

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 745 643**

51 Int. Cl.:

**F27B 14/06** (2006.01)

**F27B 19/00** (2006.01)

**C22B 9/00** (2006.01)

**C22B 9/16** (2006.01)

**C01B 33/037** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.10.2012 PCT/FR2012/052397**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.04.2013 WO13057450**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.10.2012 E 12787782 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.06.2019 EP 2769160**

54 Título: **Instalación de purificación de un material**

30 Prioridad:

**20.10.2011 FR 1159499**

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

**03.03.2020**

73 Titular/es:

**ECM GREENTECH (100.0%)  
46 Rue Jean Vaujany Technisud  
38100 Grenoble, FR**

72 Inventor/es:

**DELAGE, DANIEL y  
LECOMTE, GUILLAUME**

74 Agente/Representante:

**SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro**

ES 2 745 643 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**

Instalación de purificación de un material

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a la purificación de un material, por ejemplo, un material semiconductor, en concreto, la purificación de silicio para constituir unas células de producción de energía eléctrica por efecto fotovoltaico.

10

**Exposición de la técnica anterior**

Actualmente, la mayoría del silicio destinado a las aplicaciones fotovoltaicas se produce por unos tratamientos químicos similares a los tratamientos utilizados para la producción del silicio destinado a las aplicaciones electrónicas. Estos procedimientos químicos están bien controlados, pero solicitan unas inversiones muy pesadas y conducen a unos costes de producción elevados.

15

La presión sobre los costes de la energía fotovoltaica ha conducido a buscar unos procedimientos de purificación alternativos a la vía química, llamados procedimientos metalúrgicos. Estos procedimientos consisten en aplicar a un silicio de calidad metalúrgica, que puede contener hasta un 1 o un 2 % de impurezas, diferentes tratamientos, con el fin de reducir la tasa de impurezas. Aunque las restricciones de pureza para silicio destinado a las aplicaciones fotovoltaicas son menos severas que las para silicio destinado a las aplicaciones electrónicas, siguen siendo estrictas, con un nivel de impureza global inferior a algunas decenas de ppm (parte por millón). Los niveles aceptables de boro y de fósforo son particularmente críticos y son de algunas décimas de ppm.

20

25

Para reducir la cantidad de fósforo, uno de los métodos posibles consiste en mantener un baño de silicio líquido contenido en un crisol bajo una atmósfera a baja presión, de forma que se obtenga la evaporación del fósforo. La cantidad de fósforo evaporado es tanto más elevada en cuanto que la superficie de intercambio entre el silicio fundido y la atmósfera a baja presión, llamada, igualmente, superficie libre del silicio fundido, es grande. Para una superficie de intercambio dada, la duración del procedimiento de purificación es proporcional al volumen de silicio contenido en el crisol.

30

No obstante, existe una necesidad de un procedimiento de purificación del silicio por evaporación bajo una atmósfera a baja presión que sea compatible con una explotación a una escala industrial, en concreto, un procedimiento de purificación que se puede realizar a unos costes competitivos.

35

Para implementar el procedimiento de purificación por evaporación a baja presión, una posibilidad consiste en utilizar un crisol de grandes dimensiones para obtener una gran superficie de intercambio entre el silicio fundido y la atmósfera a baja presión, al mismo tiempo que se utiliza un crisol con una altura reducida, de forma que se aumente la relación superficie-volumen. Esta solución presenta diferentes inconvenientes: por una parte, la realización de unos crisoles de este tipo es difícil y cara; por otra parte, la estructura de un horno de este tipo de geometría plana y, por lo tanto, muy poco compacta es muy desfavorable en el plano energético. En efecto, las superficies de un horno de este tipo al nivel de las que se pueden producir unos intercambios térmicos son elevadas, lo que conduce a unas pérdidas térmicas importantes por radiación en la superficie libre del silicio líquido a alta temperatura y por conducción sobre las paredes del crisol.

40

45

Los documentos EP1249520 y JP 2002-029727 describen unas instalaciones de purificación de un metal fundido que comprenden varios crisoles ensamblados en cascada.

**50 Resumen**

La presente invención tiene como propósito una instalación de purificación a baja presión de un material, en concreto, un material semiconductor, tal como el silicio, que permite la implementación de un procedimiento de purificación compatible con una explotación a una escala industrial.

55

Según otro objeto, la instalación de purificación tiene una estructura particularmente simple y presenta un espacio necesario reducido.

Según otro objeto, la instalación de purificación tiene, en funcionamiento, un rendimiento energético elevado.

60

Según otro objeto, la instalación de purificación tiene una productividad compatible con una explotación a una escala industrial.

Según otro objeto, la instalación de purificación permite, además, la producción de manera continua o de manera semicontinua del material semiconductor purificado.

65

Para lograr todo o parte de estos objetos, así como otros, un modo de realización de la presente invención prevé una instalación de purificación de un material, que comprende un recinto que contiene:

- 5 - un conjunto de crisoles, incluyendo cada crisol una cámara destinada a contener el material en el estado fundido y un conducto de evacuación del material en el estado fundido fuera de la cámara, incluyendo el conjunto al menos unos primer, segundo y tercer crisoles, estando el primer crisol al menos en parte a plomo del segundo crisol y estando en contacto con el segundo crisol, desembocando el conducto de evacuación del primer crisol en el segundo crisol y estando el segundo crisol al menos en parte a plomo del tercer crisol y estando en contacto con el tercer crisol, desembocando el conducto de evacuación del segundo crisol en el tercer crisol;
- 10 - un sistema de calentamiento que rodea al menos en parte cada crisol; y
- un sistema de recuperación del material en el estado fundido suministrado por el conducto de evacuación de uno de los crisoles de dicho conjunto;
- una chimenea contigua al conjunto de crisoles, comprendiendo cada crisol una conducción por medio de la que la cámara del crisol se comunica con la chimenea;
- 15 - una bomba de vacío conectada a la chimenea.

Según un modo de realización de la presente invención, la cámara de cada crisol está conformada para que la relación entre la raíz cuadrada de la superficie libre del material en el estado fundido en la cámara y la altura del material en el estado fundido en la cámara sea superior o igual a cinco.

Según un modo de realización de la presente invención, la instalación de purificación comprende un sistema de suministro del material, en el estado sólido o en el estado fundido, a uno de los crisoles de dicho conjunto.

Según un modo de realización de la presente invención, el primer crisol recubre al menos un 75 %, preferentemente al menos un 80 %, más preferentemente al menos un 90 %, en particular, un 100 %, del segundo crisol y el segundo crisol recubre al menos un 75 %, preferentemente al menos un 80 %, más preferentemente al menos un 90 %, en particular, un 100 %, del tercer crisol.

Según un modo de realización de la presente invención, los crisoles están al menos en parte apilados según una dirección de apilamiento y el conducto de evacuación del segundo crisol está dispuesto de forma opuesta a los conductos de evacuación de los primer y tercer crisoles con respecto a la dirección de apilamiento.

Según un modo de realización de la presente invención, la cámara de cada crisol comprende un fondo y el conducto de evacuación comprende una abertura en la cámara, la relación entre la raíz cuadrada de la sección de la cámara en un plano horizontal que está al ras de la abertura y la altura entre el fondo y la abertura según la dirección vertical es superior o igual a cinco.

Según un modo de realización de la presente invención, el conjunto de crisoles comprende un cuarto crisol, estando el tercer crisol al menos en parte a plomo del cuarto crisol, desembocando el conducto de evacuación del tercer crisol en el cuarto crisol.

Según un modo de realización de la presente invención, el recinto contiene una atmósfera a una presión inferior o igual a 100 Pa.

Según un modo de realización de la presente invención, la instalación de purificación comprende una chimenea contigua al conjunto de crisoles y una bomba de vacío conectada a la chimenea por una conducción, comunicándose la cámara de cada crisol con la chimenea.

Según un modo de realización de la presente invención, para cada crisol, la cámara comprende al menos dos caras opuestas y, para cada crisol, el conducto de evacuación comprende una abertura pasante a lo largo de una de las caras.

Según un modo de realización de la presente invención, para cada crisol, la cámara comprende un fondo que tiene una primera porción plana horizontal que se prolonga, en dos extremos opuestos, por unas segundas porciones planas inclinadas con respecto a la primera porción plana en un ángulo inferior o igual a 20 grados.

Según un modo de realización de la presente invención, una de las segundas porciones planas se prolonga por una tercera porción plana horizontal, extendiéndose la abertura a lo largo de la tercera porción plana.

Según un modo de realización de la presente invención, el sistema de calentamiento es inductivo o resistivo.

Según un modo de realización de la presente invención, el recinto comprende un horno de fusión del material adaptado para suministrar el material en el estado fundido al conjunto de crisoles.

Otro modo de realización de la presente invención prevé un procedimiento de purificación de un material que comprende al menos una impureza, que utiliza una instalación de purificación descrita anteriormente, que

comprende las siguientes etapas:

- verter el material en el estado fundido en el primer crisol;
  - calentar cada crisol, de forma que, en el interior del apilamiento, la temperatura varía en menos de 150 grados con respecto a una temperatura de funcionamiento;
  - llevar el material en el estado fundido a que fluya del primer crisol en el segundo crisol y del segundo crisol en el tercer crisol, de donde resulta una evaporación de la impureza; y
  - recuperar el material en el estado fundido procedente del tercer crisol.
- 10 Según un modo de realización de la presente invención, el material es el silicio y la temperatura de funcionamiento varía de 1.500 °C a 1.800 °C.

#### Breve descripción de los dibujos

- 15 Estos objetos, características y ventajas, así como otros se expondrán en detalle en la siguiente descripción de modos de realización particulares hecha a título no limitativo en relación con las figuras adjuntas de entre las que:

- la figura 1 es un corte esquemático de frente de un primer ejemplo de realización de una instalación de purificación de un material según la invención;
- 20 las figuras 2 y 3 son unos cortes del apilamiento de crisoles de la instalación de purificación de la figura 1 según dos planos verticales y perpendiculares;
- la figura 4 es un corte del apilamiento de crisoles de la instalación de purificación de la figura 1 según un plano horizontal;
- la figura 5 es una vista en perspectiva esquemática de uno de los crisoles de las figuras 2 a 4;
- 25 la figura 6 es un corte esquemático de frente de un segundo ejemplo de realización de una instalación de purificación de un material según la invención;
- las figuras 7 y 8 son unos cortes del apilamiento de crisoles de la instalación de purificación de la figura 6 según dos planos verticales y perpendiculares;
- 30 la figura 9 es un corte análogo a la figura 4 de un tercer ejemplo de realización de una instalación de purificación de un material según la invención; y
- la figura 10 es una vista análoga a la figura 5 de un crisol de la instalación de la figura 9.

#### Descripción detallada

- 35 Unos mismos elementos han sido designados por unas mismas referencias en las diferentes figuras. Por unas razones de claridad, solo los elementos de la instalación que son necesarios para la comprensión de la invención han sido representados en las diferentes figuras. En la continuación de la descripción, los calificativos "inferior", "superior", "hacia arriba" y "hacia abajo" se utilizan en relación con un eje D, considerado como que es vertical. No obstante, está claro que el eje D puede estar ligeramente inclinado con respecto a la vertical, por ejemplo, en un
- 40 ángulo inferior o igual a 20 °.

- En este momento, se va a describir un ejemplo de instalación de purificación de un material para la purificación del silicio, en concreto, para la obtención de bloques de silicio que presentan un grado de pureza suficiente para una utilización directa para la realización de productos fotovoltaicos. El ejemplo de instalación de purificación se puede
- 45 utilizar, igualmente, para la obtención de bloques de silicio que tengan un grado de pureza inferior al nivel requerido para una utilización directa para la realización de productos fotovoltaicos y destinados a ser tratados ulteriormente para presentar un grado de pureza suficiente para la realización de productos fotovoltaicos.

- La figura 1 representa un primer ejemplo de realización de una instalación 10 de purificación de silicio. La instalación
- 50 10 comprende un recinto principal 12, un recinto secundario superior 13 y un recinto secundario inferior 14. Unas paredes estancas 15 aíslan el recinto principal 12 y los recintos secundarios 13, 14 del exterior.

- Está prevista una abertura 16 a través de las paredes 15 y permite hacer comunicarse el recinto secundario superior 13 con el exterior. Está prevista una abertura 17 a través de las paredes 15 y permite hacer comunicarse el recinto
- 55 secundario superior 13 con el recinto principal 12. Está prevista una abertura 18 a través de las paredes 15 y permite hacer comunicarse el recinto secundario inferior 14 con el exterior. Está prevista una abertura 19 a través de las paredes 15 y permite hacer comunicarse el recinto secundario inferior 14 con el recinto principal 12.

- La instalación 10 comprende unas puertas estancas 20, 21, 22, 23 respectivamente al nivel de las aberturas 16, 17, 18, 19 para aislar herméticamente el volumen interno del recinto principal 12 y/o el volumen interno de cada recinto
- 60 secundario 13, 14. Cada puerta 20, 21, 22, 23, por ejemplo, del tipo batiente o deslizante, está accionada por un mecanismo no representado.

- Un horno de fusión del silicio 25 está dispuesto en el recinto principal 12. El horno 25 comprende un crisol 26, por
- 65 ejemplo, de grafito, que descansa sobre un soporte no representado y un sistema de calentamiento 27. El sistema de calentamiento 27 comprende, por ejemplo, una bobina que rodea el crisol 26. El crisol 26 comprende, por

ejemplo, una base circular cuyo diámetro puede variar de 300 a 800 mm. El crisol 26 tiene, por ejemplo, una altura que varía de 300 a 800 mm. El crisol 26 comprende un sistema de evacuación 28 del silicio fundido, por ejemplo, un orificio previsto en la base del crisol 26.

5 Un sistema de evaporación del fósforo 29 está dispuesto en el recinto principal 12. El sistema de evaporación 29 comprende un apilamiento 30 de crisoles 32 según el eje D. Los crisoles 32 están representados esquemáticamente en la figura 1 y se describirán con más detalle a continuación. El apilamiento de crisoles 30 se mantiene sobre un soporte 34. El soporte 34 puede ser de un material refractario, por ejemplo, de un hormigón refractario asociado a un apilamiento de materiales que asegura un buen aislamiento térmico de la parte de abajo del apilamiento 30 de  
10 crisoles 32.

Los crisoles 32 están formados, al menos en parte, con un material que es un buen conductor térmico. Un buen conductor térmico es un material cuya conductividad térmica es superior o igual a  $5 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$ . Los crisoles 32 pueden, además, estar formados, al menos en parte, con un material que es un buen conductor eléctrico. Un buen conductor eléctrico es un material cuya conductividad eléctrica es superior o igual a  $1.000 \text{ S/m}$ . A título de ejemplo, los crisoles 32 están realizados de grafito. En la continuación de la descripción, el crisol situado en la cúspide del apilamiento 30 de crisoles 32 se llama primer crisol 36 y el crisol situado en la base del apilamiento 30 de crisoles 32 se llama último crisol 38. En el primer ejemplo de realización, los crisoles 32, 36, 38 tienen sustancialmente la misma forma. El horno de fusión del silicio 25 está situado por encima del primer crisol 36. El sistema 28 permite la transferencia del silicio líquido desde el crisol 26 del horno de fusión hasta el primer crisol 36. El soporte 34 comprende una abertura 39 que permite el paso del silicio fundido desde el último crisol 38.  
15  
20

Los crisoles 32, 36, 38 pueden ser de base circular, ovalada, cuadrada o rectangular. A título de ejemplo, los crisoles tienen una base rectangular cuyo lado más grande varía de 300 a  $1.000 \text{ mm}$ , preferentemente de 400 a  $800 \text{ mm}$ . La altura total, medida según el eje D, del apilamiento 30 puede variar de 400 a  $1.000 \text{ mm}$ , preferentemente de 500 a  $900 \text{ mm}$ , por ejemplo, de aproximadamente  $800 \text{ mm}$ . La altura de un crisol 32, 38 medida según el eje D, con la excepción eventual del primer crisol 36, puede variar de 50 a  $300 \text{ mm}$ , preferentemente de 100 a  $200 \text{ mm}$ , por ejemplo, de aproximadamente  $150 \text{ mm}$ . El sistema de evaporación 29 puede comprender un apilamiento 30 de 3 a 20 crisoles, preferentemente de 3 a 10 crisoles, más preferentemente de 3 a 6 crisoles. Cada crisol 32, 36  
25  
30 comprende un conducto de evacuación, no representado en la figura 1, que desemboca sobre el crisol situado por debajo en el apilamiento 30.

La instalación 10 puede comprender un sistema de desplazamiento, no representado, del apilamiento 30 de crisoles 32 en el recinto principal 12. A título de ejemplo, el sistema de desplazamiento puede corresponder a un elevador que incluye una placa sobre la que está dispuesto el apilamiento 30 de crisoles 32 y que es susceptible de desplazarse en el recinto principal 12 según el eje D por un sistema de arrastre. El elevador se puede controlar automáticamente, por ejemplo, por un programa de control prememorizado.  
35

La instalación 10 comprende un sistema de calentamiento 40 del apilamiento 30 de crisoles 32, 36, 38 adaptado para mantener el silicio fundido presente en los crisoles 32, 36, 38 a la temperatura deseada. Se trata, por ejemplo, de un sistema de calentamiento que comprende una bobina de inducción 42 que rodea las paredes laterales de los crisoles 32, 36, 38. La bobina 42 puede ser hueca y comprender una abertura interna 44 utilizada para enfriar la bobina 42 por la circulación de un líquido de enfriamiento. El apilamiento 30 puede estar rodeado, entonces, por unas paredes aislantes 46. En particular, una cubierta 48 aislante recubre el primer crisol 36. La cubierta 48  
40  
45 comprende una abertura 49 para el paso del silicio fundido del horno de fusión 25 hacia el primer crisol 36. El soporte 34, las paredes 46 y la cubierta 48 aislantes favorecen el mantenimiento de una temperatura homogénea en el apilamiento 30 y reducen las pérdidas térmicas. El mantenimiento del silicio líquido a la temperatura deseada en los crisoles 32, 36, 38 se obtiene por la generación de corrientes inducidas por la bobina 42 en los crisoles 32, 36, 38 y/o en el silicio.  
50

A título de variante, el calentamiento del apilamiento 30 y del silicio contenido en los crisoles se puede efectuar por un sistema de calentamiento eléctrico que comprende unas resistencias, estando estas dispuestas alrededor del apilamiento 30 y aisladas térmicamente del recinto 12 por unos elementos de aislamiento térmico.

55 La instalación 10 puede comprender un sistema de alimentación 50 del horno de fusión 25 con trozos de silicio de calidad metalúrgica, por ejemplo, bajo la forma de gránulos. Puede tratarse de una tolva 50 que puede verter los gránulos en el crisol 26 del horno 25 por la abertura 17 cuando la puerta 21 está abierta. La tolva 50 puede comprender un depósito 52 y un sistema 54 de suministro de trozos de silicio alimentado por el depósito 52. El depósito 52 puede recargarse con trozos de silicio por la abertura 16.  
60

La instalación 10 comprende, además, un sistema de recuperación del silicio fundido purificado suministrado por el último crisol 38 del apilamiento 30 de crisoles 32. El sistema de recuperación puede comprender un contenedor 58 que descansa sobre un carro 60. El carro es móvil sobre unos raíles 62 y se puede desplazar, por un dispositivo no representado, entre el recinto secundario inferior 14 y un sistema de tratamiento situado en el exterior de la instalación 10, pasando por la abertura 18. El sistema de tratamiento permite solidificar el silicio fundido para obtener un bloque de silicio. Cuando el contenedor 58 está en el recinto secundario inferior 14, se puede verter silicio fundido  
65

desde el último crisol 38 en el contenedor 58. A título de variante, el sistema de recuperación puede comprender más de un contenedor 58 que se utilizan sucesivamente para recibir el silicio fundido suministrado por el último crisol 38. Entonces, el último crisol 38 puede suministrar silicio fundido de forma continua o casi continua.

5 La instalación 10 comprende al menos una bomba de vacío 70 conectada al recinto principal 12 por una conducción 72 y a los recintos secundarios inferior y superior 13, 14 por unas conducciones 73. La bomba 70 está adaptada para crear una atmósfera a baja presión, llamada, igualmente, vacío parcial, en el recinto principal 12 y en los recintos secundarios superior e inferior 13,14. La presión en el recinto principal 12 es, por ejemplo, inferior a 100 Pa. Unas válvulas 74 pueden cerrar las conducciones 73, por ejemplo, cuando las puertas 20, 22 están abiertas. A título de variante, la bomba 70 puede no estar conectada más que al recinto principal 12. La instalación 10 comprende, entonces, además, unas bombas de vacío suplementarias para crear un vacío parcial en los recintos secundarios 13, 14.

15 La bomba de vacío 70 está conectada al apilamiento 30 de crisoles 32, 36, 38 por la conducción 72. Dos condensadores 75, 76 están dispuestos en paralelo sobre la conducción 72 entre el apilamiento 30 de crisoles 32, 36, 38 y la bomba 70. Los elementos, en concreto, fósforo, pero, igualmente, silicio, que se han evaporado durante el paso del silicio fundido en los crisoles 32, 36, 38 se recuperan en los condensadores 75, 76. Unas válvulas 77 situadas aguas arriba y aguas abajo de cada condensador 75, 76 pueden aislar uno u otro de los condensadores 75, 76, de forma que se vacíe uno u otro de los condensadores 75, 76 al mismo tiempo que se mantiene el vacío en el recinto principal 12. Unos elementos de calentamiento 78 aseguran el calentamiento de la conducción 72 al menos hasta los condensadores 75, 76. A título de ejemplo, la conducción 72 es de grafito, de un material compuesto de tipo carbono-carbono o de acero inoxidable macizo con un revestimiento cerámico. En el primer ejemplo de realización, los condensadores 75, 76 están dispuestos en el exterior del recinto 12. No obstante, uno o varios condensadores pueden estar situados en el interior del recinto 12.

25 El funcionamiento de la instalación 10 es el siguiente. Durante una operación de purificación del silicio, las puertas 20 y 22 están cerradas y las puertas 21 y 23 están abiertas. Se introduce silicio sólido en trozos en el horno de fusión 25. El silicio se funde en el horno 25 y el silicio fundido se vierte del horno 25 en el primer crisol 36. El silicio fundido circula en cada crisol 32, 36, 38 del apilamiento 30, del primer crisol 36 al último crisol 38, luego, se recoge en el contenedor 58. En cada crisol 32, 36, 38, el silicio fundido forma una superficie libre de intercambio con la atmósfera a baja presión. Los crisoles 32, 36, 38 se calientan de tal modo que, en el interior del apilamiento 30, la temperatura sea lo más homogénea posible con unos desvíos de menos de 150 grados, preferentemente de menos de 50 grados, con respecto a una temperatura de funcionamiento que favorece la evaporación del fósforo. A título de ejemplo, la temperatura de funcionamiento puede variar de 1.500 °C a 1.800 °C, preferentemente de 1.600 °C a 1.700 °C. El sistema de bombeo aspira a través de la conducción 72 el fósforo que se evapora en cada crisol 32, 36, 38 por la superficie de intercambio, luego, se condensa en los condensadores 75, 76. Las dimensiones transversales (en una dirección perpendicular a D) de cada crisol 32, 36, 38 pueden corresponder a las dimensiones transversales de los crisoles utilizados de forma habitual en las instalaciones de fusión de silicio. Las dimensiones transversales del apilamiento 30 corresponden a las dimensiones transversales de los crisoles 32, 36, 38. Por lo tanto, el calentamiento del apilamiento 30 no necesita la utilización de un sistema de calentamiento que tenga unas grandes dimensiones transversales. Como cada crisol 32, 36, 38 tiene una altura reducida, la altura total del apilamiento 30 sigue siendo compatible con la utilización de sistemas de calentamiento convencionales. Es el número de crisoles 32, 36, 38 lo que permite la obtención de una superficie total de intercambio elevada entre el silicio fundido y la atmósfera a baja presión y lo que permite realizar la purificación deseada del silicio.

45 La instalación 10 puede funcionar de forma continua o casi continua con la excepción eventualmente de las fases durante las que el depósito 52 se recarga y/o el contenedor 58 se vacía.

50 Las figuras 2 y 3 son unos cortes esquemáticos del apilamiento 30 de crisoles 32 en dos planos perpendiculares que contienen el eje D. La figura 4 representa un corte de un crisol 32 de la figura 3 según la línea IV-IV. La figura 5 representa una vista en perspectiva, parcial y esquemática, de un crisol 32.

55 Cada crisol 32, 36, 38 puede ser una pieza monobloque o estar constituido por varias piezas ensambladas unas con otras. En el presente ejemplo de realización, cada crisol 32, 36, 38 es de base rectangular y comprende una cara superior 78, una cara inferior 79 y unas caras laterales 80 que conectan la cara superior 78 a la cara inferior 79. A título de ejemplo, las caras superior 78 e inferior 79 son planas y perpendiculares al eje D. La cara inferior 79 de cada crisol 32, 36 con la excepción del último crisol 38 descansa sobre la cara superior 78 del crisol subyacente. La cara inferior 79 del último crisol 38 descansa sobre el soporte 34. Según una variante, las caras 78, 79 de los crisoles en contacto pueden estar biseladas que permite, de este modo, un encaje simplificado de los crisoles 32, 36 unos sobre otros.

60 En el presente ejemplo de realización, los crisoles 32, 36, 38 tienen una estructura casi idéntica. Cada crisol 32, 36, 38 comprende:

65 - una cámara 82 que contiene el silicio fundido, abierta sobre la cara superior 78 del crisol 32, 36, 38, teniendo la cámara 82, vista según el eje D, una sección de forma general rectangular; y

## ES 2 745 643 T3

- un conducto 84 de evacuación del silicio fundido que conecta la cámara 82 a una abertura 85 en la cara inferior 79.

5 Un revestimiento, no representado, puede recubrir al menos en parte la cámara 82 y el conducto 84. Puede tratarse de un revestimiento de sílice o de nitruro de silicio.

Además, cada crisol 32, 36, 38, comprende un conducto 86 de evacuación de vapores procedentes del silicio fundido, que conecta la cámara 82 a una abertura 87 en la cara lateral 80.

10 Para cada crisol 32, 36 con la excepción del último crisol 38, el conducto 84 desemboca en la cámara 82 del crisol 32 subyacente.

15 La cámara 82 de cada crisol 32, 36, 38 está delimitada por un fondo 88 y unas paredes laterales 90, 92, 94 y 96 paralelas al eje D. La pared lateral 90 es paralela a la pared lateral 94 y la pared lateral 92 es paralela a la pared lateral 96. La pared lateral 90 es perpendicular a la pared lateral 92. Para cada crisol 32, 36, 38, el conducto 86 de evacuación de los vapores desemboca sobre la pared lateral 90. La distancia entre las paredes laterales 90 y 94 puede variar de 150 a 600 mm. La distancia entre las paredes laterales 92 y 96 puede variar de 200 a 800 mm.

20 Para cada crisol 32, 36, 38, el conducto 84 está dispuesto a lo largo de la pared lateral 92 o 96 y se extiende sobre una parte o sobre la totalidad de la pared lateral 92 o 96.

25 Los crisoles 32, 36, 38 están habilitados de forma que los conductos de evacuación 84 estén alternos. Dicho de otro modo, el conducto de evacuación 84 de un crisol 32 está dispuesto a lo largo de la pared lateral 92, a la izquierda del eje D en la figura 2, mientras que el conducto de evacuación 84 del crisol situado por debajo o por encima está dispuesto a lo largo de la pared lateral 96, a la derecha del eje D en la figura 2.

A título de variante, cada crisol 32, 36, 38 puede comprender una pared superior que recubre parcialmente la cámara 82 y que comprende un orificio en el que desemboca el conducto 84 del crisol 32 situado por encima.

30 El fondo 88 de cada crisol 32, 36, 38 comprende una porción plana 98 perpendicular al eje D que tiene, vista según el eje D, la forma de un rectángulo y que se prolonga en dos extremos opuestos por unas porciones de empalme 100 planas e inclinadas hacia arriba en algunos grados con respecto a la porción plana 98. A título de ejemplo, las porciones de empalme 100 están inclinadas en un ángulo inferior o igual a 20 °, preferentemente inferior o igual a 10 °, más preferentemente inferior o igual a 5 °, con respecto a la porción plana 98. La distancia entre la porción plana 98 y la cara inferior 79 puede variar de 15 a 50 mm. Este grosor puede variar en función de la cantidad de silicio en los crisoles, con el fin de garantizar una buena consistencia mecánica del conjunto de crisoles.

40 Para cada crisol 32, 36, 38, una de las porciones inclinadas 100 está conectada a la pared lateral 92 o 96 por una porción redondeada 102 y la otra porción inclinada 100 se prolonga por una porción plana 104 perpendicular al eje D que tiene, vista según el eje D, la forma de un rectángulo y que desemboca sobre el conducto 84. La porción plana 98, las porciones inclinadas 100 y la porción plana 104 están conectadas a las paredes laterales 90, 94 por unas porciones redondeadas 105. A título de variante, la porción plana 98 se puede conectar a las paredes laterales 90, 94 por unas porciones de empalme, planas e inclinadas hacia arriba en algunos grados con respecto a la porción plana 98. La distancia H, medida según el eje D, que separa las porciones planas 98 y 104 es inferior o igual a 40 mm. Un pico de colada, no representado, puede conectar la cámara 82 al conducto 84. El pico de colada se puede prever, por ejemplo, al nivel de la pared plana 104.

50 Cuando se vierte silicio fundido en un crisol 32, 36, 38, el silicio fundido llena la cámara 82 hasta que el nivel del silicio excede el nivel de la porción plana 104. Entonces, el silicio fundido rebosa por el conducto 84.

55 El conducto de evacuación 86 de vapor de cada crisol 32, 36, 38 se comunica con una chimenea 106 de eje paralelo al eje D y conectada, en su extremo superior, a la conducción 72, no representada en la figura 3. Las paredes 108 de la chimenea 106 son de un material que es un buen conductor térmico. En el caso donde el sistema de calentamiento es de inducción, las paredes 108 de la chimenea 106 pueden, además, ser de un material buen conductor eléctrico. A título de variante, la chimenea 106 puede estar dispuesta en el centro de los crisoles 32, 36, 38, previendo, en cada crisol 32, 36, 38, un reborde central para evitar el flujo de silicio fundido en la chimenea 106.

60 El soporte 34 puede comprender una abertura 109 en la prolongación de la chimenea 106. Un sistema de suministro de un gas neutro o de una mezcla de gases neutros, por ejemplo, argón o helio, no representado, se puede conectar a la abertura 109. Durante ciertas fases de funcionamiento de la instalación 10, puede ser ventajoso prever un flujo de gas neutro en la chimenea 106, en concreto, para efectuar un barrido de las paredes del horno y de la conducción 72.

65 A título de ejemplo, en funcionamiento, la temperatura en las cámaras 82, los conductos 84 y 86 y la chimenea 106 puede variar de 1.500 °C a 1.800 °C, preferentemente de 1.600 °C a 1.700 °C.

Un ejemplo de procedimiento de purificación del silicio que utiliza la instalación 10 comprende la alimentación del horno de fusión 25 con trozos de silicio. El silicio fundido fluye del horno de fusión 25 en el primer crisol 36. El nivel del silicio fundido en el primer crisol 36 se eleva hasta que el silicio fundido rebosa de la cámara 82 en el conducto 84 para colar hacia el crisol 32 situado por debajo. Este fenómeno se reproduce hasta que el silicio fundido fluye de la cámara 82 del último crisol 38 hacia el contenedor 58 que recupera el silicio fundido. El silicio fundido recogido en el contenedor 58 puede enfriarse y solidificarse según un procedimiento conocido para formar un bloque de silicio.

En funcionamiento, el silicio llena cada crisol 32, 36, 38 hasta la altura H. Por la superficie de intercambio entre el silicio fundido y la atmósfera a baja presión, se evapora fósforo. La bomba de vacío 70 crea una succión en la chimenea 106. El fósforo es guiado, entonces, en la conducción 72 hasta los condensadores 75, 76. La altura de cada crisol 32, 36, 38 está adaptada para las dimensiones previstas para el conducto 86, de forma que se obtenga una evacuación conveniente de los vapores procedentes del silicio fundido por los conductos 86. Puede evaporarse y recuperarse silicio por los condensadores 75, 76. Debido a la disposición alterna de los conductos de evacuación 84, el silicio fundido debe atravesar en su totalidad todas las cámaras 82 de los crisoles 32, 36, 38. La superficie libre de intercambio entre el silicio fundido y la atmósfera circundante de la instalación 10 corresponde al producto de la superficie de intercambio entre el silicio fundido de cada crisol 32, 36, 38 y del número de crisoles 32, 36, 38. La duración de tránsito del silicio fundido desde el primer crisol 36 hasta el último crisol 38 puede ser superior a 60 minutos, lo que permite que se evapore una cantidad suficiente de fósforo. La duración de tránsito del silicio líquido en el apilamiento 30 de crisoles 32, 36, 38 depende de varios parámetros y, en concreto:

- del número de crisoles 32, 36, 38;
- de la cantidad de silicio líquido en cada crisol 32, 36, 38; y
- de la velocidad de alimentación del apilamiento 30 de crisoles con silicio.

La relación entre la raíz cuadrada de la superficie libre del silicio fundido en cada cámara 82 y la altura del silicio fundido en la cámara 82 es superior o igual a 5, preferentemente superior o igual a 8. En funcionamiento, la duración de tránsito puede aumentarse fácilmente reduciendo la velocidad de alimentación con silicio líquido del primer crisol 36.

Cuando la instalación 10 está parada, el silicio fundido en los crisoles 32, 36, 38 puede solidificarse. La masa volumétrica del silicio sólido es inferior a la masa volumétrica del silicio líquido, de modo que el volumen del silicio aumenta cuando se solidifica. Las paredes ligeramente inclinadas 100 permiten la expansión del silicio evitando al mismo tiempo la aparición de restricciones demasiado elevadas en el crisol 32, 36, 38. Se puede prever un sistema de vaciado para mejorar la evacuación del silicio fundido cuando la instalación 10 está parada. El sistema de vaciado puede comprender un orificio de vaciado, no representado, que conecta la porción plana 98 de cada crisol 32, 36, 38 a la cara inferior 79. Cuando la instalación de purificación 10 está en funcionamiento, el flujo de silicio líquido por el orificio de vaciado es escaso con respecto al caudal en los conductos de evacuación 84. Cuando la instalación 10 está parada y antes de la solidificación del silicio, el silicio fundido fluye por los orificios de vaciado, de crisol 32 en crisol 32 hasta el último crisol 38 y de allí al sistema de recuperación.

La instalación de purificación 10 presenta la ventaja de que el sistema de calentamiento 27 del horno de fusión 25 y el sistema de calentamiento 40 del apilamiento 30 de crisoles 32 pueden controlarse de manera separada. Debido a este hecho, el sistema de calentamiento 27 puede controlarse para calentar el crisol 26 a una temperatura adaptada para la fundición del silicio, mientras que el sistema de calentamiento 40 puede controlarse para calentar los crisoles 32, 36, 38, de forma que se mantenga el silicio fundido en los crisoles 32, 36, 38 a una temperatura adaptada para favorecer la evaporación del fósforo.

La figura 6 representa un segundo ejemplo de realización de una instalación 120 de purificación de silicio. La instalación 120 tiene una estructura análoga a la instalación 10, pero no comprende el horno de fusión 25. En el segundo ejemplo de realización, la fusión del silicio sólido se realiza por el primer crisol 36 que puede tener una estructura diferente de la de los otros crisoles 32, 38. Los trozos de silicio sólido se vierten, entonces, directamente de la tolva 50 en el primer crisol 36 por la abertura 17 (estando la puerta 21 abierta) y por la abertura 49 de la cubierta 48.

El funcionamiento de la instalación 120 es idéntico al funcionamiento de la instalación 10, con la diferencia de que el silicio se funde en el primer crisol 36.

Las figuras 7 y 8 son unos cortes esquemáticos del apilamiento 30 de crisoles 32 de la instalación 120 en dos planos perpendiculares que contienen el eje D.

El primer crisol 36 tiene una estructura que difiere de la estructura de los otros crisoles 32, 38 en ciertos puntos. Con respecto a los otros crisoles 32, 38, el conducto 84 del primer crisol 36 corresponde a un orificio cilíndrico de eje D que desemboca en parte central del fondo 88 de la cámara 82 del primer crisol 36. Además, las porciones inclinadas 100 están conectadas a las paredes laterales 92, 96 por unas porciones redondeadas 102.

Un sistema de alzamiento 122, correspondiente, por ejemplo, a un anillo de eje D, está previsto sobre el primer crisol

36 para aumentar el volumen de la cámara 82 del primer crisol 36. Se pueden apilar varios anillos 122.

Un ejemplo de procedimiento de purificación del silicio que utiliza la instalación 120 comprende la alimentación del primer crisol 36 en trozos de silicio de calidad metalúrgica que se funden, entonces, en el primer crisol 36. El silicio fundido fluye del primer crisol 36 por el conducto 84 en el crisol 32 situado por debajo. El nivel del silicio fundido en el crisol 32 se eleva hasta que rebosa silicio fundido de la cámara 82 en el conducto 84 para colar hasta el crisol situado por debajo. Este fenómeno se reproduce hasta que el silicio fundido fluye de la cámara del último crisol 38 hacia el contenedor 58 que recupera el silicio fundido.

Las figuras 9 y 10 son unas vistas análogas, respectivamente, a las figuras 4 y 5 de un tercer ejemplo de realización de una instalación 130 de purificación de silicio. La instalación 130 puede tener la misma estructura que las instalaciones 10 o 120 con la diferencia de que los crisoles 32 son reemplazados por los crisoles 132. Cada crisol 132 comprende un tabique 134 que divide la cámara 82 en dos semicámaras 135, 136. El tabique 134 puede extenderse sobre toda la altura de la cámara 82 o solamente sobre una parte de la altura de la cámara 82, como se representa esto en las figuras 9 y 10. El tabique 134 se extiende desde la pared lateral 92 hasta una parte de la porción de empalme 100. El tabique 134 no se extiende hasta la pared lateral 96. Por lo tanto, un paso 137 está delimitado entre la pared lateral 96 y el extremo 138 del tabique 134. El conducto de evacuación 84 está dispuesto a lo largo de la pared lateral 92 solamente entre el tabique 134 y la pared lateral 90. Está prevista una pared plana 140 entre el tabique 134 y la pared lateral 94, de modo que no haya conducto de evacuación entre la barrera 134 y la pared lateral 94.

La instalación 130 comprende dos tipos de crisoles 132. El primer tipo de crisol 132 corresponde al representado en las figuras 9 y 10. El segundo tipo de crisol, no representado, corresponde a lo simétrico del crisol 132 representado en las figuras 9 y 10 con respecto a un plano que comprende el eje D y perpendicular a la pared 92, es decir, que el conducto de evacuación 84 está situado entre el tabique 134 y la pared lateral 94 y no se extiende entre el tabique 134 y la pared lateral 90.

Los crisoles 132 están habilitados de forma que las paredes laterales 92 de cada crisol estén en la prolongación unas de otras y que las posiciones de los conductos de evacuación 84 con respecto a la barrera 134 sean alternas. Dicho de otro modo, el conducto de evacuación 84 de un crisol está dispuesto a lo largo de la pared lateral 90, mientras que el conducto de evacuación 84 del crisol 132 adyacente y situado por debajo o por encima está dispuesto a lo largo de la pared lateral 94. Por lo tanto, los conductos de evacuación 84 están dispuestos todos del mismo lado del apilamiento de crisoles 132.

Cuando se vierte silicio fundido en un crisol 132, el silicio fundido llena la cámara 82 sorteando el tabique 134 hasta que el nivel del silicio excede el nivel de la porción plana 104. Entonces, el silicio fundido rebosa por el conducto 84 y cae sobre la pared plana 140 del crisol 132 situado por debajo.

Con respecto a un crisol que permitiría obtener una superficie libre de silicio fundido idéntica, pero que estaría constituido por un crisol único de base circular o rectangular, la presente invención permite mejorar el rendimiento energético en al menos un 20 %. En efecto, el apilamiento 30 conserva unas dimensiones características horizontales del mismo orden de magnitud que la altura del apilamiento. Por lo tanto, el apilamiento 30 es más fácil de calentar y de aislar térmicamente que un crisol único que permite obtener una superficie libre de silicio fundido idéntica. La relación entre la dimensión transversal máxima (perpendicular al eje de apilamiento D) y la altura del apilamiento 30 puede variar de 0,2 a 2, preferentemente de 0,3 a 1.

Pueden estar previstos en cada crisol 32, 36, 38 unos sistemas de agitación del silicio fundido. La agitación se puede realizar al menos en parte por inducción cuando el sistema de calentamiento es de inducción. La frecuencia de la corriente que alimenta la bobina de inducción puede estar adaptada, entonces, para favorecer una agitación del silicio fundido.

A título de variante, la pared de fondo 88 de un crisol puede ser una pared plana inclinada con respecto a la horizontal y cuyo extremo inferior desemboca en el conducto de evacuación. Entonces, se disponen unos deflectores sobre la pared para ralentizar la progresión del silicio fundido y favorecer la agitación de este.

En los ejemplos de realización descritos anteriormente, los crisoles 32, 36, 38 están perfectamente apilados según el eje D. No obstante, los crisoles 32, 36, 38 pueden estar dispuestos de otra manera. A título de ejemplo, los crisoles pueden estar al menos parcialmente desviados unos con respecto a otros, por ejemplo, según una configuración en zigzag, en escalera, en espiral, etc., recubriendo cada crisol al menos parcialmente el crisol situado por debajo. Cada crisol recubre al menos un 75 %, preferentemente al menos un 80 %, más preferentemente al menos un 90 %, en particular, un 100 %, del crisol adyacente situado por debajo.

Además, en los ejemplos de realización descritos anteriormente, la evacuación de los vapores procedentes del silicio fundido se realiza por succión por la chimenea 106 conectada a la bomba de vacío 70 por la conducción 72. A título de variante, para mejorar la evacuación de los vapores procedente del silicio fundido, se puede prever una segunda chimenea, paralela a la chimenea 106 y diametralmente opuesta a la chimenea 106 con respecto al eje D. La

chimenea suplementaria puede comunicarse con la cámara 82 de cada crisol 32, 36, 38 por un conducto. Un sistema de suministro de un gas neutro o de una mezcla de gases neutros, por ejemplo, argón o helio, se puede conectar al extremo inferior de la chimenea suplementaria. Durante la operación de purificación, se puede suministrar gas neutro en la chimenea suplementaria. Debido a la succión de la bomba de vacío 70, tiende a crearse, entonces, un flujo gaseoso en la cámara 82 de cada crisol 32, 36, 38 de la conducción que se comunica con la chimenea suplementaria a la conducción que se comunica con la chimenea 106, luego, hasta los condensadores 75, 76, que favorece el arrastre de los vapores procedentes del silicio fundido.

La presente invención se ha descrito en el marco de la fabricación de silicio destinada a las aplicaciones fotovoltaicas. Está claro que se aplica, igualmente, a cualquier tipo de material que necesita una superficie libre elevada para su tratamiento en fase líquida.

Más arriba, se han descrito diversos modos de realización con diversas variantes. Se apreciará que el experto en la técnica podrá combinar diversos elementos de estos diversos modos de realización y variantes sin dar muestra de actividad inventiva.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Instalación (10; 120) de purificación de un material, que comprende un recinto (12) que contiene una atmósfera a una presión inferior o igual a 100 Pa y que contiene:
- 10 - un conjunto (30) de crisoles (32, 36, 38; 132) al menos en parte apilados según una dirección de apilamiento (D), incluyendo cada crisol una cámara (82) destinada a contener el material en el estado fundido y un conducto de evacuación (84) del material en el estado fundido fuera de la cámara, incluyendo el conjunto al menos unos primer, segundo y tercer crisoles, estando el primer crisol al menos en parte a plomo del segundo crisol y estando en contacto con el segundo crisol, desembocando el conducto de evacuación del primer crisol en el segundo crisol y estando el segundo crisol al menos en parte a plomo del tercer crisol y estando en contacto con el tercer crisol, desembocando el conducto de evacuación del segundo crisol en el tercer crisol, recubriendo el primer crisol al menos un 75 % del segundo crisol y recubriendo el segundo crisol al menos un 75 % del tercer crisol;
  - 15 - un sistema de calentamiento (40) que rodea al menos en parte cada crisol;
  - un sistema (58) de recuperación del material en el estado fundido suministrado por el conducto de evacuación de uno de los crisoles de dicho conjunto;
  - 20 - una chimenea (106) contigua al conjunto de crisoles, comprendiendo cada crisol una conducción (86) por medio del que la cámara del crisol se comunica con la chimenea;
  - una bomba de vacío (70) conectada a la chimenea.
- 25 2. Instalación de purificación según la reivindicación 1, en la que la cámara (82) de cada crisol (32, 36, 38; 132) está conformada para que la relación entre la raíz cuadrada de la superficie libre del material en el estado fundido en la cámara y la altura del material en el estado fundido en la cámara sea superior o igual a cinco.
- 30 3. Instalación de purificación según la reivindicación 1 o 2, que comprende un sistema (50) de suministro del material, en el estado sólido o en el estado fundido, a uno de los crisoles (36) de dicho conjunto (30).
- 35 4. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el conducto de evacuación del segundo crisol (32) está dispuesto de forma opuesta a los conductos de evacuación de los primer y tercer crisoles con respecto a la dirección de apilamiento (D).
- 40 5. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que cada crisol (132) comprende un tabique (134) que divide la cámara (82) en al menos unas primera y segunda semicámaras (135, 136) comunicantes y en la que el conducto de evacuación (84) del primer crisol desemboca en la primera semicámara del segundo crisol y el conducto de evacuación (84) del segundo crisol desemboca en la segunda semicámara del tercer crisol.
- 45 6. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la cámara (82) de cada crisol (32, 36, 38; 132) comprende un fondo (98) y en la que el conducto de evacuación (84) comprende una abertura en la cámara, la relación entre la raíz cuadrada de la sección de la cámara en un plano horizontal que está al ras de la abertura y la altura entre el fondo y la abertura según la dirección vertical es superior o igual a cinco.
- 50 7. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el conjunto (30) de crisoles (32, 38; 132) comprende un cuarto crisol, estando el tercer crisol al menos en parte a plomo del cuarto crisol, desembocando el conducto de evacuación (84) del tercer crisol en el cuarto crisol.
- 55 8. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que, para cada crisol (32, 36, 38; 132), la cámara (82) comprende al menos dos caras opuestas (92, 96) y en la que, para cada crisol (32, 36, 38; 132), el conducto de evacuación (84) comprende una abertura pasante a lo largo de una de las caras.
- 60 9. Instalación de purificación según la reivindicación 8, en la que, para cada crisol (32, 36, 38; 132), la cámara (82) comprende un fondo (88) que tiene una primera porción plana horizontal (98) que se prolonga, en dos extremos opuestos, por unas segundas porciones planas (100) inclinadas con respecto a la primera porción plana en un ángulo inferior o igual a 20 grados.
- 65 10. Instalación de purificación según la reivindicación 9, en la que una de las segundas porciones planas (100) se prolonga por una tercera porción plana horizontal (104), extendiéndose la abertura a lo largo de la tercera porción plana.
11. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que el sistema de calentamiento (40) es inductivo o resistivo.
12. Instalación de purificación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en la que el recinto (12) comprende un horno (25) de fusión del material adaptado para suministrar el material en el estado fundido al conjunto (30) de crisoles (32, 36, 38; 132).

13. Procedimiento de purificación de un material que comprende al menos una impureza, que utiliza una instalación de purificación (10; 120) según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, que comprende las siguientes etapas:

- 5       - verter el material en el estado fundido en el primer crisol;
- calentar cada crisol (32, 36, 38; 132), de forma que, en el interior del apilamiento (30), la temperatura varía en menos de 150 grados con respecto a una temperatura de funcionamiento;
- llevar el material en el estado fundido a que fluya del primer crisol en el segundo crisol y del segundo crisol en el tercer crisol, de donde resulta una evaporación de la impureza; y
- 10       - recuperar el material en el estado fundido procedente del tercer crisol.

14. Procedimiento de purificación según la reivindicación 13, en el que el material es el silicio y en el que la temperatura de funcionamiento varía de 1.500 °C a 1.800 °C.

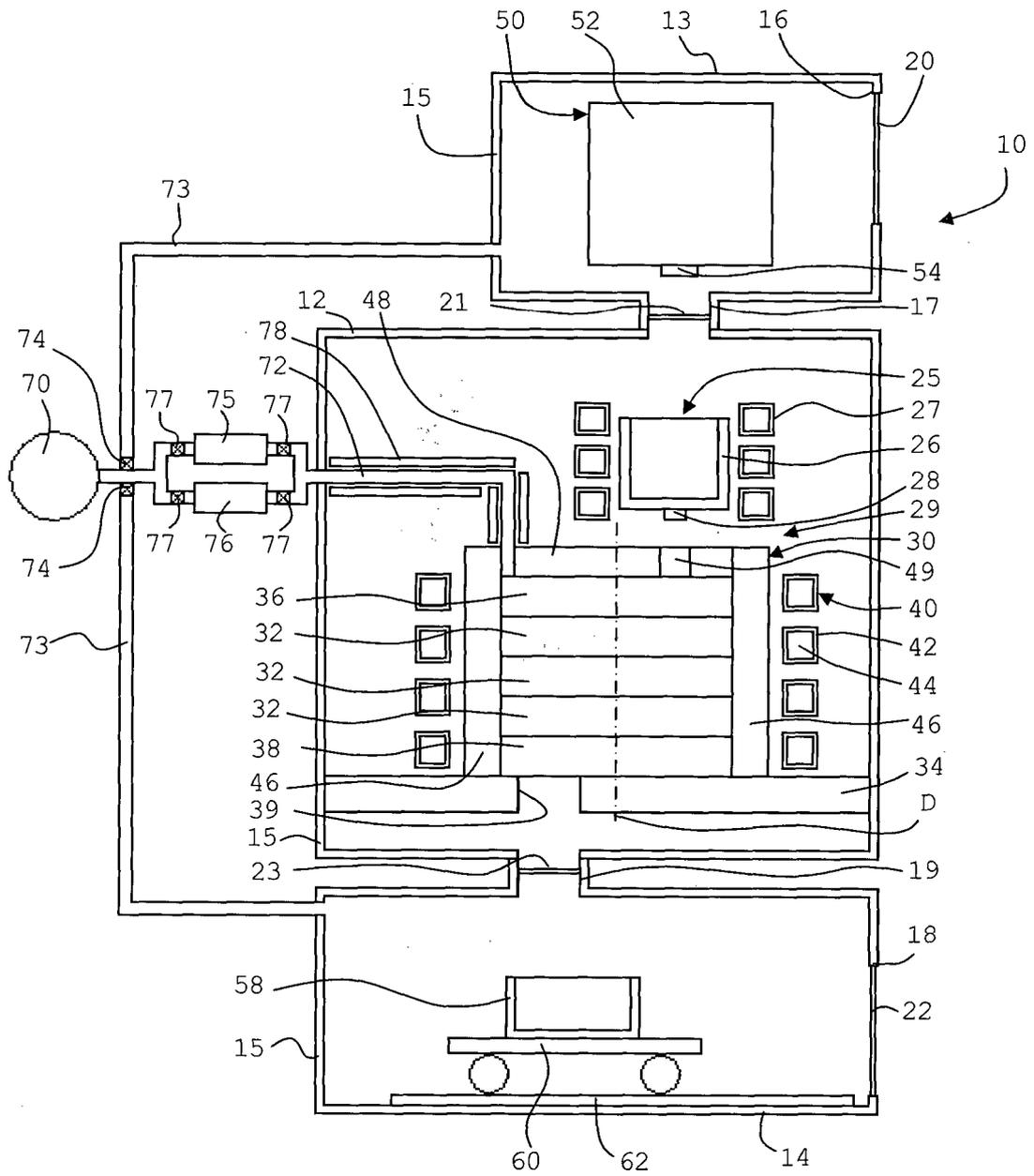


Fig. 1

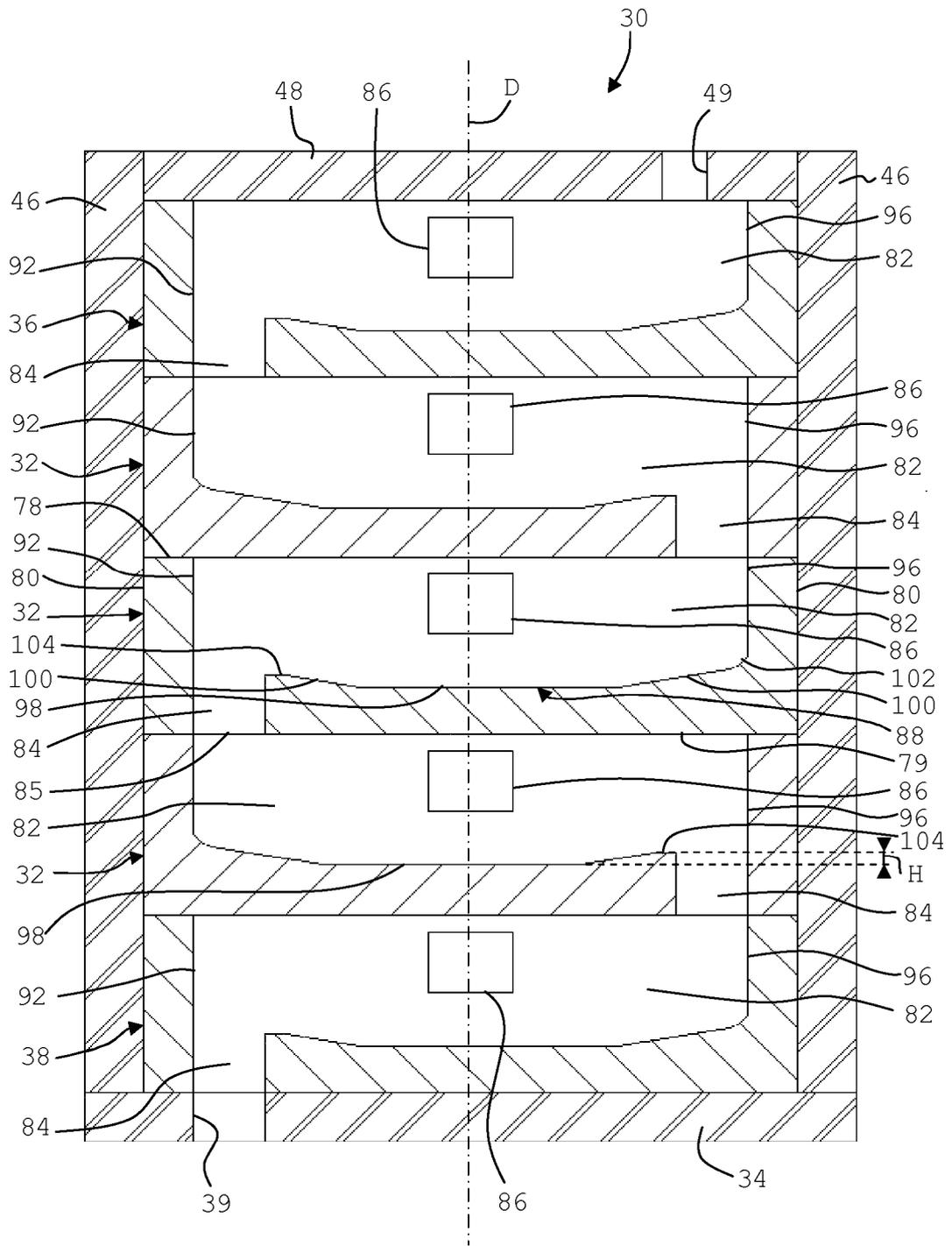


Fig. 2

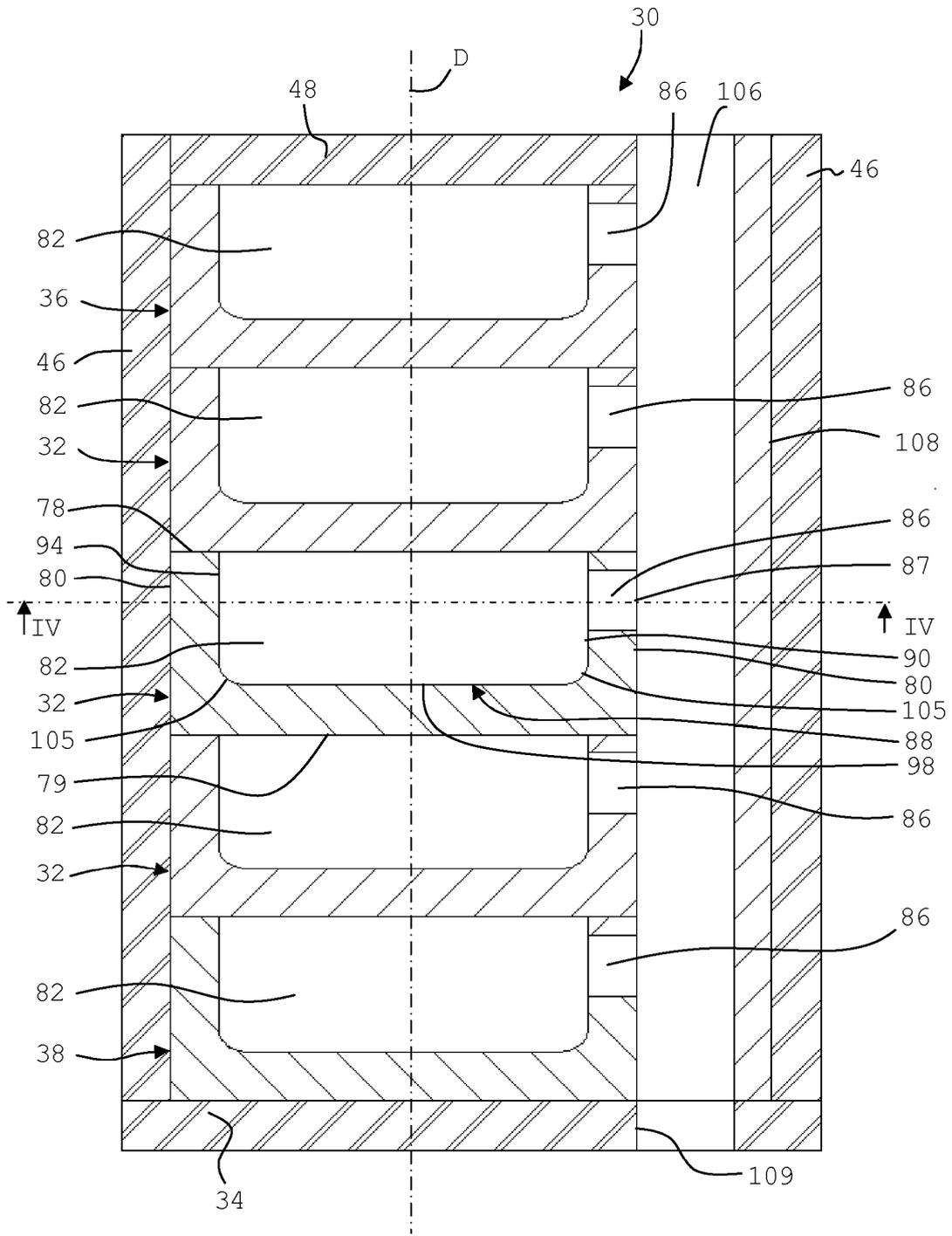


Fig. 3

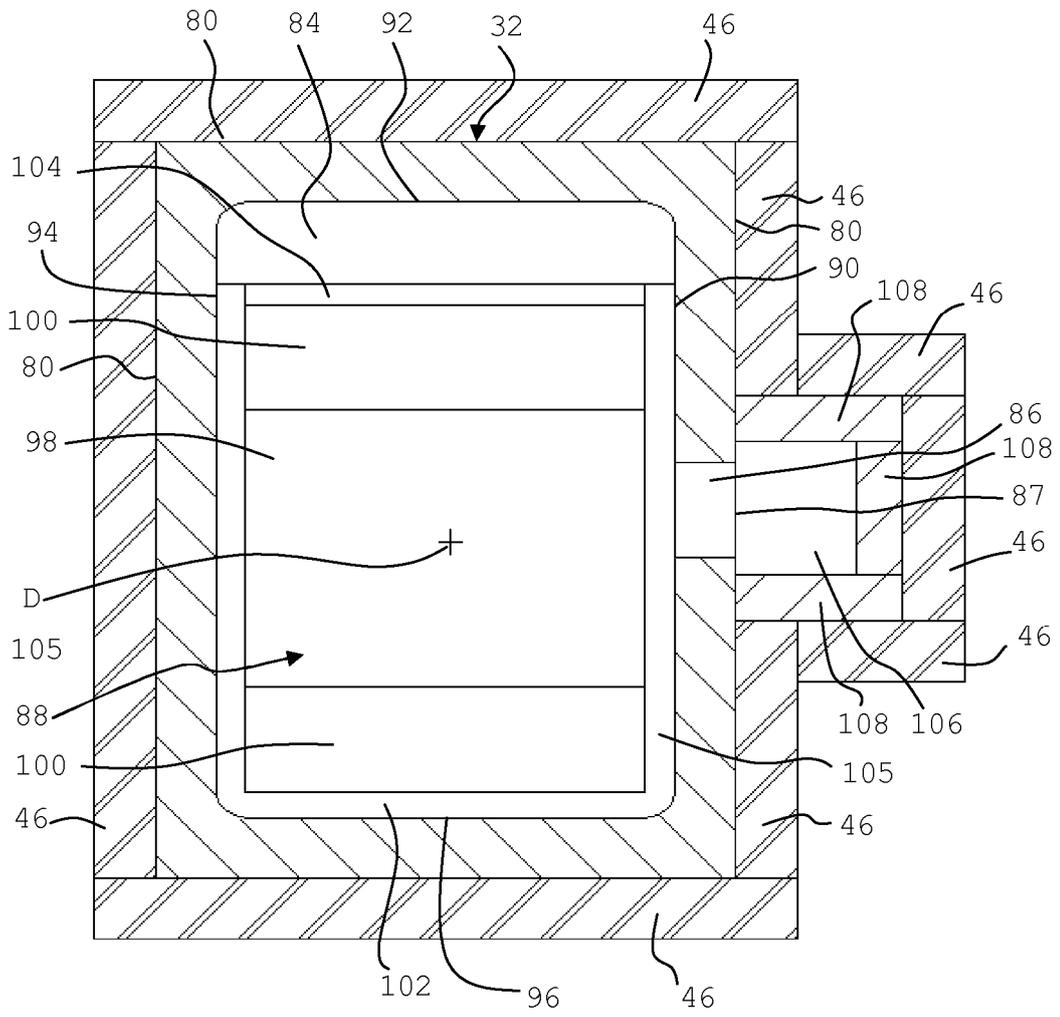


Fig. 4

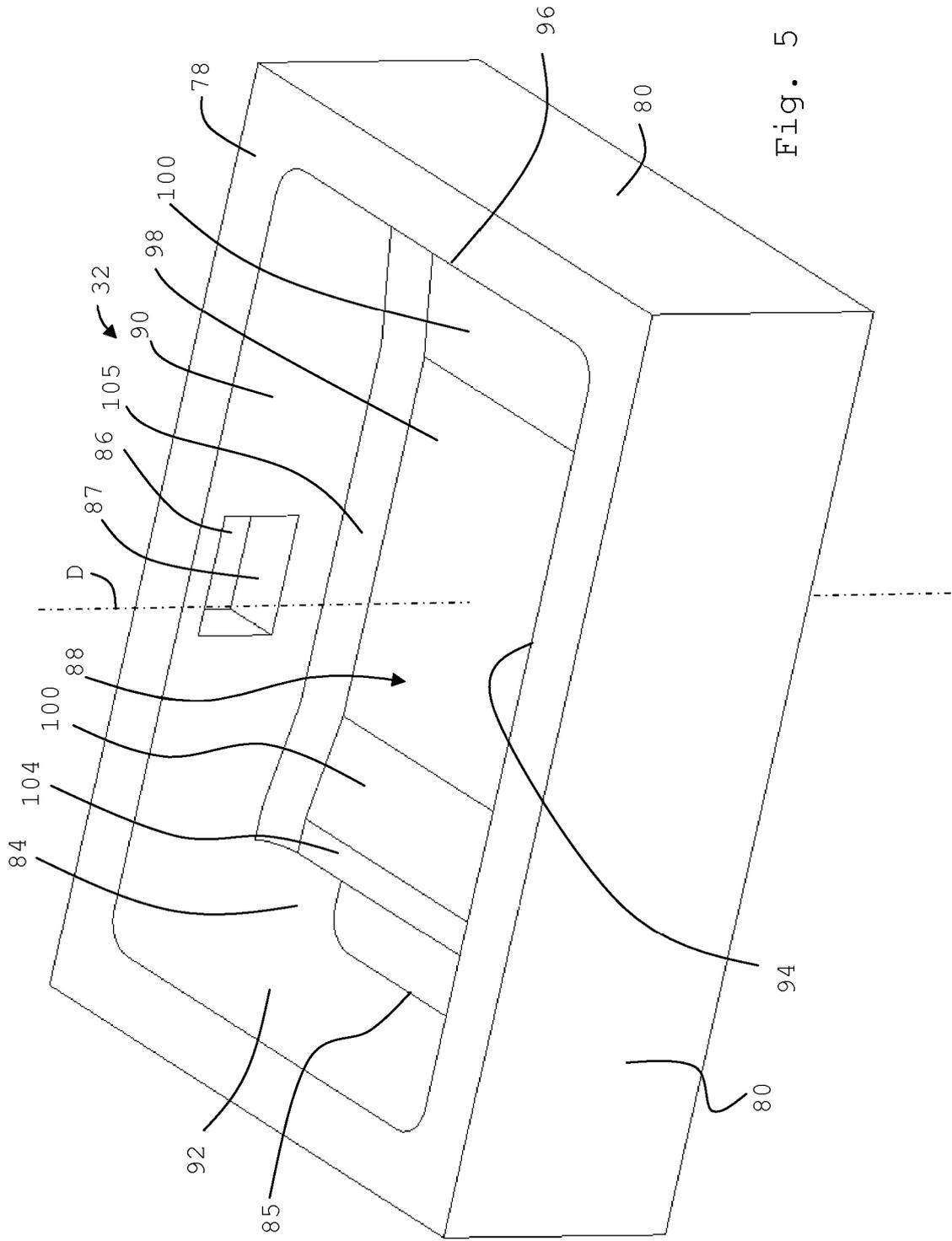


Fig. 5

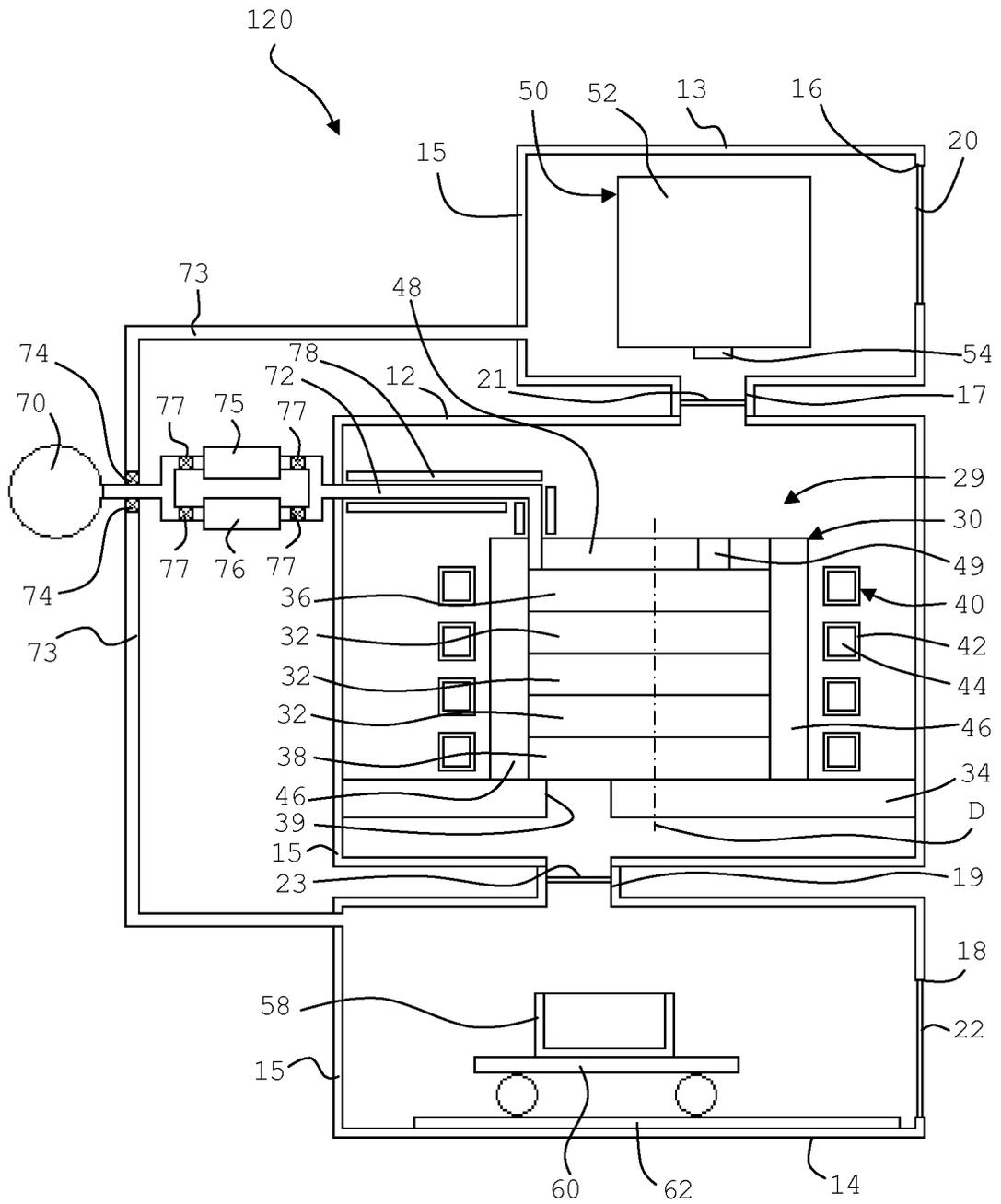


Fig. 6

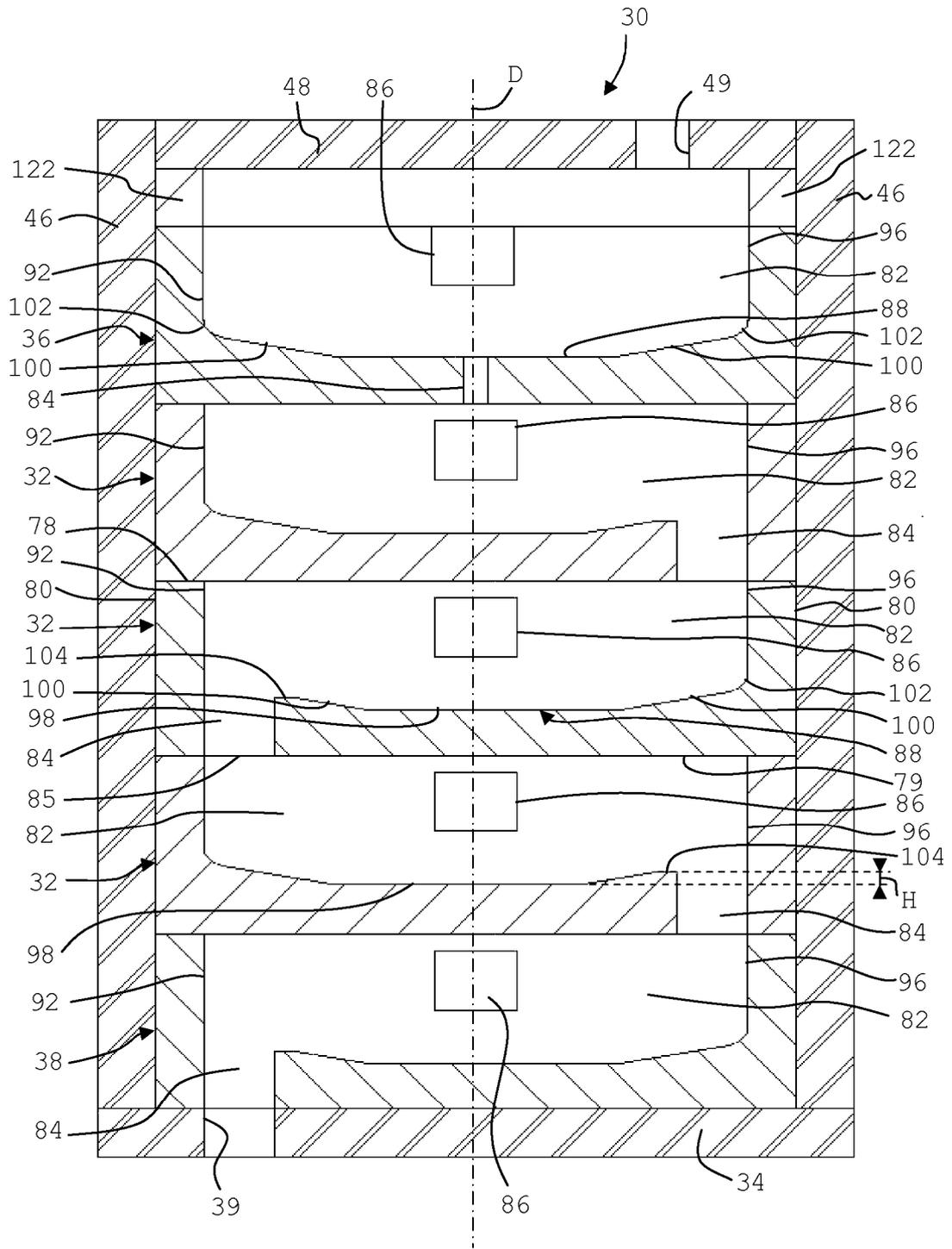


Fig. 7

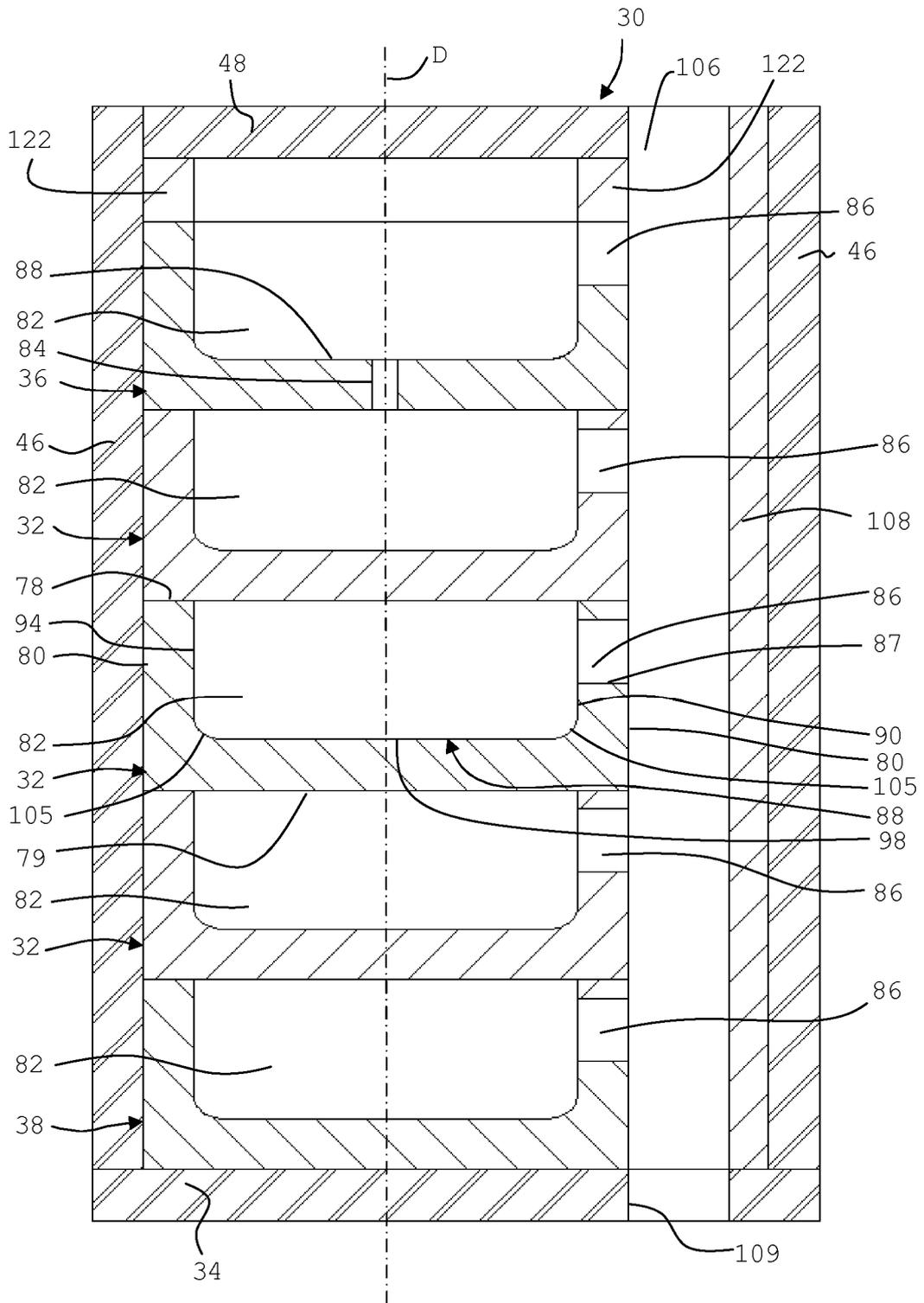


Fig. 8

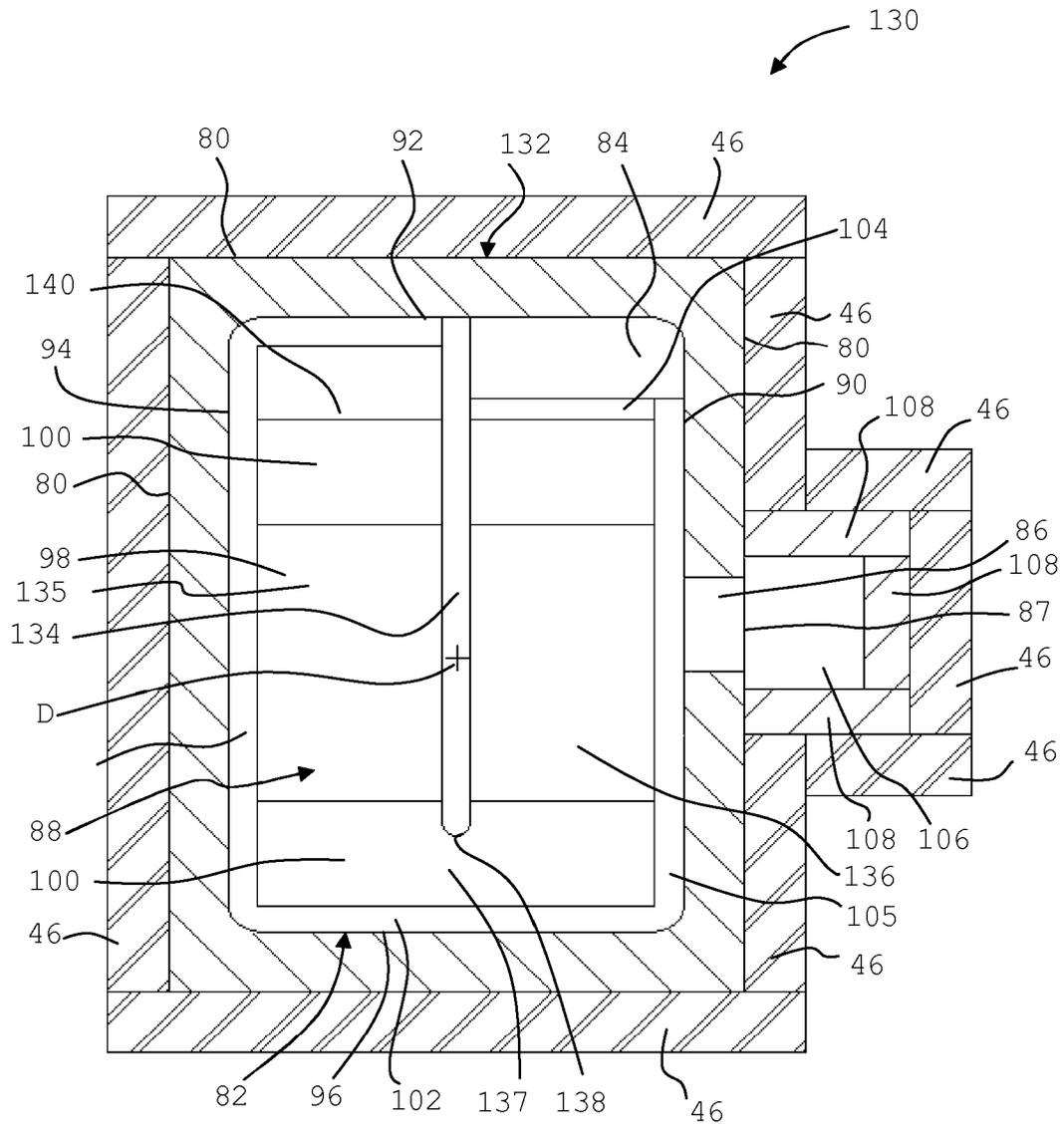


Fig. 9

