

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 543**

51 Int. Cl.:

C01B 33/037 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.02.2012 PCT/JP2012/052467**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.08.2013 WO13114609**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.02.2012 E 12867534 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.04.2018 EP 2810920**

54 Título: **Dispositivo y método para refinar silicio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.06.2018

73 Titular/es:
SILICIO FERROSOLAR, S.L.U. (100.0%)
Paseo de la Castellana 259-D Planta 49 4 Torres
Business Area, Torre Espacio
28046 Madrid, ES

72 Inventor/es:
DOHNOMAE, HITOSHI

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

ES 2 673 543 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 y método para refinar silicio

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un método de purificación de silicio para purificar materia prima de silicio metálico con una alta concentración de impurezas a un silicio de alta pureza que se puede utilizar en la fabricación de células solares y similares.

Técnica anterior

10 Hasta la fecha, la materia prima de silicio para utilizar en células solares empleaba el silicio de desecho generado en los procesos de fabricación de semiconductores. Sin embargo, como resultado del rápido ritmo de expansión de la demanda de células solares en los últimos años, se ha excedido el nivel de suministro de desecho y existe el temor de que haya una escasez en el suministro de materia prima de silicio para su utilización en células solares. La materia prima de silicio que se puede emplear en los procesos de fabricación de semiconductores se fabrica utilizando un proceso que es caro y el coste de la misma es excesivo cuando se utiliza una ruta de suministro directo a los procesos de fabricación de células solares. Por esa razón, ha progresado el desarrollo de procesos de fabricación de silicio de alta pureza que emplean procesos metalúrgicos tales como la fusión al vacío o la purificación por solidificación para fabricar silicio de alta pureza a partir de materia prima de silicio metálico con altas concentraciones de impurezas económica.

15 Los procesos metalúrgicos son procesos de purificación para silicio que combinan diversos procesos metalúrgicos que emplean las diferencias en el comportamiento físico del silicio y los elementos de impureza. Con respecto a los procesos de eliminación de elementos de impurezas con una presión de vapor más alta que el silicio (Si) con fósforo (P) como ejemplo típico, se ha investigado la aplicación del método de fusión al vacío. En lo sucesivo, la terminología utilizada es la de la eliminación de fósforo utilizando el método de fusión al vacío, pero los elementos de impurezas distintos del fósforo con una presión de vapor más alta que el silicio también se pueden eliminar conjuntamente con la eliminación de fósforo.

20 Como configuración básica de los dispositivos que emplean el método de fusión al vacío, existen dispositivos de calentamiento equipados con un calentador y un crisol en un recipiente de vacío, que pueden tener su presión interna reducida utilizando una bomba de vacío. El crisol se llena con materia prima de silicio metálico que contiene un alto nivel de fósforo con más de decenas de ppm de fósforo, y este se calienta y se funde a presión reducida en presencia de un gas inerte, y la masa fundida se mantiene durante un período de tiempo fijo a presión reducida y a una temperatura superior al punto de fusión. Debido a que el fósforo tiene una presión de vapor más alta que el silicio, se evapora de forma selectiva y la concentración de fósforo en el silicio se reduce con el tiempo.

25 Según se describió anteriormente, mientras que la tecnología del proceso de eliminación de fósforo mediante el método de fusión al vacío se basa en principios básicos muy sencillos, normalmente, la velocidad de evaporación del fósforo de la masa fundida de silicio no es muy grande, siendo además la concentración de fósforo requerida en el producto después la eliminación de fósforo tan baja como 0,1 ppm en peso o menos. Por esta razón, se han investigado configuraciones de dispositivos costosas tales como bombas de vacío con un alto volumen de extracción y calentadores por haz de electrones y similares, pero no fue posible un método de purificación de silicio económico.

30 La referencia de patente 1 se refiere a un dispositivo de purificación de silicio y un método de purificación de silicio que emplea ese dispositivo de purificación de silicio equipado con al menos un crisol que contiene el silicio, y un dispositivo de calentamiento que calienta dicho crisol en un recipiente a presión reducida equipado con una bomba de vacío, en donde se dispone un dispositivo de captura de impurezas en una ubicación orientada a una o ambas superficies de la masa fundida de silicio en dicho crisol y/o el medio de apertura del crisol. En otras palabras, al mismo tiempo que la eliminación de impurezas por medio de dicho método de fusión al vacío se basaba en principios básicos, fue posible simultáneamente una mejora de rendimiento y una reducción del coste de las instalaciones, en el establecimiento de un proceso de eliminación de fósforo por medio de un método de fusión al vacío que fue digno de industrialización.

35 La referencia de patente 1 se refiere a un dispositivo de captura de impurezas que captura el fósforo evaporado de la masa fundida de silicio, al mismo tiempo que la captura del silicio u óxido de silicio evaporado de la masa fundida de silicio, en otras palabras, el fósforo se convierte en una sustancia de condensación de impurezas, condensada en concentraciones muy altas, con un método de separación y eliminación de la masa fundida de silicio. El dispositivo de captura de impurezas es un dispositivo sencillo y económico compuesto de un elemento metálico con forma de disco refrigerado por agua o un elemento metálico con forma de cilíndrica refrigerado por agua o un elemento metálico con forma de espiral refrigerado por agua o una chapa de discos metálicos con forma cilíndrica refrigerada mediante refrigeración por radiación por medio de estos elementos refrigerados por agua, y se dispone en una posición orientada a la superficie de la masa fundida de silicio por encima del crisol. Mediante la utilización de estos, se posibilita una mayor velocidad de eliminación de fósforo, en comparación con la técnica anterior, posibilitando la eliminación de este fósforo de la masa fundida de silicio incluso con un grado de vacío menor que en la técnica anterior.

Referencias a la técnica anterior

Referencias de patentes

Referencia de patente 1: publicación de patente japonesa no examinada abierta a inspección pública 2005-231956.

Descripción de la invención

Problemas a resolver con la invención

Sin embargo, en la tecnología de la técnica anterior, cuando aumentaba el número de cargas, para posibilitar el procesado continuo de la materia prima de silicio metálico, existía el problema de que no era posible la reducción estabilizada de la concentración de fósforo en la masa fundida de silicio después del procesado. Por esa razón, cuando los inventores investigaron las razones para ello, debido a que las impurezas condensadas capturadas por el dispositivo de captura de impurezas eran las generadas en el espacio por encima de la masa fundida de silicio, descubrieron que existía la posibilidad de la caída de las mismas en la masa fundida de silicio. En el caso de que las impurezas condensadas cayeran en el silicio fundido, debido a que las impurezas condensadas contenían fósforo condensado a una concentración muy alta, incluso cuando solo se mezcló una pequeña cantidad, la concentración de fósforo en la masa fundida de silicio se elevó. Además, la cantidad caída no siempre fue la misma, y debido a que era difícil suprimirla, hubo una gran variación entre cargas en la concentración de fósforo en la masa fundida de silicio después del procesado, y para mantener la calidad del producto, no hubo otra opción que alargar el tiempo de procesado, conduciendo a una reducción en la productividad. Además, cuando el procesado continuo excedía un número específico de cargas, se descubrió que no era posible el procesado por debajo de la concentración de fósforo requerida para las materias primas que se utilizan en células solares.

Con respecto a la eliminación de impurezas representadas por el fósforo por medio de fusión al vacío, la presente invención tiene como objetivo la provisión de un dispositivo de purificación de silicio y un método de purificación que permita la eliminación continua y estable de impurezas, al tiempo que evita la caída de impurezas condensadas con altas concentraciones de fósforo y similares desde el dispositivo de captura de impurezas dispuesto encima del crisol.

Resumen de la invención

Los problemas descritos anteriormente se pueden resolver mediante la utilización de un dispositivo de purificación de silicio según se define en la reivindicación 1. Las formas de realización preferidas del dispositivo de purificación se especifican en las reivindicaciones dependientes.

Efectos de la invención

En la presente invención, se posibilita la provisión de silicio de alta pureza de forma estable y económica con un método de purificación de silicio que proporciona un dispositivo de captura de impurezas que captura las impurezas y un dispositivo de prevención de contaminación que evita la contaminación de la masa fundida de silicio que recibe y contiene las impurezas que caen del dispositivo de captura de impurezas.

Breve descripción de los dibujos

- Figura 1: un dibujo esquemático del dispositivo de purificación de silicio de la presente invención que proporciona un dispositivo de prevención de contaminación.
- Figura 2a: una representación del procedimiento de purificación de silicio por medio del dispositivo de purificación de silicio de la presente invención que proporciona un dispositivo de prevención de contaminación, (a) es un dibujo esquemático de la etapa de inserción de la materia prima a la cámara de suministro de materia prima.
- Figura 2 (b): un dibujo esquemático de la etapa de inserción hacia abajo (b) de la materia prima al crisol desde la cámara de suministro de materia prima, que sigue a partir de (a).
- Figura 2 (c): un dibujo esquemático de la etapa de fusión de materia prima (c), que sigue a partir de (b).
- Figura 2 (d): un dibujo esquemático de la etapa de procesado de eliminación de fósforo (d), que sigue a partir de (c).
- Figura 2 (e): Un dibujo esquemático de la etapa de movimiento (e) del dispositivo de prevención de contaminación para bajar directamente el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas, después de la finalización de los procesos de eliminación de fósforo, que sigue a partir de (d).
- Figura 2 (f): un dibujo esquemático de la etapa de captura (f) de las impurezas condensadas caídas desde el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas, que sigue a partir de (e).
- Figura 2 (g): Un dibujo esquemático de la etapa de movimiento (g) del dispositivo de prevención de contaminación a la cámara de preparación, que sigue a partir de (f).

Figura 2 (h): un dibujo esquemático de la etapa de extracción de la masa fundida (h) de la masa fundida de silicio procesada al recipiente provisto instalado en la cámara de recepción de masa fundida, que sigue a partir de (g).

Figura 2 (i): un dibujo esquemático de la siguiente etapa (i) antes de comprometer la próxima carga al procesado, que sigue a partir de (h).

- 5 Figura 3 (a): un dibujo esquemático de un dispositivo de purificación de silicio que carece de una cámara de preparación, que representa el estado del dispositivo de prevención de contaminación en el momento de la eliminación de fósforo (a).

Figura 3 (b): una representación del estado (b) del dispositivo de prevención de contaminación después de la suspensión o finalización de los procesos de eliminación de fósforo, que sigue a partir de (a).

- 10 Figura 4 (a): Un dibujo esquemático de un dispositivo de purificación de silicio que posibilita la contención simultánea del medio de condensación de impurezas y el medio de recepción y contención de impurezas en la cámara de preparación conectada a través de una válvula de compuerta, (a) que representan el medio de condensación de impurezas y el medio de recepción y contención de impurezas en el procesado de eliminación de fósforo.

- 15 Figura 4 (b): una representación del estado (b) del medio de condensación de impurezas y el medio de recepción y contención de impurezas después de la suspensión o finalización del procesado de eliminación de fósforo, que sigue a partir de (a).

Figura 4 (c): una representación del estado (c) del medio de condensación de impurezas y el medio de recepción y contención de impurezas contenidos en la cámara de preparación, que sigue a partir de (b).

Formas de realización de la invención

- 20 La presente invención es un método de purificación y un dispositivo de purificación de silicio por medio de un dispositivo sencillo que proporciona un crisol y un medio de calentamiento de propósito general que se coloca en un recipiente a presión reducida que forma la cámara de procesado. Sin embargo, la purificación en la presente invención es la eliminación de elementos de impurezas con alta presión de vapor tal como el fósforo y similares, además, con respecto a impurezas distintas del fósforo, la presente invención se puede aplicar en la eliminación de
25 elementos con una mayor presión de vapor que el silicio, por ejemplo, Al, As, Sb, Li, Mg, Zn, Na, Ca, Ni, Ge, Cu, Sn, Ag, In, Mn, Pb, Ti, Si, etc. En lo sucesivo, la eliminación de fósforo se indica como la representativa de las impurezas, pero las impurezas distintas del fósforo se incluyen de forma natural como la materia de separación y eliminación en la purificación de silicio de la presente invención.

La primera forma de realización.

- 30 La primera forma de realización de la presente invención se explica por medio de la configuración del dispositivo de purificación representado en la Figura 1.

- En primer lugar, un crisol 4, para mantener la masa fundida de silicio 3, y el medio de calentamiento 5, para mantener el estado fundido del silicio fundido, y el medio de retención de temperatura 6, para mantener la temperatura de la masa fundida de silicio 3, se colocan en una cámara de procesado 2 cuya presión se puede reducir por debajo de una presión específica y que se provee con la bomba de vacío 1 como el medio de reducción
35 de presión.

- La bomba de vacío 1 necesita posibilitar una reducción de presión de la cámara de procesado 2 por debajo de 500 Pa y, por ejemplo, aunque una bomba de aceite de tipo estanca es suficiente, si se instalan una bomba de refuerzo mecánica y una bomba de dispersión de aceite o turbo molecular y similares, se posibilita y es preferible una presión más preferible de menos de 10 Pa, lo que permite una contracción adicional del período de descarga del vacío y el
40 tiempo de eliminación del fósforo

- El crisol 4 es óptimo para un tipo de grafito de alta densidad que no genere gases de reacción con el silicio. Debido a que los crisoles fabricados de óxidos como el cuarzo reaccionan con el silicio en condiciones de alto vacío para generar monóxido de silicio (SiO), no se puede mantener el estado de alto vacío; además, existe el problema de la sacudida de la masa fundida de silicio que se provoca con la ebullición de los gases, y no son adecuados para la
45 fusión al vacío en la purificación de silicio.

- El medio de calentamiento 5 puede ser cualquier medio de calentamiento, siempre que posibilita el calentamiento del silicio más allá del punto de fusión, pero un formato de calentador que aplica potencial eléctrico al elemento de calentamiento tal como los fabricados de grafito y similares y el calentamiento de la masa fundida de silicio 3 y el crisol 4 con calentamiento Joule son los más convenientes. Una bobina de inducción se dispone en el lado exterior
50 del crisol de grafito 4, y un formato de calentamiento por inducción que calienta la masa fundida de silicio 3 por medio de calentamiento, con el crisol de grafito empleando una corriente de inducción es un formato de calentamiento de bajo coste. Todos estos formatos son ampliamente utilizados en metalurgia y son formatos de calentamiento sencillos.

El medio de retención de temperatura de la masa fundida 6 es un dispositivo para mantener la alta temperatura de la superficie de la masa fundida. El medio de retención de temperatura de la masa fundida 6 se configura a partir de un material de aislamiento térmico con forma anular que cubre parte del medio de apertura del crisol y tiene forma circular en la Figura 1, pero no está limitado a la forma especificada en la Figura 1. Ahora, con el crisol y la forma del medio de calentamiento y la disposición de los mismos, si se retiene la alta temperatura de la superficie de la masa fundida, la instalación de un medio de retención de temperatura de la masa fundida puede no ser necesario.

Además, el ejemplo de configuración del dispositivo representado en la Figura 1 es suficiente para procesar de forma continua la materia prima de silicio metálico. En otras palabras, la configuración de la Figura 1 es con el propósito del procesado de purificación continua de varias decenas de cargas de silicio y la cámara de suministro de materia prima 20 y la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21 están conectadas a la cámara de procesado 2 a través de una válvula de compuerta 14, además, el crisol 4 en la cámara de procesado está equipado con un mecanismo para inclinarse de manera que el silicio purificado se recupere en el recipiente 23 en la cámara de recepción de masa fundida 21 (no ilustrada en las figuras).

El mecanismo para la inserción de la materia prima de silicio en el interior del crisol 4, antes del procesado de eliminación de fósforo, no se limita a lo siguiente, sino que, por ejemplo, según se ilustra en la Figura 1, la cámara de suministro de materia prima 20 se conecta a la cámara de procesado 2 mediante una válvula de compuerta, y equipando la bomba de vacío 1 (medio de reducción de presión) con una línea de suministro de gas inerte que no se ilustra en las figuras, no hay exposición al aire y después de que la cámara de suministro de materia prima 20 iguale la presión con la cámara de procesado 2, se abre la válvula de compuerta 14 y se abre la tolva de inserción de materia prima que no se muestra en las figuras, y este mecanismo por donde se inserta la materia prima de silicio en el interior del crisol 4 es una forma de realización preferida.

Aunque el mecanismo para extraer al exterior la masa fundida de silicio, que ha completado el procesado de eliminación de fósforo, no se limita a lo siguiente, por ejemplo, según se ilustra en la Figura 1, la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21 se conecta a la cámara de procesado 2 a través de una válvula de compuerta 14, y por medio de la provisión de una línea de suministro de gas inerte que no se ilustra en los dibujos, a la bomba de vacío 1 (medio de reducción de presión), no hay exposición al aire, y después de que la presión de la cámara de recepción ELT de silicio 21 y la cámara de procesado 2 se igualen, la válvula de compuerta 14 se abre, y mediante la inclinación de la cámara de procesado 2, que puede tener su presión reducida, y el crisol de grafito 4 al unísono, la masa fundida de silicio se extrae a partir de la abertura de extracción de masa fundida de silicio dispuesta en el medio superior del crisol de grafito 4, y por medio de un mecanismo de manera que la compuerta se extiende por un canal, la masa fundida de silicio se transporta a un recipiente 23 provisto en la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21 en una forma de realización preferida. Alternativamente, se puede instalar una válvula para abrir y cerrar la base del crisol de grafito 4, así como conectar la cámara de recepción de silicio 21 a través de una válvula de compuerta en la dirección inferior del crisol con la cámara de procesado con un mecanismo preferido adicional donde el recipiente 23 se dis ponga en la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21.

En la Figura 1, el medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas se dispone directamente encima del crisol 4, y el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación se dispone directamente debajo de este medio de condensación de impurezas 7. Con respecto al medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas, un elemento metálico con forma cilíndrica con agua fría que recorre el interior del mismo se ilustra en la Figura 1, pero, por ejemplo, también se puede formar a partir del elemento metálico con forma de disco, que se refrigere por agua, o se puede formar por un elemento metálico en forma de espiral que se refrigere con agua, o puede ser un disco metálico o forma cilíndrica, refrigerado indirectamente mediante refrigeración por radiación por medio de un elemento refrigerado por agua. Independientemente de la configuración empleada, el vapor de impurezas que se evapora de la superficie líquida de la masa fundida de silicio se refrigera, tal que se posibilita la captura de las impurezas por el medio de condensación de impurezas y el dispositivo de captura de impurezas se puede disponer en una posición geométrica que posibilite la orientación del mismo hacia la superficie libre de la masa fundida de silicio 3 y la evaporación del fósforo de la superficie libre de los depósitos de masa fundida en la superficie del medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas, junto con uno o ambos del silicio evaporado y/o el SiO. Al menos la superficie del medio de condensación de impurezas 7 puede estar compuesta apropiadamente de metales tales como el acero, el acero inoxidable, el cobre y similares, o de grafito o alúmina y similares.

El dispositivo de prevención de contaminación que es una de las características de la presente invención, en el momento de la caída de las impurezas capturadas por el dispositivo de captura de impurezas, funciona para evitar la contaminación de la masa fundida de silicio al tener un medio de recepción y contención de impurezas que recibe y contiene estas impurezas. En la Figura 1, la cámara preparatoria 22 provista con una bomba de vacío 1 (un medio de reducción de presión) se conecta a la cámara de procesado 2, a través de la válvula de compuerta 14, y el medio de recepción y contención de impurezas 8 está compuesto por un elemento en forma de chapa mantenido por medio del mecanismo de desplazamiento del medio de recepción y contención (no ilustrado en las figuras), con el fin de permitir el libre desplazamiento del mismo entre la cámara de procesado 2 y la cámara preparatoria 22. En otras palabras, la cámara preparatoria 22 posibilita el libre funcionamiento entre la atmósfera y la presión reducida, sin romper la condición de vacío de la cámara de procesado 2 por medio de la válvula de compuerta 14 y la bomba de vacío 1, y por lo tanto, el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de

contaminación se puede desplazar libremente entre la cámara de procesado 2 y la cámara preparatoria 22, sin referencia a las etapas de presión de la cámara de procesado 2, y se almacena en la cámara preparatoria 22 durante el proceso de eliminación de fósforo, y cuando los procesos de eliminación de fósforo se suspenden o los procesos de eliminación de fósforo se terminan, el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación se dispone en una posición de funcionamiento entre el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas y la superficie líquida de la masa fundida de silicio, con el fin de estar directamente debajo del medio de condensación de impurezas 7, con respecto al dispositivo de captura de impurezas, y directamente encima de la abertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida 6, con el fin de recibir y contener las impurezas que cayeron.

Para estar expuesta a la alta temperatura de radiación de la masa fundida de silicio en la posición de funcionamiento, la sustancia del medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación se configura preferentemente a partir de un grafito resistente a altas temperaturas o material compuesto de carbono o grafito aislado térmicamente, o una combinación de estos, pero también es preferible un metal resistente a la temperatura tal como el molibdeno, o cuando el período de uso se puede acortar, también puede ser suficiente acero inoxidable o la chapa de acero de uso general. El medio de recepción y contención de impurezas 8 tiene una superficie de bloqueo térmica que bloquea la radiación térmica de la superficie líquida de la masa fundida de silicio con respecto a las impurezas del medio de condensación de impurezas de la posición de funcionamiento, y no solo posibilita la caída de las impurezas condensadas térmicamente por la contracción térmica del mismo, sino también preferiblemente tiene una superficie de recepción y contención que recibe y contiene las impurezas que caen en el lado opuesto de la superficie bloqueada térmicamente. En cuanto a la forma del mismo, puede tener forma de disco o una chapa de forma cuadrada, pero preferiblemente está formado por un elemento con forma de chapa que tiene un área superficial suficientemente grande para cubrir la superficie inferior del medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas, posibilitando la retención de las impurezas condensadas que cayeron, y puede tener un espesor para asegurar una fuerte resistencia a la deformación térmica por medio del calor irradiado, y como una forma específica del mismo, por ejemplo, se conforma óptimamente para contener las impurezas condensadas que se reciben y contienen en él mismo con la forma de chapa provista de un reborde elevado en la periferia del disco.

En lo sucesivo, los principios de funcionamiento del dispositivo de prevención de contaminación se describen en detalle al describir el procedimiento de los procesos de eliminación continua de fósforo de la materia prima de silicio en base a la Figura 2.

En primer lugar, en la Figura 2 (a), la Figura ilustra la etapa de inserción de la materia prima a la cámara de suministro de materia prima 20, y la válvula de compuerta 14 está cerrada, y la puerta de apertura y cierre y similares provistas en la cámara de suministro de materia prima 20 se abren, y se inserta la materia prima de silicio antes de los procesos de eliminación de fósforo en la cámara de suministro de materia prima 20. La Figura 2 (b) es una Figura que ilustra la inserción descendente de la materia prima desde la cámara de suministro de materia prima 20 al crisol, y estando la cámara de suministro de materia prima 20 equipada con una bomba de vacío 1 y una línea de suministro de gas inerte que no se ilustra en las figuras, la presión de la cámara de suministro de materia prima 20 se iguala con la de la cámara de procesado 2 antes de abrir la válvula de compuerta 14, y a partir de entonces, la tolva de inserción de materia prima y similares, que no se ilustran en las figuras, se abre para insertar la materia prima de silicio, antes del procesado de eliminación de fósforo, hacia el interior del crisol 4. La Figura 2 (c) es una Figura que ilustra la etapa de fusión de la materia prima y que la materia prima de silicio macizo insertada en la Figura 2 (b) se calienta y se funde.

La Figura 2 (d) es un diagrama de la etapa de procesado de eliminación de fósforo, la masa fundida de silicio 3 se mantiene a una alta temperatura y manteniendo un alto grado de vacío por medio de la bomba de vacío en la cámara de procesado 2, el fósforo se condensa en la película de monóxido de silicio o silicio evaporado y solidificado en la superficie del medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas, y las impurezas condensadas se adhieren a la superficie del medio de condensación de impurezas 7. En esa ocasión, el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación está en espera en la cámara preparatoria 22. La Figura 2 (e) representa el aspecto de funcionamiento del dispositivo de prevención de contaminación, y cuando los procesos de eliminación de fósforo se suspenden o se terminan, el medio de recepción y contención de impurezas 8 se desplaza directamente debajo del medio de condensación de impurezas 7 en el diagrama de esta etapa y representa el estado inmediatamente posterior al desplazamiento del mismo.

La Figura 2 (f) es un diagrama de la etapa en donde las impurezas condensadas en el medio de condensación de impurezas 7 se dejan caer y se capturan por el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación, y en la posición de funcionamiento del medio de recepción y contención de impurezas 8, mediante el bloqueo del calor irradiado desde el crisol 4, la temperatura de las impurezas condensadas en el medio de condensación de impurezas 7 desciende precipitadamente, y como resultado de las diferencias en el coeficiente de expansión térmica entre estas impurezas y el medio de condensación de impurezas 7, las impurezas desprendidas se reciben y contienen con el medio de recepción y contención de impurezas 8, evitando que las impurezas condensadas caigan dentro del crisol 4.

La Figura 2 (g) es un diagrama de la etapa del desplazamiento del medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación a la cámara preparatoria 22, y después de que la válvula de compuerta 14 se cierre, la puerta de apertura y cierre (no ilustrada en las figuras) provista en la cámara preparatoria 22 se abre, eliminando las impurezas condensadas, extrayendo el fósforo al exterior del dispositivo. La Figura 2 (h) es un diagrama que representa la etapa en donde la masa fundida de silicio, que se ha procesado, se extrae al recipiente 23 instalado en el interior de esta cámara de recepción de masa fundida 21 y después de igualar la presión entre la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21 con la cámara de procesado 2, la válvula de compuerta 14 se abre, seguido de la inclinación de la cámara de procesado 2 y el crisol de grafito 4 al unísono para extraer la masa fundida de silicio desde la abertura de extracción de la masa fundida de silicio dispuesta en la parte superior del crisol de grafito 4, y por medio de un mecanismo de canal sobre la compuerta, la masa fundida de silicio se transporta al recipiente 23 dispuesto en el interior de la cámara de recepción de masa fundida de silicio 21. La Figura 2 (i) es un diagrama de la etapa donde se extrae el silicio después de que los procesos de eliminación de fósforo se completen y antes de ingresar al siguiente proceso de carga.

Según se describió anteriormente, las funciones del dispositivo de prevención de contaminación se dividen en líneas generales en tres categorías:

(1) Las impurezas condensadas se adhieren a una película de uno o ambos de silicio condensado o monóxido de silicio con una alta concentración de fósforo en la misma, pero las impurezas condensadas se desprenden y caen con una probabilidad determinada, y el fósforo evaporado y eliminado regresa una vez más a la masa fundida de silicio, elevando la concentración de fósforo de la masa fundida. El medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación recibe y contiene las impurezas condensadas que caen desde la superficie del medio de condensación de impurezas 7, evitando que sus impurezas condensadas caigan dentro de la masa fundida de silicio.

(2) En los procesos de eliminación de fósforo, las impurezas condensadas normalmente se mantienen a alta temperatura por medio del calor irradiado desde la masa fundida, pero cuando el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación se desplaza directamente debajo de la posición de funcionamiento del medio de condensación de impurezas 7 con respecto al dispositivo de captura de impurezas, el medio de recepción y contención de impurezas 8 bloquea la radiación térmica de la masa fundida hacia las impurezas condensadas, y la temperatura de las impurezas condensadas cae, y las impurezas condensadas cayeron como resultado de la contracción térmica. Cuanto más grueso es el espesor de las impurezas condensadas, más fácil que se desprendan, y la cantidad de impurezas condensadas que caen una vez desprendidas también aumenta, dando como resultado una mayor contaminación por fósforo. Debido a esto, se descubrió que la eliminación positiva de impurezas condensadas para cada carga del medio de condensación de impurezas 7 del dispositivo de captura de impurezas es muy importante en la capacidad del proceso de eliminación continua de fósforo.

(3) Además, el dispositivo de prevención de contaminación tiene las funciones de capturar y contener las impurezas condensadas. Las impurezas condensadas que condensan fósforo a altas concentraciones posibilitan la prevención de la contaminación por fósforo por medio de la captura y contención de las impurezas condensadas en una ubicación no específica en la cámara de procesado 2. En particular, según se ilustra en la Figura 1, extrayendo el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación a la cámara preparatoria provista con la compuerta, las impurezas condensadas extraídas a la cámara preparatoria se eliminan y limpian, y si el fósforo se elimina por completo del sistema, esto equivale a eliminar la posibilidad de contaminación

Algunos de los aspectos importantes de la presente invención son las condiciones de presión. Con motivo de eliminar el fósforo (Figura 2 (d)), la presión del interior de la cámara de procesado se reduce a menos de 500 Pa, más preferiblemente a menos de 10 Pa y lo más preferiblemente a menos de 1 Pa. Cuanto menor es la presión, mayor es la velocidad de eliminación de fósforo, pero la velocidad de eliminación de fósforo se satura en el orden de 0,001 Pa, y se requiere una bomba de vacío de gran escala para la reducción extrema de la presión, y debido a que se limitan los grados de libertad del diseño del equipo de tubería, desde la perspectiva de posibilitar el procesado económico de eliminación de fósforo que es el objetivo de la presente invención, el límite inferior de la presión se puede establecer en 0,001 Pa.

Por otro lado, cuanto más se reduce la presión, mayor es la velocidad de evaporación del silicio. De manera tradicional, para posibilitar la presión más baja posible, hubo procedimientos para mantener las condiciones de presión reducida durante un periodo prolongado. En la capacidad de procesar carga continua, según se describió anteriormente, era muy importante concentrar las impurezas en una ubicación específica y se concentraron en el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas, según se describió anteriormente, y mediante la captura y retención en el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación, se encontró que el procedimiento de extraerlas fuera del sistema fue el más eficiente. A continuación, el siguiente punto importante es que el fósforo no se debe concentrar en ubicaciones no específicas distintas del medio de condensación de impurezas. Para ese propósito, debido a que el fósforo se concentra en la ubicación donde el silicio se adhiere en etapas distintas a las ilustradas en la Figura 2, donde el fósforo aparece en ubicaciones no específicas, la presión se eleva, suprimiendo la evaporación del silicio. Como la presión en esa ocasión, se prefiere una presión superior a 500 Pa, y una presión incluso mayor de 2000 Pa es más preferible, pero

debido al tiempo requerido para la recuperación de la presión desde la presión preferida del procesado de eliminación de fósforo de menos de 10 Pa, y el requisito de grandes volúmenes de gas inerte, existe la desventaja de los efectos sobre la productividad y el aumento del coste, y la presión de menos de 10.000 Pa es suficiente.

5 Según se describió anteriormente, por medio de la introducción del dispositivo de prevención de contaminación y el procedimiento de utilización del mismo, y el control de presión, se evita de manera efectiva que el fósforo eliminado contamine este silicio una vez más, y se posibilita la eliminación continua y estable de fósforo de la materia prima de silicio.

10 Sin embargo, la configuración del dispositivo de prevención de contaminación no se limita a la representada por 3, pero esa configuración exhibe funcionalidad. El medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación de la Figura 3 es un disco unido al eje giratorio, y es una configuración que posibilita el desplazamiento en dirección horizontal mediante el giro del eje giratorio. El medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación, según se ilustra en la Figura 3 (a), se coloca con el fin de evitar la cobertura del medio de apertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida 6 (la posición de espera) durante los procesos de eliminación de fósforo, y cuando los procesos de eliminación de fósforo se suspenden o terminan, según se ilustra en la Figura 3 (b), se desplaza girando el eje giratorio, para colocarse con el fin de cubrir el medio de apertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida 6 (la posición de funcionamiento). En esta configuración, las impurezas condensadas eventualmente se extraen al exterior de la cámara de procesado 2. Mediante la unión de una configuración no ilustrada, o de forma alternativa, se puede continuar el procesado de fósforo para preparar que no se exceda la capacidad de la captura y retención de las impurezas condensadas en el medio de recepción y contención de impurezas 8 del dispositivo de prevención de contaminación. Ahora, en la Figura 3, la tolva de inserción de materia prima (la cámara de suministro de materia prima 20, etc.) y el recipiente de masa fundida de silicio (cámara de recepción de masa fundida de silicio 21, etc.) tienen una configuración que no se ilustra en las figuras, y se abrevia a partir de la misma, y puede estar de acuerdo con las Figuras 1 y 2 de acuerdo con el procedimiento de procesado continuo y cambios de presión.

25 (La segunda forma de realización)

La segunda forma de realización de la presente invención se explica utilizando la configuración del dispositivo de purificación representado en la Figura 4. En la bomba de vacío 1, la masa fundida de silicio 3, el crisol 4, el medio de calentamiento 5 y el medio de retención de temperatura de la masa fundida 6 tienen los mismos elementos constitutivos que en la primera forma de realización, pero la relación de posición de la cámara de procesado 2, la cámara preparatoria 22 y la válvula de compuerta 14 no están particularmente prescritas, tienen una conexión de elevación y descenso modificable, y se relacionan con la de los dispositivos de elevación y descenso 11 y 11' (mecanismo de desplazamiento) que están instalados sobre la cubierta de condensación de impurezas 10 que forma el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas, y sobre el disco 9 que forma el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación, además, la puerta 15 se instala en la cámara preparatoria 22. Ahora, en la Figura 4, a pesar de que la tolva de inserción de materia prima (cámara de suministro de materia prima 20, etc.) y el recipiente de masa fundida de silicio (cámara de retención de temperatura de la masa fundida de silicio 21, etc.) tienen una configuración que no se ilustra, y no se describe aquí, pero los procedimientos para la modificación de la presión son los de la primera forma de realización.

40 En el dispositivo de captura de impurezas de la Figura 4, no existe una limitación particular a esta configuración, pero es una configuración en la que existe una división entre los materiales que tienen una superficie para la condensación de las impurezas condensadas, y los materiales refrigerados por medio de agua de refrigeración y similares, y en la Figura 4, se configuran mediante el cilindro 10 que forma el medio de condensación de impurezas y la camisa refrigerada por agua 10' de la forma cilíndrica, dispuesta en el lado exterior de la misma (en lo sucesivo, el primero se denomina como "la cubierta de condensación de impurezas"), y la cubierta de condensación de impurezas 10 se refrigera mediante el calor irradiado desde la camisa refrigerada por agua, y esto es una mejora para aumentar adicionalmente la eficacia de eliminación de fósforo. Al configurar la camisa refrigerada por agua independiente de la cubierta de condensación de impurezas 10, es suficiente simplemente en el momento de la limpieza y eliminación de las impurezas condensadas, con desplazar la cubierta de condensación de impurezas 10 para la eliminación de las mismas, y no es necesario un mecanismo para desplazar los materiales refrigerados por agua para la eliminación de las mismas, y el dispositivo se simplifica.

50 Cuando el dispositivo de captura de impurezas se combina con el dispositivo de prevención de contaminación, según se ilustra en la Figura 4, en el dispositivo de prevención de contaminación representado en la Figura 4, el disco 9 que forma el medio de recepción y contención de impurezas está en contacto con el elemento con forma anular extendido de manera escalonada unido al lado interior del extremo inferior de la cubierta de condensación de impurezas 10, posibilitando la prevención segura de la caída de las impurezas a la masa fundida de silicio 3 mediante la formación de un recipiente cilíndrico con un denominado fondo comprendido de 9 y 10.

En la segunda forma de realización, si el medio de condensación de impurezas 9 del dispositivo de captura de impurezas se puede almacenar en la cámara preparatoria, no existe una prescripción particular en cuanto a su forma o funcionamiento.

El movimiento de la cubierta de condensación de impurezas 10 y el disco 9 se explican por medio de las Figuras 4 (a), (b) y (c). En primer lugar, en la Figura 4 (a), se representa el estado del dispositivo durante los procesos de eliminación de fósforo, y la cubierta de condensación de impurezas 10 está dentro de la cámara de procesado 2, además de estar por encima del medio de apertura del medio de retención de temperatura 6. El disco 9 se sitúa en el extremo superior de la cubierta de condensación de impurezas 10, y las impurezas condensadas se adhieren a la superficie interior de la cubierta de condensación de impurezas 10.

En el caso de que los procesos de eliminación de fósforo terminen o se suspendan temporalmente, en primer lugar, según se ilustra en la Figura 4 (b), solamente el disco 9 se desplaza al extremo inferior de la cubierta de condensación de impurezas 10. El diámetro exterior del disco 9 se fabrica mayor que el diámetro interior del elemento saliente alargado con forma anular de forma escalonada unido al lado extremo inferior interior de la cubierta de condensación de impurezas 10, y para que el disco 9 cierre la abertura de dicho anillo, incluso si las impurezas condensadas unidas a la superficie interior de la cubierta de condensación de impurezas 10 se desprenden y caen, se reciben y son contenidas en el disco 9 y dicho anillo, tal que no caigan dentro de la masa fundida de silicio 3.

A partir de entonces, la relación de posición relativa de la cubierta de condensación de impurezas 10 y el disco 9 se retiene con el fin de que sea la misma que la misma relación de posición relativa que se ilustra en la Figura 4 (b), y cada una de ellas se eleva utilizando el dispositivo de elevación y descenso 11 y 11' (mecanismo de desplazamiento), y después del almacenamiento en la cámara preparatoria 22, según se ilustra en la Figura 4 (c), y se abra la puerta 15, y si las impurezas condensadas se eliminan mediante limpieza o cambio de la cubierta de condensación de impurezas 10 y el disco 9, el fósforo se puede separar por completo del dispositivo, y no solo no hay recontaminación de la masa fundida de silicio 3, sino que se posibilita el procesado continuo de eliminación de fósforo empleando la cubierta de condensación de impurezas 10 y el disco 9 limpiados o cambiados.

En la segunda forma de realización de la presente invención, el dispositivo de captura de impurezas y un dispositivo de prevención de contaminación se ensamblan juntos simultáneamente, y esto posibilita una configuración sencilla del dispositivo que proporciona estas funcionalidades reduciendo los costes del dispositivo, y la fiabilidad del dispositivo es alta, por lo tanto, se posibilita una purificación de silicio económica.

La tercera forma de realización

La tercera forma de realización de la presente invención implica un método de purificación para eliminar las impurezas del silicio utilizando los dispositivos descritos anteriormente en las formas de realización primera y segunda, e incluye una etapa de captura para las impurezas evaporadas de la superficie líquida de la masa fundida de silicio mediante un dispositivo de captura de impurezas, y una etapa en la que la contaminación de la masa fundida de silicio se evita mediante el funcionamiento de un dispositivo de prevención de contaminación. En la etapa de captura de las impurezas, la presión en la cámara de procesado compuesta por un recipiente de vacío se reduce a menos de 500 Pa, más preferiblemente a menos de 10 Pa, y lo más preferiblemente a menos de 1 Pa, y la materia prima de silicio se calienta por encima de su punto de fusión, y se retiene en el estado fundido, evaporando el fósforo y el silicio, incluido el monóxido de silicio de la masa fundida de silicio, y estos se capturan como impurezas condensadas por el dispositivo de captura de impurezas, para eliminar selectivamente el fósforo de la masa fundida de silicio. Por otra parte, en la etapa de prevención de la contaminación del silicio fundido, a la alta presión en la cámara de procesado de más de 500 Pa, más preferiblemente mayor de 2000 Pa que suprime la evaporación de fósforo y silicio y similares, se evita que las impurezas condensadas caigan dentro de la masa fundida de silicio para posibilitar la obtención de silicio purificado con una óptima baja concentración de fósforo.

Si las impurezas condensadas cayeron dentro de la masa fundida de silicio, la concentración de fósforo, que se había reducido una vez en la masa fundida de silicio, se eleva una vez más. Además, dado que es difícil controlar la cantidad de impurezas condensadas que caen, el resultado es un producto con una eliminación de fósforo insuficiente, y debido a que la concentración de fósforo después del procesado no se estabiliza, normalmente se requiere un período de procesado innecesariamente largo. Por medio del presente método, se posibilita la eliminación de las impurezas condensadas, y debido a que la caída de las impurezas condensadas en el crisol se evita casi por completo, se puede obtener silicio purificado con una baja concentración de fósforo de forma estable, posibilitando el ajuste de un tiempo de procesado de purificación acortado, dando como resultado una productividad mejorada.

El método de purificación de silicio de la presente invención, en el momento de la purificación del silicio contenido en el crisol, inserta una etapa que evita la contaminación de la masa fundida de silicio mediante la suspensión del proceso de purificación de silicio, y puede realizar la etapa de captura de las impurezas en varias iteraciones. En otras palabras, en la etapa de prevención de la contaminación de la masa fundida de silicio, después de la eliminación de las impurezas recibidas y contenidas en el medio de recepción y contención de impurezas, si la etapa de captura de las impurezas se realiza a partir de entonces, incluso con materia prima de silicio que contenga altas concentraciones de impurezas tales como fósforo y similares, al tiempo que se evita la contaminación de la masa fundida de silicio por medio de la captura de las impurezas mediante el dispositivo de captura de impurezas, se posibilita la obtención del silicio purificado con bajas concentraciones de impurezas. Además, después de que se completa el procesado de purificación del silicio en el crisol, el medio de recepción y contención de impurezas del

dispositivo de prevención de contaminación se sitúa en la posición de funcionamiento entre la superficie líquida de la masa fundida de silicio y el medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas, en prevención de la etapa de contaminación de la masa fundida de silicio, y se puede recuperar el silicio en el crisol. De esta forma, se posibilita la prevención completa de la contaminación por la caída de las impurezas, al tiempo que se recupera silicio purificado.

Ejemplos

De aquí en adelante, se explica la presente invención con más detalle en base a ejemplos, pero la presente invención no está restringida por el contenido siguiente.

(Ejemplo 1)

La configuración básica del dispositivo utilizado es la mostrada en Figura 1. El recipiente, que puede tener su presión reducida, que forma la cámara de procesado 2 es una estructura con camisa refrigerada por agua, y está provisto con una bomba de aceite estanca, y una bomba amplificadora mecánica en una bomba de vacío de dos etapas. Un crisol de grafito de alta pureza con el diámetro exterior de 1000 mm, y un diámetro interior de 900 mm, y una profundidad (dimensiones interiores) de 500 mm se puede insertar en el recipiente de presión reducida, además de un calentador de grafito de alta pureza que se sitúa cubriendo las superficies laterales y la superficie inferior de este crisol, y un material de aislamiento térmico de carbono se dispone en el lado exterior de la pieza. El calentador de grafito posibilita una potencia máxima de 300 kW de potencia eléctrica.

Al tiempo que continúa el calentamiento del crisol, los dos mecanismos siguientes son según se ilustran en la Figura 1, para posibilitar el procesado continuo de eliminación de fósforo en varias decenas de cargas. En primer lugar, existe el mecanismo de suministro de materia prima, y es un mecanismo en donde se insertan 500 kg de materia prima de silicio desde el medio de apertura del crisol sin eliminar la atmósfera de aire del interior del recipiente a presión reducida. En segundo lugar, existe el mecanismo para extraer la masa fundida de silicio al completar el procesado de eliminación de fósforo, y en este ejemplo, no solo existe un mecanismo equipado para inclinar el recipiente a presión reducida junto con el crisol de grafito, existe una abertura de extracción de la masa fundida de silicio dispuesta en el medio superior del crisol de grafito, y una cámara de recepción de masa fundida de silicio apta para presión reducida dispuesta en el recipiente de recepción de masa fundida, y mediante la conexión del recipiente de presión reducida en donde está dispuesto dicho crisol con la cámara de recepción de la masa fundida de silicio en donde dicho recipiente de recepción de masa fundida se dispone a través de una válvula de compuerta, la masa fundida de silicio con el procesado de eliminación de fósforo completado, se transporta desde el crisol al recipiente de recepción de masa fundida sin exposición al aire, y a partir de entonces, la cámara de procesado y la cámara de recepción de masa fundida están mutuamente separadas entre sí, posibilitando la extracción del silicio procesado.

El dispositivo de prevención de contaminación también es según se ilustra en la Figura 1 y tiene un medio de recepción y contención de impurezas compuesto por una chapa plana sujeta en el mecanismo de desplazamiento que posibilita el desplazamiento entre la cámara de procesado y la cámara preparatoria, y la cámara preparatoria se puede convertir libremente entre la presión atmosférica y la presión reducida, sin romper el vacío de la cámara de procesado por medio de una válvula de compuerta y la bomba de vacío. Por lo tanto, el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación se puede desplazar libremente entre la cámara de procesado y la cámara preparatoria independientemente del estado de presión de la cámara de procesado y mientras el procesado de eliminación de fósforo se almacena en la cámara preparatoria, y cuando el procesado de eliminación de fósforo se suspende o termina, se dispone directamente debajo del medio de condensación de impurezas con respecto al dispositivo de captura de impurezas, así como directamente encima de la abertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida. En este ejemplo 1, la cámara preparatoria se abre después del almacenamiento de cada carga en la cámara preparatoria, y se eliminan las impurezas condensadas capturadas en el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación.

Si el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación se mantiene en la posición de almacenamiento normal en la cámara preparatoria, también es posible el procesado de eliminación de fósforo que no emplea el dispositivo de prevención de contaminación. En otras palabras, en el ejemplo 1, el dispositivo de prevención de contaminación se utiliza con cada carga, y se aplican en secuencia 15 cargas de procesado de eliminación de fósforo. Por otro lado, el ejemplo comparativo también posibilitó 15 procesos de eliminación de fósforo en secuencia, pero el dispositivo de prevención de contaminación no se utilizó en absoluto.

Como en las preparaciones para el procesado de eliminación de fósforo, en primer lugar, el interior de la cámara de presión reducida que dispone del Crisol de grafito se enjuagó con gas argón, y la presión se redujo a 3000 Pa, y con la presión de la atmósfera de gas argón mantenida a 3.000 Pa, se calentó el crisol y se mantuvo a 1600 °C. En este ejemplo 1, se aplicaron de forma secuencial 15 cargas del procesado de eliminación de fósforo descrito a continuación. Un ciclo de procesado, en primer lugar, implicó la inserción y fusión de 500 kg de materia prima de silicio en el crisol, mientras se mantenía una atmósfera de gas argón a 3000 Pa, seguido por la reducción de la presión en el interior del recipiente a menos de 10 Pa utilizando la bomba de vacío y manteniendo esa etapa durante

12 horas como el procesado de eliminación de fósforo, y además, después de devolver el interior del recipiente a una atmósfera de gas de argón de 3000 Pa, el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación se desplaza directamente debajo del medio de condensación de impurezas con respecto al dispositivo de captura de impurezas, además de devolver el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación a la posición de espera (cámara preparatoria), después de recuperar toda la cantidad extraída de masa fundida de silicio procesado del crisol. Después de que las 15 cargas se hayan completado, se reduce la temperatura del crisol mientras se mantiene la presión de la atmósfera de gas argón a 3000 Pa, para completar el procesado continuo.

La materia prima de silicio empleada tenía una concentración de fósforo inicial de 10 ppm en peso. Parte del silicio solidificado extraído después del procesamiento se muestreó, y la concentración de fósforo se midió utilizando el método de espectroscopía de emisión ICP, para evaluar la eficacia de eliminación de fósforo. Ahora, el límite de valor inferior detectable del análisis del método de espectroscopía de emisión ICP fue de 0,02 ppm en peso.

La Tabla 1 presenta la concentración de fósforo después del procesado, de la carga 1^a-15^a en el ejemplo 1 y del ejemplo de comparación. En el ejemplo 1, el silicio procesado recuperado de todas las cargas 1-15 podría utilizarse como materia prima para células solares con concentraciones de fósforo de menos de 0,1 ppm en peso. Por otro lado, hubo cargas en las que la concentración de fósforo fue menor de 0,1 ppm en peso, pero también hubo cargas donde el nivel estuvo por encima de 0,1 ppm en peso, y el resultado fue que no se posibilitó el procesado estable de eliminación de fósforo, y los efectos de la caída de las impurezas condensadas, elevando la concentración de fósforo, fueron evidentes.

(Ejemplo 2)

La estructura básica del dispositivo utilizado es como la representada en la Figura 3. Aparte de la configuración del dispositivo de prevención de contaminación que es distinta de la del ejemplo 1, el mecanismo de suministro de materia prima, incluyendo el mecanismo de extracción de la masa fundida, son los mismos que en el ejemplo 1. Además, con respecto al procedimiento de procesado continuo, distinto de la utilización del procedimiento del dispositivo de prevención de contaminación descrito a continuación, se aplica el mismo procedimiento que en el ejemplo 1.

Según se representa en el dispositivo de prevención de contaminación ilustrado en la Figura 3, hay un medio de recepción y contención de impurezas compuesto por una chapa con forma de disco unida a un eje giratorio, y el medio de recepción y contención de impurezas tiene un mecanismo que se puede desplazar directamente entre por encima de la posición de funcionamiento de la masa fundida de silicio y la posición de espera separada de la masa fundida de silicio por medio del giro del eje giratorio. En este ejemplo, el material de la chapa con forma de disco, y el eje giratorio al que está unida la chapa en forma de disco es grafito. La chapa con forma de disco que forma el medio de recepción y contención de impurezas, según se ilustra en la Figura 3 (a), se coloca con el fin de no cubrir y evitar que el medio de apertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida durante el proceso de eliminación de fósforo, y después de que el proceso de eliminación de fósforo se suspenda o termine, según se ilustra en la Figura 3 (b), se desplace girando el eje giratorio, y se coloca con el fin de cubrir el medio de apertura del medio de retención de temperatura de la masa fundida. En el dispositivo de este segundo ejemplo, debido a que no es posible la eliminación de las impurezas condensadas capturadas en el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación, las impurezas condensadas que caen durante las 15 cargas continuas se acumularon en el medio de recepción y contención de impurezas. Ahora, incluso en este ejemplo 2, el propio medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas tiene una configuración que posibilita la limpieza, pero sólo como con el ejemplo 1, recibiendo y conteniendo mediante el dispositivo de prevención de contaminación las impurezas condensadas, aunque sea imperfecto. La función de eliminación de las impurezas condensadas del dispositivo de captura de impurezas se asegura de manera eficaz.

La Tabla 1 representa la concentración de fósforo después de la(s) 1-15 cargas procesadas en el ejemplo 2. En el ejemplo 2, en todas las cargas 1-15, se posibilitó que recuperen el silicio procesado con una concentración de fósforo de menos de 0,1 ppm en peso lo que posibilita la utilización del mismo como materia prima de células solares. Por otro lado, en comparación con el ejemplo 1, la concentración de fósforo a partir de la 8^a carga en adelante fueron cargas con una concentración de fósforo que era cercana a 0,1 ppm en peso, tal que la concentración de fósforo era inestable. En este ejemplo 2, se asume que parte de las impurezas condensadas acumuladas por el medio de recepción y contención de impurezas del dispositivo de prevención de contaminación se desbordan, contaminando la masa fundida de silicio.

(Ejemplo 3)

La estructura básica del dispositivo utilizado es como la representada en la Figura 4, y aparte de la provisión del mecanismo de eliminación simultánea de impurezas del medio de recepción y contención del dispositivo de prevención de contaminación y el medio condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas a la cámara preparatoria, que es distinto del de los ejemplos 1 y 2, es la misma que en los ejemplos 1 y 2, incluyendo el mecanismo de suministro de materias primas no ilustrado y el mecanismo de extracción de masa fundida. Además, con respecto al procedimiento del procesado continuo, distinto de los procedimientos de utilización del dispositivo de

prevención de la contaminación descritos a continuación, se aplicaron los mismos procedimientos que en el ejemplo comparativo y los ejemplos 1 y 2.

5 El dispositivo de captura de impurezas es una configuración con las impurezas de condensación que se unen al lado interior de la cubierta de condensación de impurezas con una forma cilíndrica de acero inoxidable, y aunque la cubierta de condensación de impurezas que forma el medio de condensación de impurezas se refrigera mediante refrigeración por radiación por medio de la camisa refrigerada por agua de la forma cilíndrica dispuesta ajustada al exterior de la misma, la cubierta de condensación de impurezas se equipa con un mecanismo de desplazamiento (dispositivo de elevación y descenso) que posibilita el desplazamiento de la cubierta de condensación de impurezas en la dirección de la altura, aunque la propia camisa refrigerada por agua se deja en la cámara de procesado y no se desplaza, se puede desplazar desde la posición cerrada de la válvula de compuerta, a la posición que permite la llegada a la superficie del medio de retención de temperatura de la masa fundida de silicio instalado en la superficie superior del crisol.

15 El dispositivo de prevención de contaminación también es como se ilustra en la Figura 4 y tiene un medio de recepción y contención de impurezas compuesto de un disco de acero inoxidable, además de estar provisto de un mecanismo que posibilita el desplazamiento en la dirección vertical (el dispositivo de elevación y descenso) independiente de la cubierta de condensación de impurezas, y se puede desplazar a un límite inferior de la posición extrema inferior de la cubierta de condensación de impurezas. Aquí, se proporciona un elemento con forma anular alargado de forma escalonada en el lado extremo interior inferior de la cubierta de condensación de impurezas, además del diámetro interior de la forma anular se crea más pequeño que el diámetro exterior de dicho disco de acero inoxidable y tanto al descender el disco como al elevar la cubierta de condensación de impurezas, la abertura del extremo inferior de la cubierta de condensación de impurezas se cierra cuando ambas alcanzan una altura de interferencia, evitando por completo la caída de impurezas condensadas de la cubierta de condensación de impurezas.

25 En el Ejemplo 3, el propio medio de condensación de impurezas del dispositivo de captura de impurezas también tiene una configuración que se puede limpiar, y después del almacenamiento en la cámara preparatoria después de la suspensión o finalización del procesado de eliminación de fósforo (Figura 4 (c)), las impurezas condensadas adheridas o acumuladas en el medio de condensación de impurezas y el medio de recepción y contención de impurezas. se eliminan casi por completo en el momento de cada carga, tal que no se pueden acumular en la cámara de procesado y no pueden contaminar la masa fundida de silicio.

30 Las concentraciones de fósforo después del procesado de las cargas 1^a-15^a del ejemplo 3 se representan en la Tabla 1, pero para todas las cargas de 1-15, se posibilitó la recuperación de silicio procesado con una concentración de fósforo de menos de 0,1 ppm en peso que se puede utilizar como materia prima para células solares. Además, se obtuvo una concentración de menos de 0,02 ppm en peso de forma estable en todas las cargas, posibilitando un procesado de eliminación de fósforo estabilizado adicional comparado con los ejemplos 1 y 2, posibilitando un acortamiento del tiempo de procesado y una productividad mejorada.

Tabla 1

Valores de análisis de la concentración de fósforo (Unidades: ppm)

N.º de carga	Ejemplo de comparación	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
1	0,08	<0,02	<0,02	<0,02
2	0,12	<0,02	<0,02,	<0,02
3	0,09	<0,02	<0,02	<0,02
4	0,05	<0,02	<0,02	<0,02
5	0,23	<0,02	<0,02	<0,02
6	0,11	<0,02	0,03	<0,02
7	0,07	<0,02	<0,02	<0,02
8	0,05	<0,02	0,04	<0,02
9	0,18	<0,02	0,03	<0,02
10	0,13	0,03	0,07	<0,02
11	0,15	<0,02	0,04	<0,02

ES 2 673 543 T3

12	0,19	<0,02	0,09	<0,02
13	0,25	0,04	0,05	<0,02
14	0,23	0,03	0,06	<0,02
15	0,31	0,02	0,08	<0,02

Explicación de los números de referencia

1 y 1'	La bomba de vacío
2	La cámara de procesado
3	La masa fundida de silicio
5	4 El crisol
5	El medio de calentamiento
6	El medio de retención de temperatura de la masa fundida
7	El medio de condensación de impurezas
8	El medio de recepción y contención de impurezas
10	9 Un disco
10	La cubierta de condensación de impurezas
10'	La camisa de refrigeración por agua
11 y 11'	El dispositivo de elevación y descenso
12	La cámara de procesado
15	14 Una válvula de compuerta
15	Una puerta
20	La cámara de suministro de materia prima
21	La cámara de recepción de masa fundida de silicio
22	La cámara preparatoria
20	23 Un recipiente

REIVINDICACIONES

1. Un dispositivo de purificación de silicio para separar y eliminar las impurezas evaporadas de la masa fundida de silicio generadas por calentamiento y fusión del silicio a presiones inferiores a 500 Pa, comprendiendo el dispositivo una cámara de procesado (2) que incluye un crisol (4) que contiene el silicio , un medio de calentamiento (5), un medio de reducción de presión (1) y un medio de condensación de impurezas (7) para refrigerar y condensar el vapor de impurezas que se evapora de la superficie líquida de la masa fundida de silicio (3), caracterizado por que el dispositivo de purificación de silicio comprende además un medio de recepción y contención de impurezas (8) para recibir y contener las impurezas, estando preparado el medio de recepción y contención de impurezas (8) tal que durante el procesado de purificación de silicio, el medio de recepción y contención de impurezas (8) se sitúa en posición de espera, y el vapor de las impurezas se condensa mediante el medio de condensación de impurezas (7), y cuando el procesado de purificación de silicio se suspende y/o termina, el medio de recepción y contención de impurezas (8) se sitúa en una posición de funcionamiento entre el medio de condensación de impurezas (7) y la superficie líquida de la masa fundida de silicio (3), recibiendo y conteniendo las impurezas que caen.
2. El dispositivo de purificación de silicio de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el medio de recepción y contención de impurezas (8) está contenido en una cámara preparatoria (22) y el medio de recepción y contención de impurezas (8) se puede desplazar de la cámara preparatoria (22) a la cámara de procesado (2); tal que la cámara de procesado (2) se conecta a la cámara de preparación (22) a través de una válvula de compuerta (14); y la cámara de preparación (22) se provee de una bomba de vacío (1).
3. El dispositivo de purificación de silicio de acuerdo con la reivindicación 2, en donde mientras se mantienen los procesos de purificación de silicio, el medio de recepción y contención de impurezas (8) permanece dentro de la cámara preparatoria (22), y cuando el procesado de purificación de silicio se suspende y/o termina, el medio de recepción y contención de impurezas (8) se desplaza a través de la válvula de compuerta (14) proporcionada en el medio de reducción de presión (1) al interior de la cámara de procesado (2).
4. El dispositivo de purificación de silicio de las reivindicaciones 2 o 3, en donde el medio de recepción y contención de impurezas (8) tiene una superficie de bloqueo térmica en un lado preparada para bloquear la radiación térmica de la superficie líquida de la masa fundida de silicio (3) y una superficie de contención en el lado opuesto preparada para recibir y contener las impurezas que caen desde el medio de condensación de impurezas (7) en posición de funcionamiento.
5. El dispositivo de purificación de silicio de la reivindicación 4, en donde el medio de condensación de impurezas (7) comprende una cubierta de condensación de impurezas (10) y el medio de recepción y contención de impurezas (8) es un disco (9) que se desplaza al extremo inferior la cubierta de condensación de impurezas (10) para recoger las impurezas condensadas en la superficie interior de la cubierta de condensación de impurezas (10).
6. El dispositivo de purificación de silicio de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el medio de condensación de impurezas (7) se selecciona del grupo que comprende un elemento metálico con forma de disco refrigerado por agua, un elemento metálico con forma cilíndrica refrigerado por agua y un elemento metálico con forma de espiral refrigerado por agua.
7. El dispositivo de purificación de silicio de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde una cámara de recepción de masa fundida de silicio (21) preparada para silicio fundido se conecta a la cámara de procesado (2) a través de una válvula de compuerta (14) y el silicio purificado se recibe y recupera en un recipiente (23) situado en la cámara de recepción de masa fundida de silicio (21).
8. El dispositivo de purificación de silicio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que una cámara de suministro de materia prima (20) equipada con un medio de reducción de presión (1) y una tolva de inserción de materia prima se conectan a la cámara de procesado (2) a través de una válvula de compuerta (14), y se posibilita el procesado continuo mediante la inserción de materia prima de silicio que contiene impurezas, después el silicio purificado se recupera.
9. Uso del dispositivo de purificación de silicio de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para purificar silicio metálico.
10. Un método de purificación de silicio que utiliza el dispositivo de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende las siguientes etapas:
 - a) Llenado del crisol (4) con silicio;
 - b) Fundición del silicio utilizando medios de calentamiento (5);
 - c) Mantenimiento de la masa fundida de silicio (3) a una temperatura que permita que el silicio este en estado fundido y presiones por debajo de 500 Pa, con lo cual las impurezas se evaporan y condensan en el medio de condensación de impurezas (7);

d) Recuperación de las impurezas condensadas utilizando el medio de recepción y contención de impurezas (8);

e) Transporte de la masa fundida de silicio (3) a la cámara de recepción de masa fundida de silicio (21).

11. El método de purificación de silicio de la reivindicación 10, en donde la presión en la cámara de procesado (2) durante la etapa d) es superior a 500 Pa.

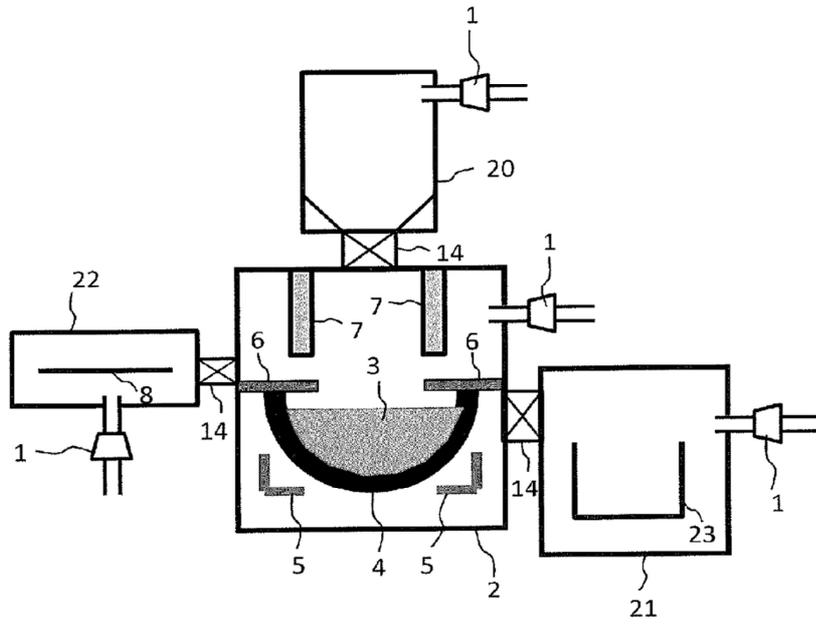


FIGURA 1

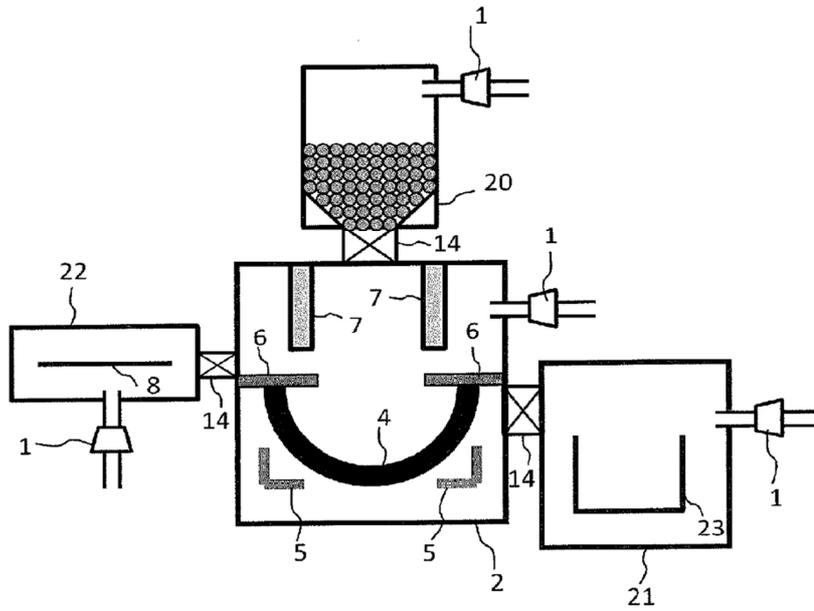


FIGURA 2A

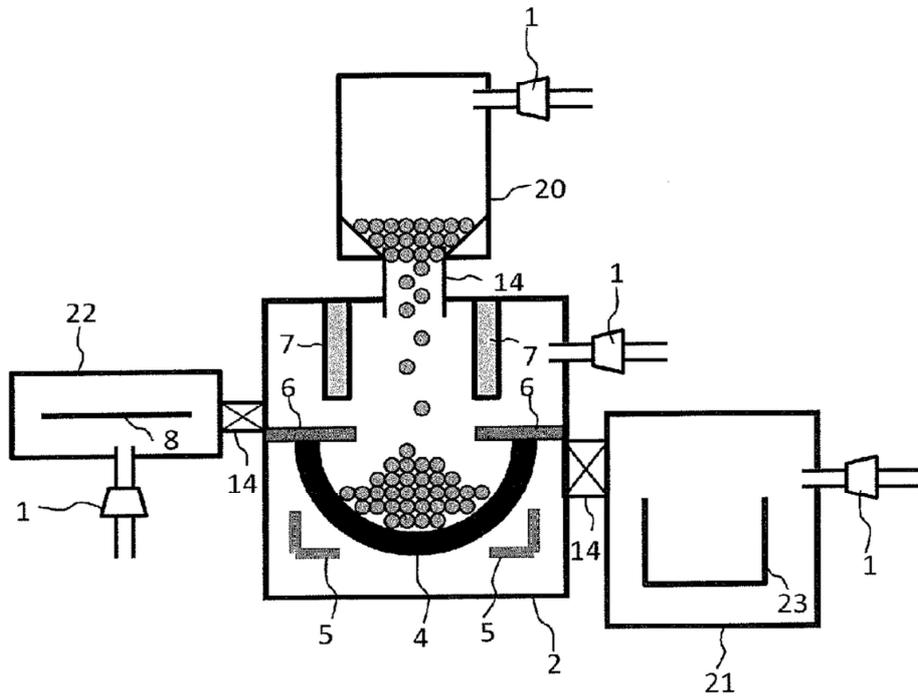


FIGURA 2B

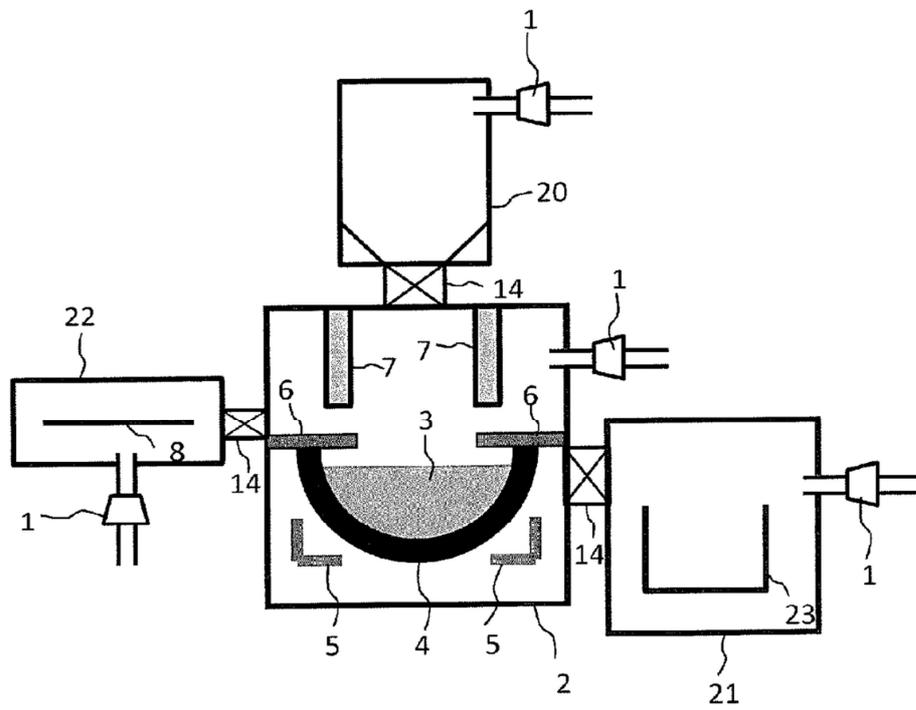


FIGURA 2C

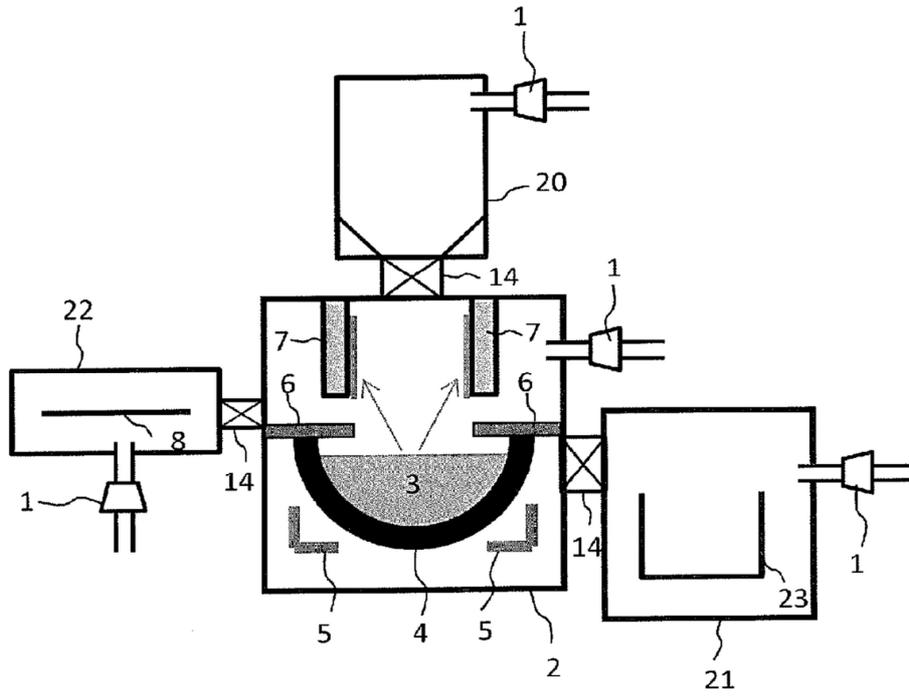


FIGURA 2D

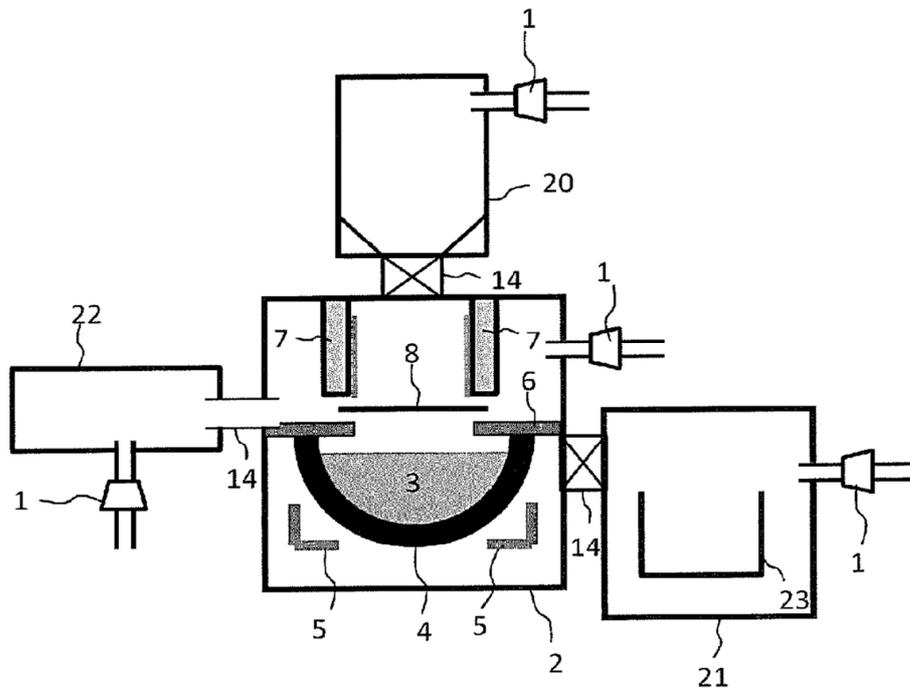


FIGURA 2E

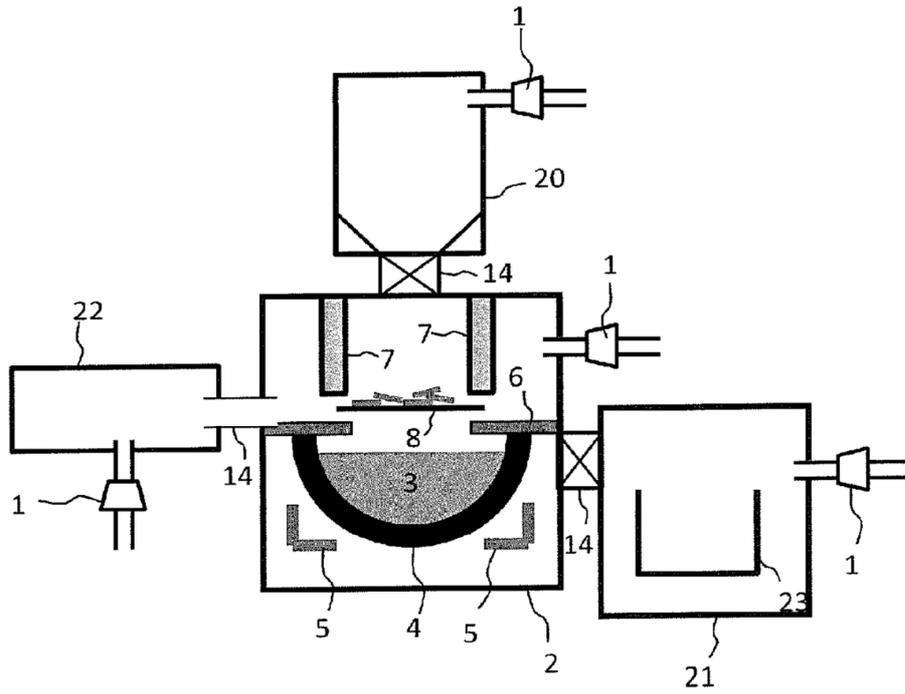


FIGURA 2F

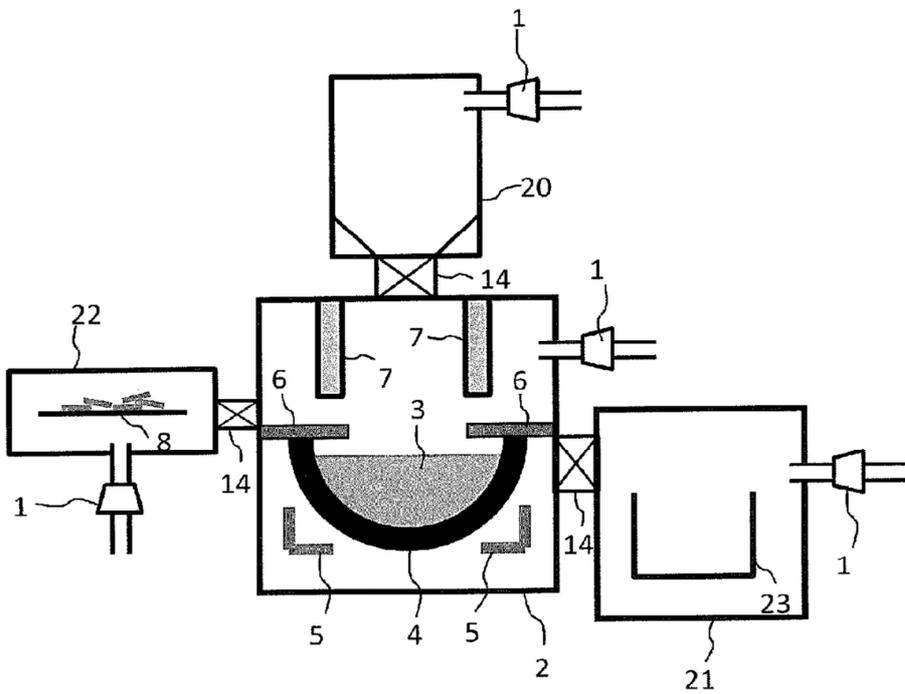


FIGURA 2G

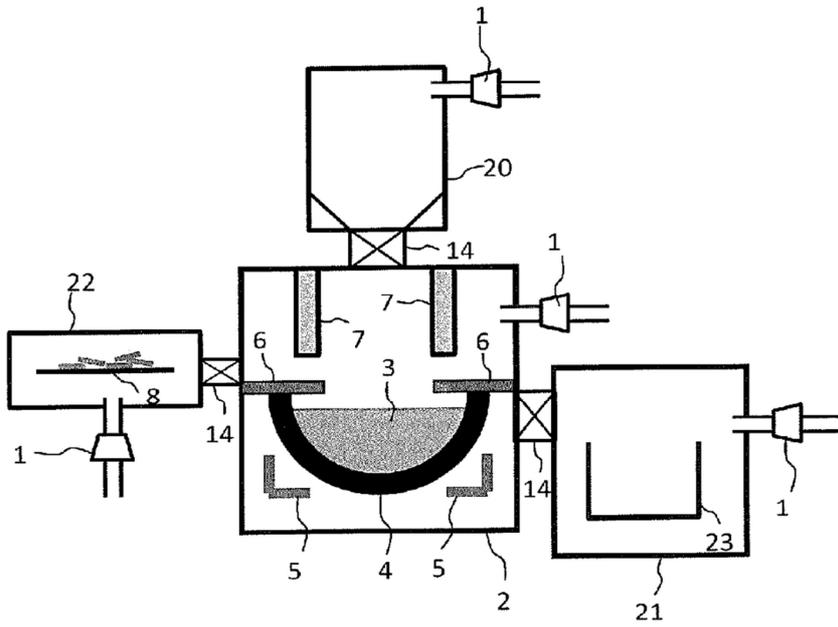


FIGURA 2H

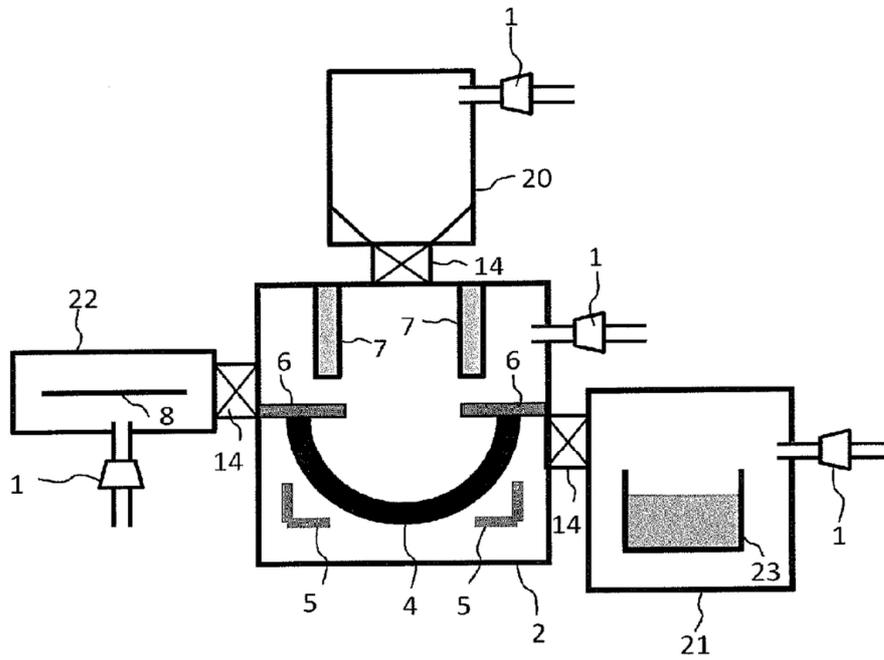


FIGURA 2I

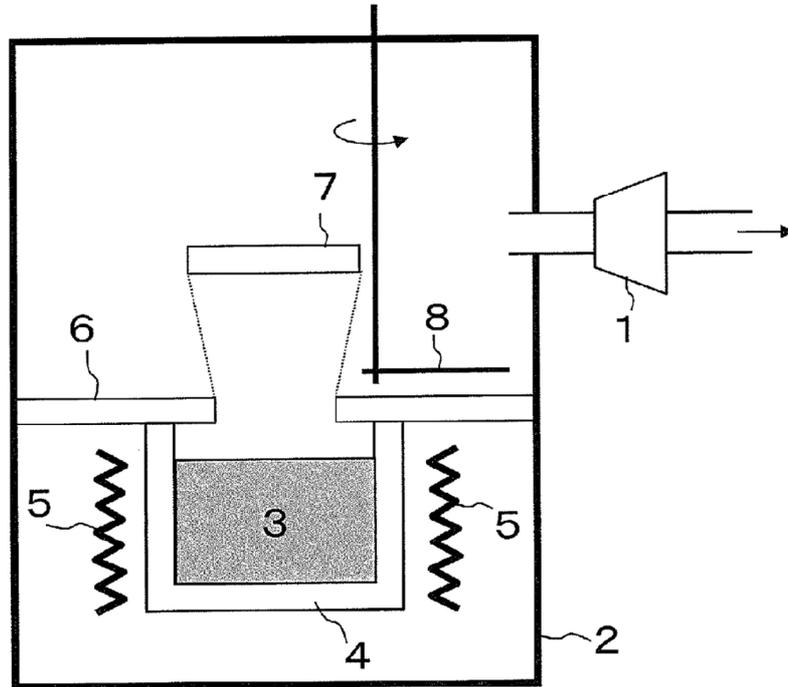


FIGURA 3A

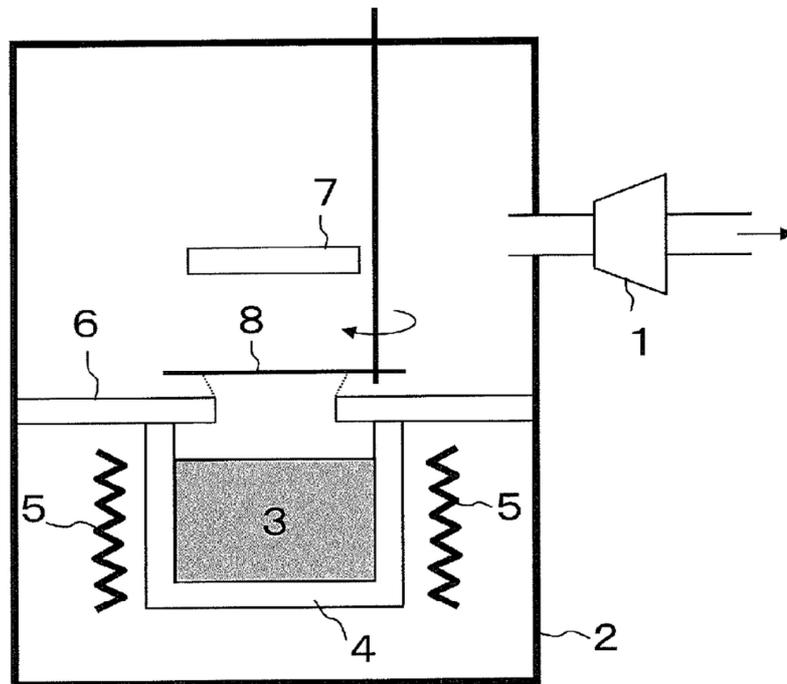


FIGURA 3B

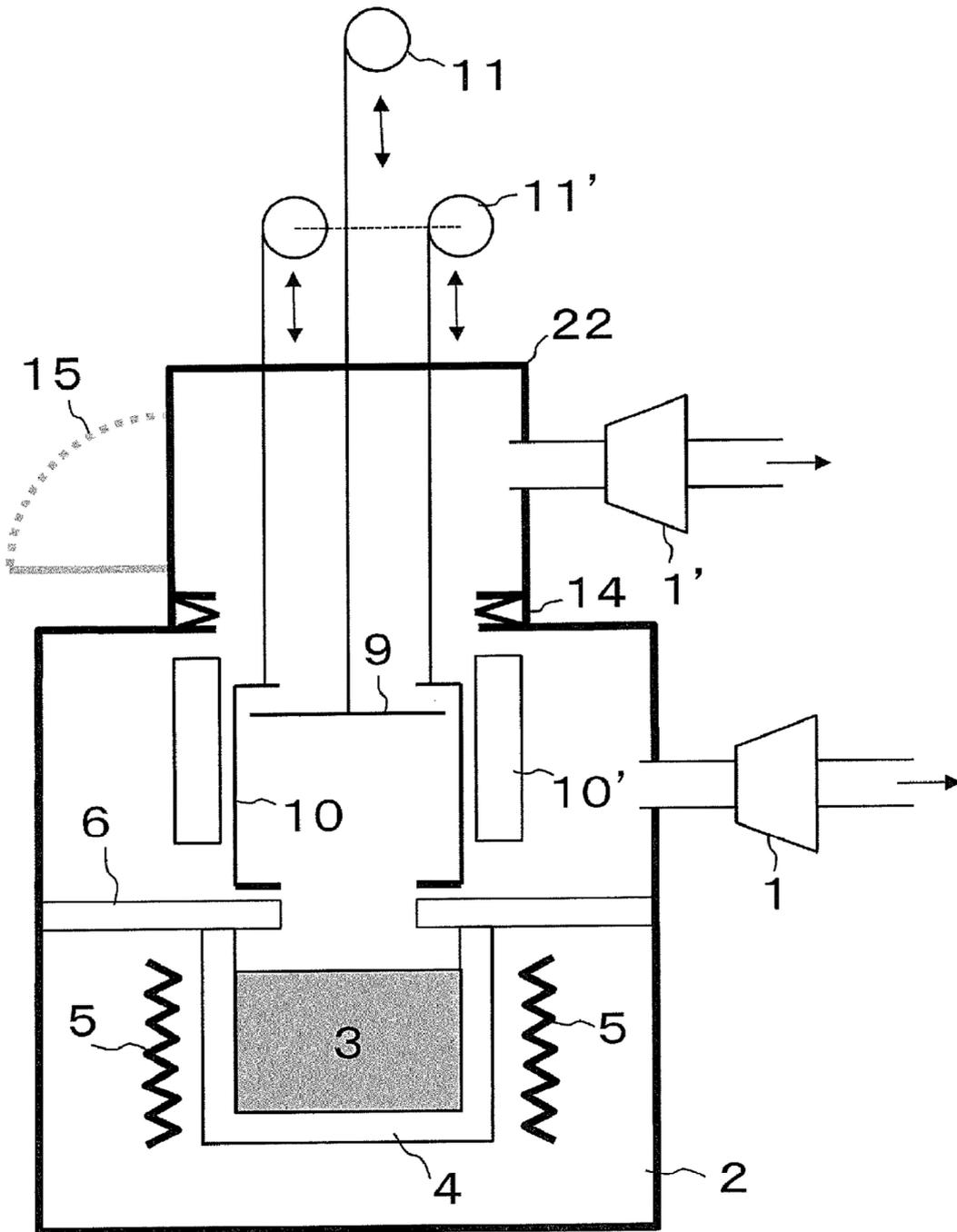


FIGURA 4A

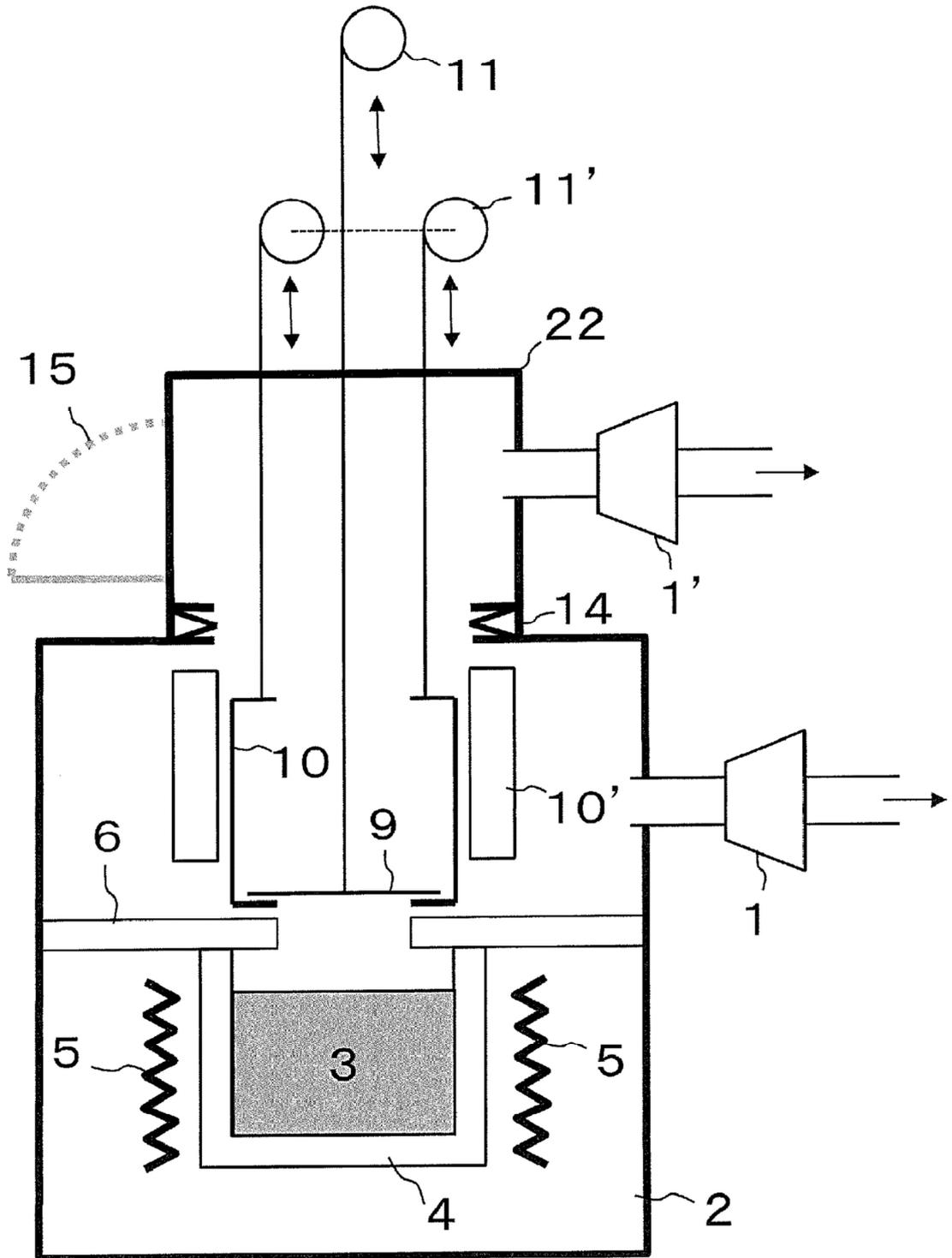


FIGURA 4B

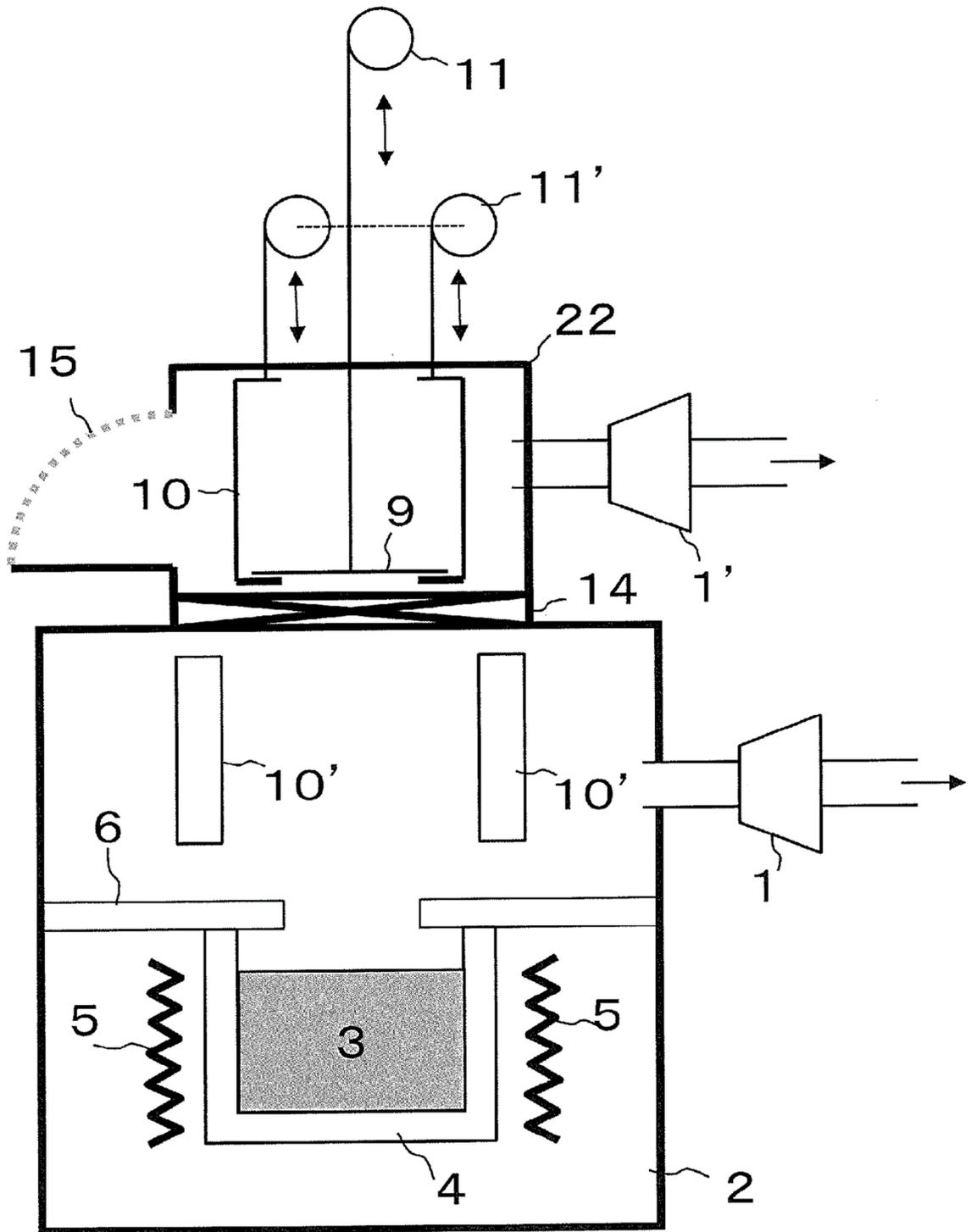


FIGURA 4C