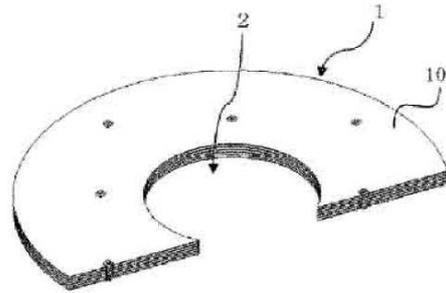


FIGURA 3

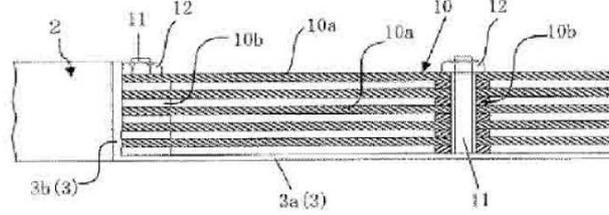


FIGURA 4

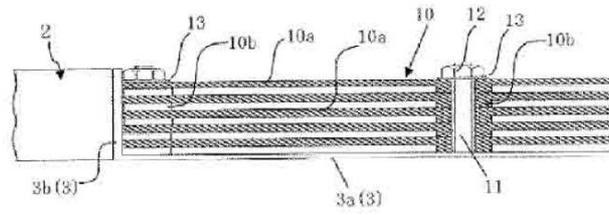


FIGURA 5

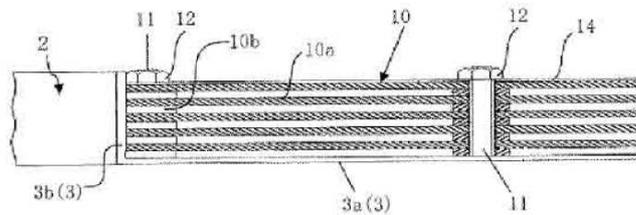


FIGURA 6

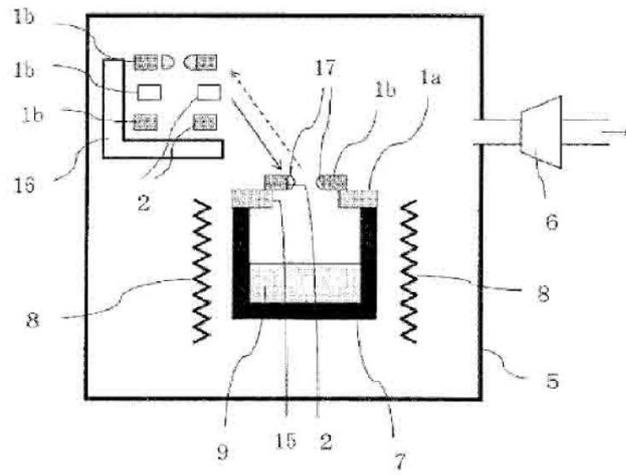


FIGURA 7

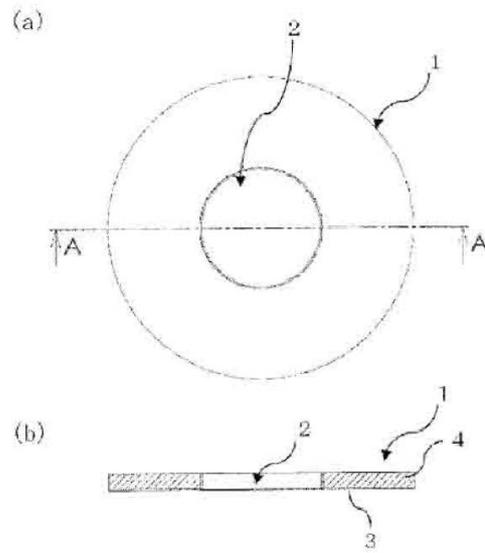


FIGURA 8

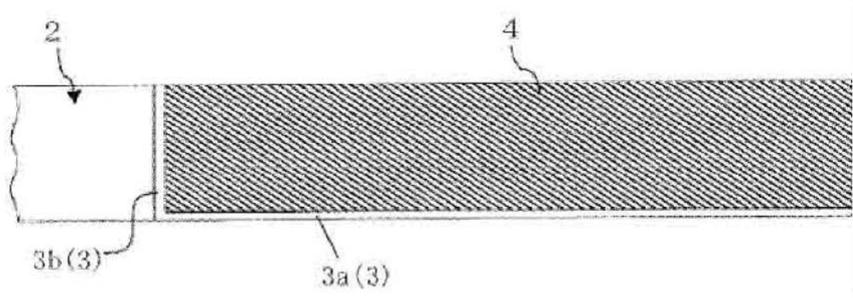


FIGURA 9