

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11 N° de publication : 2 944 520  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : 09 52532

51 Int Cl<sup>8</sup> : C 01 B 33/037 (2006.01)

12

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 17.04.09.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 22.10.10 Bulletin 10/42.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : BEUDIN VINCENT — FR.

72 Inventeur(s) : LABROT MAXIME.

73 Titulaire(s) : BEUDIN VINCENT.

74 Mandataire(s) : CABINET SCHMIT CHRETIEN.

### 54 PROCEDE ET INSTALLATION POUR LA PURIFICATION DU SILICIUM METALLURGIQUE.

57 L'invention concerne un procédé de purification de silicium métallurgique pour obtenir du silicium de pureté supérieure. Selon l'invention, on réalise les étapes suivantes:

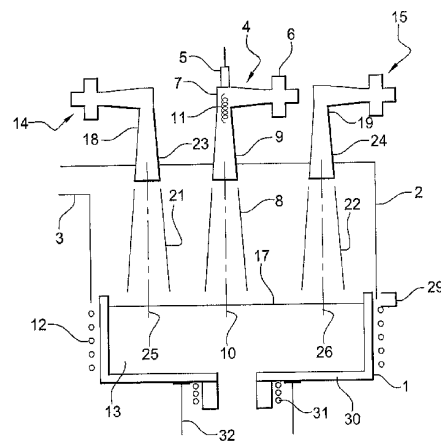
a) on envoie un dard plasma généré par une première torche à arc non transféré (6) contre une paroi pleine (7) d'un volume ayant un orifice de sortie de sorte que l'impact du dard contre cette paroi pleine (7) génère un écoulement plasma homogène,

b) on introduit de manière continue une charge broyée à traiter dans cet écoulement plasma homogène,

c) on dirige de manière continue l'ensemble formé par l'écoulement plasma homogène dans lequel a été introduite la charge broyée de l'orifice de sortie vers un creuset (1) comportant des moyens pour chauffer et brasser cette charge broyée à l'état fondu,

d) l'intégralité de la charge broyée ayant été introduite et un bain de fusion (13) étant formé dans le creuset (1), on dirige le jet de plasma réactif d'au moins une deuxième torche à arc non transféré sur la surface de ce bain,

e) on évacue le laitier présent à la surface (17) dudit bain, et on répète éventuellement les étapes d) et e) pour volatiliser au moins certaines des impuretés du bain amenées à la surface (17) dudit bain par brassage.



FR 2 944 520 - A1



## Procédé et Installation de purification du silicium métallurgique

La présente invention concerne un procédé de purification de silicium métallurgique et une installation pour sa mise en oeuvre.

Il est connu que la production de silicium photovoltaïque est actuellement insuffisante pour répondre aux besoins actuels du marché, marché en forte croissance en raison de l'intérêt pour les énergies renouvelables. Son approvisionnement a été basé pendant des années sur les déchets de silicium électronique, la rareté actuelle et future de ce matériau provoquant alors un accroissement des prix qui est incompatible avec l'extension programmée de ce marché.

Même si des travaux de recherche sont conduits avec des matériaux autres que le silicium pour transformer l'énergie lumineuse en énergie thermique ou électrique, le silicium reste le matériau de référence.

Aussi, d'autres filières de production de silicium photovoltaïque sont activement explorées, soit par voie chimique simplifiée par rapport à celle mise en œuvre pour la production de silicium électronique, soit par voie électrochimique à haute température.

L'industrie photovoltaïque exige un silicium à haut degré de pureté pour produire des cellules photovoltaïques, ou cellules solaires. Ce silicium photovoltaïque est un silicium polycristallin ayant un taux de silicium à 99,9999 %. Le complément, 100 ppm, est constitué d'impuretés dont les taux respectifs doivent être contenus dans les limites suivantes :

- bore < 0,3 ppm,

- phosphore < 1 ppm,
- total des impuretés métalliques < 100 ppm,
- carbone < 10 ppm,
- oxygène < 10 ppm.

5 Le silicium métallurgique étant un silicium de basse pureté, il est donc nécessaire de le purifier pour produire un silicium de qualité photovoltaïque.

On connaît de nombreux procédés de purification de silicium métallurgique afin d'éliminer notamment les impuretés que sont le bore et le phosphore.

10 On connaît, par le brevet US 4 354 987, une méthode de compactage, après fusion, de silicium en poudre déjà purifié, utilisant un chauffage inductif au moyen d'un suscepteur en graphite.

Les brevets FR 2 487 608 et FR 2 585 690 décrivent également la purification du silicium sous plasma inductif avec un mélange plasmagène argon, hydrogène et oxygène. Le brevet US 4 379 777 décrit également un  
15 procédé de traitement plasma du silicium métallurgique, par torche à plasma inductive fonctionnant avec un mélange argon/hydrogène.

Il est clair que de nombreux développements ont été menés, depuis plusieurs décennies, pour purifier le silicium métallurgique, avec pour objectif  
20 un coût économique compétitif à la qualité photovoltaïque.

En particulier, de nombreux travaux ont été consacrés à l'utilisation du plasma thermique, parfois en combinaison avec un mode de chauffage électromagnétique ou résistif, pour fondre et purifier du silicium métallurgique.

Cependant, tous ces procédés présentent l'un ou l'autre les  
25 inconvénients suivants :

- on obtient le degré de purification requis par des procédés complexes nécessitant plusieurs étapes. A titre d'exemple, le document "Thermodynamics of solar grade silicon refining" (Revue Intermetallics 11, 2003, 1111-1117), propose une analyse complète conduisant à proposer un  
30 procédé de purification de silicium métallurgique ne comportant pas moins de cinq étapes pour aboutir à la qualité photovoltaïque : addition de calcium, lixiviation à l'acide, raffinage par oxydation, traitement sous vide et solidification contrôlée, chaque étape étant spécialisée dans la préparation et/ou l'extraction d'impuretés spécifiques.

35 - on peut aussi obtenir le résultat souhaité par l'adjonction de fondants

directement dans un bain fondu de silicium.

Dans tous les cas, les quantités de silicium photovoltaïque produites restent marginales et les bilans énergétiques défavorables puisque grevés soit par l'adjonction de matériaux facilitant l'élimination des impuretés, soit par la multiplication des étapes du procédé, soit les deux.

Il est à noter qu'à ce jour, aucune installation industrielle n'est opérationnelle et encore moins sur une échelle qui pourrait être compatible avec les besoins du marché et les nécessaires réductions des coûts.

Si l'on s'en tient à l'utilisation du plasma thermique, il est certain que la torche à plasma inductif, séduisante du point de vue de ses caractéristiques non contaminantes, est par contre fortement handicapée d'une part quant à son fonctionnement altéré par l'injection des produits à traiter, d'autre part, par une gamme de puissance limitée.

Le but de l'invention est donc de proposer un procédé et une installation pour purifier le silicium métallurgique surmontant ces inconvénients de l'art antérieur.

Avantageusement, la présente invention est basée sur une utilisation optimisée du plasma thermique d'arc, limitant, sans rupture énergétique, les étapes d'un procédé aboutissant à la qualité photovoltaïque. Elle permet de produire également dans un fonctionnement industriel de grandes quantités de silicium de qualité photovoltaïque à partir de silicium métallurgique.

A cet effet, la présente invention a pour objet un procédé de purification de silicium métallurgique pour obtenir du silicium de pureté supérieure.

Selon l'invention, ce procédé comporte les étapes successives suivantes :

a) on envoie un dard plasma généré par une première torche à arc non transféré contre une paroi pleine d'un volume ayant un orifice de sortie de sorte que l'impact dudit dard contre ladite paroi pleine à l'intérieur dudit volume génère un écoulement plasma homogène,

b) on introduit de manière continue une charge broyée de silicium métallurgique à traiter dans ledit écoulement plasma homogène,

c) on dirige de manière continue l'ensemble formé par l'écoulement plasma homogène dans lequel a été introduite ladite charge broyée, de l'orifice de sortie dudit volume vers un creuset ayant des parois latérales et un

fond et une partie supérieure ouverte, ledit creuset comportant des moyens pour chauffer et brasser ladite charge broyée à l'état fondu,

d) l'intégralité de la charge broyée à traiter ayant été introduite et un bain de fusion étant formé dans ledit creuset, on dirige le jet de plasma réactif d'au moins une deuxième torche à arc non transféré sur la surface dudit bain afin de volatiliser au moins certaines des impuretés du bain de fusion présentes à la surface dudit bain,

e) on évacue le laitier présent à la surface dudit bain, et on répète éventuellement les étapes d) et e) pour volatiliser au moins certaines des impuretés du bain amenées à la surface dudit bain par brassage,

f) on décharge ledit bain de fusion.

Le procédé de purification de l'invention vise donc à traiter des charges broyées de silicium métallurgique sous forme de lots. De préférence, le traitement d'un lot de charge broyée assure le remplissage du creuset.

L'homogénéisation du dard plasma généré par la première torche à arc non transféré permet de créer un écoulement de plasma homogène notamment en température. Cette homogénéité de l'écoulement de plasma autorise un traitement uniforme de la charge broyée introduite.

Avantageusement, en sortie de l'enceinte d'introduction, l'ensemble obtenu par l'introduction de ladite charge broyée dans ledit écoulement plasma homogène a une dimension suffisante de manière à ne pas provoquer de projections provenant du bain de fusion.

De préférence, cet ensemble est envoyé dans la portion centrale de l'ouverture supérieure du creuset et le jet de plasma réactif généré par au moins une autre torche à arc non transféré est envoyé à distance des parois du creuset pour ne pas créer de points chauds sur ces parois.

De manière à assurer un traitement de certaines des impuretés contenues dans le bain de fusion, ce dernier est brassé de manière électromagnétique de sorte que ses impuretés s'accumulent à la surface du bain de fusion pour être vaporisées par un ou plusieurs jets de plasma émis par une ou plusieurs autres torches à plasma à arc non transféré. Ce brassage électromagnétique peut être assuré par tout mélangeur électromagnétique tel que des moyens de chauffage inductif.

Typiquement, le ou les jets de plasma réactifs vont interagir avec la surface du bain de fusion pour permettre la volatilisation de certaines des impuretés

du bain présentes à la surface de ce bain. Le brassage électromagnétique du bain assure le renouvellement de cette interface à purifier à la surface du bain. Avantageusement, la ou les autres torches à plasma à arc non transféré sont alimentées en gaz plasmagène oxydo-réducteur tel que H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>,  
5 HCl, HF et des combinaisons de ces éléments, afin de délivrer à haute température des espèces chimiques oxydo réductrices favorisant l'élimination, par vaporisation, de certaines des impuretés du bain de fusion.

Dans différents modes de réalisation particuliers de ce procédé de purification, chacun ayant ses avantages particuliers et susceptibles de  
10 nombreuses combinaisons techniques possibles:

- ledit au moins un jet de plasma réactif est un écoulement plasma homogène et réactif obtenu par impact du dard plasma réactif généré par ladite au moins deuxième torche à arc non transféré contre une paroi pleine d'un autre volume ayant un orifice de sortie, ladite deuxième torche étant  
15 reliée audit autre volume,

- la granulométrie de ladite charge broyée est comprise entre 10 et 500 µm, et encore mieux entre 80 et 150 µm,

- à l'étape b), la charge broyée étant introduite au moyen d'un gaz porteur, le rapport de la masse de la charge broyée sur la masse de gaz  
20 porteur est supérieur à 20,

De préférence, ce rapport est compris entre 20 et 100 pour ne pas refroidir le dard plasma généré par la torche à plasma à arc non transféré placée dans l'enceinte d'introduction.

- le gaz porteur étant un gaz réactif au contact de l'écoulement  
25 plasma homogène, on réalise une première purification de la charge broyée dans cet écoulement plasma homogène,

Le gaz porteur devient réactif au contact de l'écoulement plasma homogène par transfert d'énergie de ce dernier avec le gaz porteur. A titre purement illustratif, ce gaz porteur est un gaz comportant du chlore tel que HCl.

- préalablement à l'étape a), on ajuste la distance séparant ladite  
30 paroi pleine de l'orifice de sortie de la torche à arc non transféré,

Avantageusement, cette paroi pleine est placée par rapport à l'orifice de sortie de ladite torche à arc non transféré, dans une zone où la température du dard plasma mesurée dans l'axe dudit dard plasma et en l'absence de la  
35 paroi pleine serait égale ou sensiblement égale à la moitié de la valeur du pic

de température moyenne du dard plasma mesurée en sortie de la torche à arc non transféré.

A titre purement illustratif, la distance séparant l'orifice de sortie de la torche à plasma à arc non transféré de cette paroi pleine est de l'ordre de trois à cinq  
5 fois le diamètre du dard plasma mesuré à la sortie de cette torche reliée à l'enceinte d'introduction.

- à l'étape c), on brasse électromagnétiquement le bain de fusion,

- à l'étape d), le creuset ayant un diamètre D et une hauteur H tels que  $D/H \geq 5$ , on envoie les jets plasma réactifs d'au moins une deuxième et  
10 une troisième torches à arc non transféré sur la surface du bain de fusion afin de volatiliser au moins certaines des impuretés du bain de fusion présentes à la surface de ce bain,

- à l'étape e), on oriente un seul jet de plasma réactif à la surface du bain de fusion pour conférer au laitier une quantité de mouvement apte à le  
15 diriger vers au moins un orifice d'évacuation placé sur les parois latérales dudit creuset, ce jet de plasma réactif étant généré à tour de rôle ou non par les autres torches à arc non transféré,

Pendant qu'une des torches est en fonctionnement et émet un jet de plasma réactif, le reste des autres torches à arc non transféré mises en œuvre pour  
20 traiter les impuretés présentes à la surface du bain sont mises à l'arrêt.

Avantageusement, la mise à l'arrêt alternative de chacune des torches à arc non transféré émettant un jet de plasma permet une évacuation progressive du laitier selon des directions privilégiées.

- on augmente le volume spatial des écoulements plasma homogènes  
25 pour éviter des projections dans ledit creuset à l'étape c) et pour traiter une surface dudit bain de fusion plus importante à l'étape d)

- à l'étape f), on décharge le bain fondu ainsi purifié de ses impuretés par plasma en contrôlant sa vitesse d'extraction, sa température d'extraction et la quantité extraite,

30 Ainsi, cette solidification étant réalisée sans étape de fusion supplémentaire, on obtient des lingots ayant une enveloppe extérieure en silicium enrichi en impuretés et un cœur contenant le silicium de pureté supérieure. Il ne reste plus alors qu'à enlever cette enveloppe pour obtenir le silicium de pureté supérieure.

Le procédé de l'invention permet donc en une seule et unique étape de refroidissement du bain de fusion d'obtenir des lingots ayant une enveloppe extérieure en silicium enrichi en impuretés tandis que le cœur de ces lingots comporte le silicium de pureté supérieure recherché.

- 5 De préférence, ces lingots présentent directement une forme de barreau de silicium de qualité solaire. Ils peuvent, par exemple, avoir une section de 40x40 cm<sup>2</sup>.

L'invention concerne également une installation de purification pour la mise en œuvre du procédé de purification tel que décrit précédemment. Selon  
10 l'invention, cette installation comprend :

- une enceinte d'introduction comportant à une première extrémité une torche plasma à arc non transféré ayant un axe principal, ladite torche étant destinée à générer un dard plasma ayant un axe de propagation sensiblement centré sur l'axe principal de ladite torche,
- 15 - cette enceinte d'introduction comportant une partie coudée ayant un orifice de sortie, cette partie coudée placée en aval de ladite torche plasma comprenant une paroi pleine de sorte que ledit dard plasma entre en collision avec ladite paroi pleine pour former un écoulement plasma homogène,
- 20 - cette enceinte d'introduction comportant au moins un port d'introduction placé en aval de ladite torche plasma pour l'introduction en continu d'une charge broyée à traiter en vue de son mélange avec ledit écoulement plasma homogène,
- l'orifice de sortie de ladite enceinte d'introduction est placé au-dessus d'un creuset ayant des parois latérales et un fond et une partie supérieure  
25 ouverte, ledit creuset étant destiné à recevoir en continu ledit ensemble formé par l'écoulement plasma homogène dans lequel a été introduite ladite charge broyée jusqu'à introduction complète de la charge broyée, pour former un bain de fusion,
- ledit creuset comprenant des moyens pour chauffer et brasser ledit  
30 bain de fusion à l'état fondu, un ou plusieurs orifices d'extraction placés sur ses parois latérales pour évacuer le laitier et au moins un orifice de décharge pour décharger ledit bain de fusion,
- ladite installation comprenant une ou plusieurs autres torches plasma à arc non transféré pour générer chacune un jet de plasma réactif envoyé sur

la surface du bain de fusion afin de volatiliser au moins certaines des impuretés de surface dudit bain de fusion.

Le creuset a, de préférence, une forme cylindrique ou ovoïde ou tout autre géométrie ayant un axe de symétrie. Avantageusement, le volume interne de ce creuset est délimité par des parois comportant un matériau réfractaire non  
5 polluant par rapport au silicium à purifier, par exemple, de la silice ultra pure.

Le creuset peut être mobile en rotation autour d'un axe vertical pour être incliné de manière à faciliter l'évacuation du laitier. Cette inclinaison peut être de quelques degrés. Les orifices d'extraction du laitier sont, par exemple,  
10 répartis de manière régulière sur le pourtour du creuset à l'opposé des zones d'intersection des jets de plasma réactifs avec la surface du bain de fusion.

A titre purement illustratif, ces orifices d'extraction comportent trois encoches de débordement du film de laitier positionnées dans la paroi du creuset en étant réparties à 120° et diamétralement opposées aux points d'intersection  
15 avec la surface du bain de fusion des dards plasma générés par les autres torches à arc non transféré pour le traitement des impuretés de surface.

Bien entendu, ledit au moins un orifice de décharge comporte des moyens pour assurer son obstruction tels que des vannes ou moyen électromagnétique.

20 Dans différents modes de réalisation particuliers de cette installation, chacun ayant ses avantages particuliers et susceptibles de nombreuses combinaisons techniques possibles:

- cette installation comporte des moyens de visualisation du bain de fusion afin de déterminer le moment opportun pour évacuer le laitier,
- 25 - le gaz de ladite torche à arc non transféré placée sur ladite enceinte d'introduction est un gaz neutre ou un gaz réactif tel que H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, HCl, HF et des combinaisons de ces éléments,

- les torches à arc non transféré comportent chacune une électrode aval qui est une électrode évasée de manière à augmenter le volume spatial du dard plasma ou du jet de plasma réactif généré,  
30

De préférence, chaque électrode aval est une électrode conique. Son angle de conicité peut être de 1° à 2°.

- la partie coudée comporte au moins une portion de forme évasée pour permettre d'absorber le flux de la charge broyée introduite dans ledit

écoulement plasma homogène, cette portion de forme évasée comprenant à son extrémité l'orifice de sortie de l'enceinte d'introduction,

La paroi de la partie coudée avec laquelle entre en collision le dard plasma peut être inclinée par rapport à l'axe de propagation de ce dard plasma de manière à limiter les transferts d'énergie à ladite paroi.

5

Cette partie coudée peut comporter un évasement vers l'orifice de sortie de l'enceinte de forme conique dont le demi-angle au sommet est compris entre 10 et 30°.

- la partie coudée de chacune des enceintes d'homogénéisation comprend au moins une portion de forme évasée à l'extrémité de laquelle est placé l'orifice de sortie de l'enceinte d'homogénéisation correspondante,

10

- l'installation comprend des moyens pour ajuster individuellement les distances séparant les orifices de sortie de l'enceinte d'introduction et des enceintes d'homogénéisation, du fond du creuset ou de la surface dudit bain de fusion pour optimiser les bilans énergétiques et l'extraction des impuretés,

15

- chacune desdites autres torches à arc non transféré générant un jet de plasma réactif est reliée à une enceinte d'homogénéisation correspondante comprenant une partie coudée placée en aval de ladite torche plasma correspondante, ladite partie coudée comprenant une paroi pleine de sorte que ledit jet de plasma réactif généré par ladite torche correspondante entre en collision avec ladite paroi pleine pour former un écoulement plasma homogène et réactif,

20

- ladite paroi pleine avec laquelle le dard plasma entre en collision est placée par rapport à l'orifice de sortie de ladite torche reliée à ladite enceinte d'introduction, dans une zone où la température du dard plasma mesurée dans l'axe dudit dard plasma et en l'absence de ladite paroi pleine est égale ou sensiblement égale à la moitié de la valeur du pic de température moyenne du dard plasma mesurée en sortie de ladite torche à arc non transféré,

25

- cette paroi pleine est mobile en translation par rapport à l'orifice de sortie de ladite torche à arc non transféré,

30

Alternativement, la torche à plasma placée à une extrémité de l'enceinte d'introduction est mobile afin de permettre d'ajuster la position de la paroi pleine par rapport à l'orifice de sortie de cette torche à plasma à arc non transféré.

35

- la charge broyée étant introduite avec un gaz porteur, ledit au moins un port d'introduction de la charge broyée comporte au moins une buse permettant une introduction de ladite charge broyée en rotation, Cette introduction en rotation permet d'allonger le temps de séjour de la charge broyée dans l'écoulement plasma homogène afin d'assurer un bon transfert thermique de l'écoulement plasma vers la charge broyée. Dans le cas d'un gaz porteur réactif, ce bon transfert thermique autorise, par ailleurs, de démarrer le processus de purification.
- la puissance plasma de chacune des torches à arc non transféré peut être ajustée en continu par des moyens d'ajustement de puissance pour optimiser les bilans énergétiques et l'élimination des impuretés, par ailleurs évitant de créer des chocs thermiques au niveau des parois du creuset de fusion/purification,
- des moyens de mesure en ligne permettent de déterminer en permanence le degré de pureté du matériau en cours de purification dans le bain de fusion,
- le creuset a un diamètre D et une hauteur H tels que  $D/H \geq 5$ , A titre purement illustratif, ce rapport D/H peut être égal à 15. Avantageusement, cette faible profondeur du creuset pour un grand diamètre augmente l'interface du bain de fusion riche en impuretés à vaporiser et facilite la remontée à la surface de ce bain par brassage, des impuretés contenues dans le bain en vue du renouvellement de cette interface. De préférence, dans ce mode de réalisation, l'installation comporte au moins deux autres torches à plasma à arc non transféré. Par exemple, l'installation comportant trois autres torches à plasma à arc non transféré, les zones d'intersection des jets de plasma réactifs émis par ces autres torches avec la surface du bain de fusion sont placées à  $120^\circ$  les unes des autres sur un cercle de rayon compris entre un quart et trois quart du rayon du creuset.
- les moyens pour chauffer et brasser comprennent un ou plusieurs moyens de couplage inductif tels que une ou plusieurs bobines d'induction,
- les autres torches sont orientables de manière à déplacer le jet de plasma réactif qu'elle génère, à la surface dudit bain de fusion, Ce déplacement du jet de plasma à la surface du bain de fusion permet notamment de pousser le laitier vers le ou les orifices d'extraction.

- cette installation comporte des moyens pour ajuster la composition du gaz plasmagène de chacune des torches à arc non transféré pendant le fonctionnement de ces dernières,

5 - le ou les orifices de décharge étant placés dans le fond du creuset, cette installation comporte des récipients pour recueillir le bain de fusion, ces récipients étant placés sur des moyens de défilement de manière à être présentés un à un sous ce ou ces orifices de décharge jusqu'à ce que ledit creuset soit vide.

Ces moyens de défilement peuvent comporter une chaîne de défilement  
10 linéaire ou un carrousel mobile en rotation. Avantageusement, la coulée gravitationnelle est amorcée et interrompue en fonction de la présentation séquentielle, sous le creuset, de récipients. A chacun de ces récipients a été adjoint une enceinte sous atmosphère contrôlée qui est elle-même raccordée au creuset pour le transfert du bain de fusion vers le récipient.

15 De préférence, l'installation comporte de plus des moyens de liaison étanches pour relier chacun de ces orifices de décharge avec le récipient correspondant dans laquelle du bain de fusion doit être déchargé.

L'invention sera décrite plus en détail en référence aux dessins annexés dans lesquels:

20 - la figure 1 représente schématiquement une vue en coupe de l'installation de purification selon un mode de réalisation particulier de l'invention;

- la figure 2 est une vue élargie du creuset de l'installation de la Figure 1 montrant un orifice d'extraction du laitier avec son dispositif de récupération  
25 dudit laitier, la Fig. 2 a) est une vue en perspective de cet orifice d'extraction et la Fig. 2b) est une vue en coupe;

- la figure 3 est une vue de dessus de l'installation de la Figure 1;

- la figure 4 est une vue élargie de la partie inférieure de l'installation de la Figure 1 montrant les moyens de défilement des récipients sous l'orifice  
30 de décharge;

La Figure 1 montre plus particulièrement une vue en coupe d'une installation de purification par plasma selon un mode particulier de réalisation de l'invention.

35 Cette installation comporte un creuset de fusion/purification 1 de forme

cylindrique couplé à une enceinte de fusion/purification 2, également de forme cylindrique et étanche par rapport au creuset 1. Le creuset 1 et l'enceinte 2 peuvent cependant avoir toute autre forme, par exemple ovoïde. Cette enceinte de fusion/purification 2 comporte un conduit 3, ou cheminée, pour l'évacuation des gaz présents dans l'enceinte 2.

Dans une première phase, dite de pré-purification, une charge de silicium broyée est introduite en continu avec un gaz porteur dans une enceinte d'introduction 4, au moyen d'un injecteur 5 dont l'orifice débouche à la paroi de l'enceinte d'introduction 4. Cette dernière comporte à une extrémité une torche à plasma à arc non transféré 6, qui délivre un dard plasma. Ce dard entre en collision avec une paroi pleine 7 de l'enceinte d'introduction 4 pour le générer un écoulement plasma homogène. Cet écoulement se mélange à la charge de silicium broyée et au gaz porteur, pour produire un dard diphasique 8 en sortie d'une section évasée 9 de l'enceinte d'introduction 4.

Le dard diphasique 8 est orienté, selon l'axe 10 du creuset 1, sensiblement verticalement vers le creuset de fusion/purification 1.

L'injecteur 5, qui est positionné de manière à ce que la charge de silicium broyée suive une trajectoire principale selon l'axe 10 du dard diphasique, permet avantageusement de conférer à cette trajectoire principale des composantes secondaires, par exemple une composante en rotation 11, pour augmenter le temps de séjour de la charge de silicium broyée dans le mélange écoulement plasma homogène/gaz porteur.

Cette configuration présente les avantages de pouvoir délivrer un flux de charge de silicium broyée maîtrisé dans son débit, indépendamment du débit du dard plasma généré par la torche à arc non transféré 6 relié à l'enceinte d'introduction 4, tout en étant traité dans sa totalité dans l'écoulement plasma homogène. Elle permet également de démarrer le processus de fusion/purification dès l'injection de la charge de silicium broyée avec des temps de séjour ajustables.

La torche à plasma à arc non transféré 6 fournit l'énergie qui est partiellement transférée d'une part à la charge de silicium broyée et d'autre part au gaz porteur, ce gaz porteur, porté à haute température, constituant le réactif chimique démarrant le processus de purification du silicium chauffé au sein du dard diphasique 8. La charge de silicium broyée ayant une granulométrie comprise entre 10 et 500  $\mu\text{m}$ , et encore mieux entre 80 et 150  $\mu\text{m}$ , les

particules de silicium présentent une surface d'échange maximale.

La charge de silicium broyée, confinée et véhiculée par le dard diphasique 8, remplit le creuset de fusion/purification 1, l'amenant à l'état pré fondu en raison de l'apport continu d'énergie par la torche à plasma à arc non transféré 6, alors que le processus de purification est toujours actif.

Un champ électromagnétique haute fréquence, produit par une bobine d'induction 12, amène le silicium contenu dans le creuset 1 à l'état fondu, créant un bain de fusion brassé 13.

En plus de la torche à plasma à arc non transféré 6 reliée à l'enceinte d'introduction 4, dont la puissance est réduite quand la bobine d'induction 12 est mise en service, trois autres torches à arc non transféré 14, 15 et 16 (Fig. 3) sont mises en service pour apporter les réactifs chimiques du plasma qu'elles produisent et qui sont nécessaires à la poursuite du processus de purification à la surface 17 du bain de fusion 13.

Cette surface 17 est alimentée en continu par les impuretés résiduelles en raison du brassage électromagnétique engendré par la bobine d'induction 12. Les trois autres torches à plasma à arc non transféré 14, 15 et 16 sont respectivement connectées à des parties coudées 18, 19 et 20 (Fig. 3) qui dévient respectivement les jets de plasma réactifs générés par ces torches en occasionnant une collision entre chaque jet de plasma réactif et une paroi pleine de la partie coudée correspondante pour créer des écoulement plasma homogènes et réactifs 21, 22 (Fig. 1). Ces parties coudées comportent respectivement des sections évasées 23, 24 orientant les écoulements plasma homogènes et réactifs de manière sensiblement verticale vers la surface du bain 17.

Les torches à plasma à arc non transféré 3, 14, 15 et 16 sont chacune connectées à l'enceinte 2 par des dispositifs étanches (non représentés), qui de plus autorisent une orientation des écoulements plasma homogènes 8, 21, 22 par rapport à la verticale d'un angle d'inclinaison maximal de 10°.

Les torches à plasma 14, 15 et 16 et leurs parties coudées associées 18, 19 et 20 sont concentriques à l'orifice de sortie de l'enceinte d'introduction 4, les intersections des axes 25, 26 des écoulements plasma homogènes 21, 22 avec la surface 17 étant réparties à 120° sur un cercle dont le rayon est compris entre le quart et les trois quarts du rayon du creuset 1.

La distance entre les torches 3, 14, 15, 16 et la surface 17 du bain, ou encore

le fond du creuset, est ajustable par déplacement du creuset 1 par rapport à l'enceinte 2, tout en conservant l'étanchéité entre l'enceinte 2 et le creuset 1. Cette mobilité accroît l'efficacité thermique et thermochimique des torches par rapport à la surface du bain 17.

5 Le film de laitier qui peut se former à la surface du bain, au détriment de l'efficacité d'extraction des impuretés, est évacué à intervalles réguliers. Le laitier est reçu dans trois encoches 27-29, aménagées dans le creuset 1 juste au-dessous de la surface du bain 17 lorsque le creuset 1 est rempli (Fig. 2). Ces encoches 27-29 font face, au cours du déplacement du creuset par  
10 rapport à l'enceinte 2, à des interfaces 30 fixées sur l'enceinte 2 et constituées d'un matériau identique ou similaire à celui du creuset 1.

Dans le mode de fonctionnement fusion/purification, les interfaces 30 viennent se loger respectivement dans les encoches 27-29 pour maintenir le niveau 17 du bain 13. Dans le mode évacuation du laitier, le déplacement  
15 vertical vers le bas du creuset 1, de quelques millimètres, dégage des ouvertures qui permettent le passage du laitier. Les encoches 27-29 sont respectivement diamétralement opposées aux zones d'impact des écoulements plasma homogènes 21, 22 avec la surface du bain 17.

Pour permettre l'évacuation du laitier, une seule des trois torches à arc non transféré 14, 15 et 16 est mise en service à la fois et à tour de rôle pour  
20 provoquer respectivement, par effet mécanique de leur écoulement plasma homogène 21, 22, le passage du laitier dans les ouvertures des encoches correspondantes 27-29. Cette opération étant répétée autant que nécessaire. Le laitier est collecté dans des réceptacles (non représentés). Il est à noter  
25 que la hauteur de chaque encoche est ajustée pour tenir compte de la baisse du niveau 17 du bain fondu 13 pendant l'évacuation du laitier. Ainsi, l'encoche 29 est plus profonde que l'encoche 28, qui elle-même est plus profonde que l'encoche 27.

Le silicium purifié par plasma est transféré dans un dispositif de solidification  
30 contrôlée (non représenté sur la Fig. 1 par souci de clarté), par une coulée semi-continue, positionnée dans l'axe du fond 30 du creuset 1, par exemple par réchauffage par un champ électromagnétique produit par la bobine 31. Ledit dispositif de solidification contrôlée est positionné sous le creuset 1 et est étanche par rapport à ce dernier, par l'interface 32, quand la coulée est  
35 autorisée.

Le volume du dispositif de solidification étant plus limité que celui du creuset 1, on présentera successivement plusieurs dispositifs de solidification contrôlée 33-37 (Fig. 4). Ceci peut être obtenu, par exemple, par déplacement horizontal de ces derniers et mise en place sous le creuset 1 par un déplacement vertical. A titre illustratif, ces dispositifs de solidification 33-37 sont montés sur un chariot 38 pour une présentation soit en ligne, soit rayonnante.

Des moyens de mesure et de contrôle permettent de capter la température et la pression dans l'enceinte de fusion/purification 2, le niveau du bain de fusion 13 et le degré de purification du matériau.

Dans cette installation, le procédé de purification comprend les phases suivantes :

a/ on transporte un flux de silicium métallurgique broyé, par exemple au moyen d'un gaz porteur et on l'injecte sensiblement verticalement vers le bas dans un écoulement plasma homogène obtenu par la collision d'un dard plasma émis par une torche à arc non transféré, alimentée par un gaz neutre, par exemple de l'argon, fonctionnant sensiblement à sa puissance nominale, avec une paroi pleine.

Le flux de silicium préchauffé est soumis, simultanément, à une purification « en vol » (première purification) d'impuretés vaporisables, par le choix du gaz porteur porté à haute température par l'écoulement plasma homogène, par exemple du chlore ou du chlorure d'hydrogène, la surface d'échange plasma/particules de silicium étant maximisée par l'état finement divisé de la charge broyée entrante,

b/ le mélange diphasique est dirigé sensiblement verticalement vers le bas dans un creuset de fusion/purification (seconde purification), sensiblement selon l'axe vertical de ce dernier, pour constituer un bain pré fondu de matériau pré purifié, le creuset ayant un volume délimité par des parois constituées d'un matériau ultra pur à haute tenue en température et non contaminant par rapport à la charge de silicium,

c) lorsque le creuset est rempli d'un bain pré fondu sous l'action du plasma en gaz neutre, l'injection de la charge broyée de silicium métallurgique cesse, la puissance plasma de la torche à arc non transféré alimentée en gaz neutre est réduite, la fonction chimique du gaz porteur étant toujours active pour continuer la purification dans le creuset,

d/ un chauffage électromagnétique assure la fusion complète du bain et son maintien en température, induisant de plus un brassage pour l'homogénéisation de ce dernier et la diffusion des impuretés vers la surface du bain,

5 e/ on délivre alors, verticalement au-dessus du bain et en direction de la surface de ce dernier, un second plasma homogénéisé dédié, par le choix d'un gaz plasmagène évolutif dans sa composition, par exemple un mélange oxygène, hydrogène, gaz carbonique, éventuellement du chlorure d'hydrogène, à l'élimination, à la surface du bain, des impuretés vaporisables  
10 encore présentes à la surface du bain de silicium (troisième purification), par des réactions thermochimiques spécifiques.

Ce plasma est également généré par une ou plusieurs autres torches à plasma à arc non transféré. Il est également utilisé pour ses effets mécaniques de manière à évacuer, latéralement et à intervalles réguliers, le  
15 film de laitier qui peut se former à la surface du bain, en raison de réactions additionnelles entre le plasma et le silicium, en particulier des oxydes de silicium. Ce film doit être évacué car il réduit l'efficacité du plasma dédié à l'élimination en surface des impuretés.

Il est prévu une variante pour évacuer le film de laitier, avantageusement sa  
20 vaporisation par l'utilisation de gaz plasmagènes spécifiques ayant la capacité de vaporiser ce film, un « nettoyage » chimique à intervalles réguliers.

f/ quand le bain de silicium est purifié de toutes les impuretés vaporisables par les actions du plasma thermique, la coulée est amorcée pour transférer le  
25 bain vers des moyens de cristallisation, le chauffage par induction électromagnétique étant maintenu dans une gamme de puissance appropriée, ainsi que, si nécessaire, le plasma en gaz neutre à puissance réduite

Le procédé décrit ci-dessus autorise donc une première élimination des impuretés (première purification) sur les particules de la charge broyée « en  
30 vol » au sein du mélange gaz plasmagène neutre/gaz porteur de la torche centrale alimentée en gaz neutre, suivie d'une seconde purification à la surface du bain continûment alimentée en impuretés résiduelles par le brassage électromagnétique. Les impuretés extraites sont le phosphore et des impuretés métalliques, par exemple de Fe, Ti, sous forme de chlorures  
35 gazeux.

Plusieurs torches latérales alimentées par le mélange réactif de gaz plasmagène, de type oxygène, hydrogène, gaz carbonique et même chlorure d'hydrogène permettent la vaporisation en surface du bain d'autres impuretés, en les oxydant. Le bore est transformé en un composé gazeux de formule chimique BOH, alors que le carbone est oxydé en monoxyde de carbone.

Il résulte de ces traitements plasma, un silicium contenant encore des impuretés, mais seulement constituées d'éléments chimiques métalliques dont les teneurs sont compatibles avec la dernière extraction par ségrégation dans le procédé de solidification contrôlée, en particulier Cu, V, Al, Cr.

Il est à noter que l'érosion des électrodes des torches à arc produit des éléments métalliques de type Cu et Cr, en quantités minimales, qui sont éliminés par ségrégation au cours de la phase de solidification contrôlée

Ce procédé permet avantageusement une utilisation optimisée du plasma pour les raisons suivantes :

- fonction thermique de pré fusion du silicium métallurgique, initialement peu conducteur thermique, « en vol » et dans le creuset,
- fonction de première et seconde purification couplée à la fonction thermique, dans la phase initiale d'injection du matériau dans le plasma et dans le creuset, par une action combinée avec le gaz porteur,
- fonction de troisième purification au niveau de la surface du bain constitué, par un plasma spécifique, évolutif quant à sa composition,
- continuité entre l'ensemble des fonctions thermiques et chimiques.

Il est à noter que la génération du plasma d'arc est peu sensible à l'injection du silicium métallurgique pulvérulent, ce qui le rend particulièrement performant pour ce type d'application. En d'autres termes, le fonctionnement et les performances de la torche à plasma à arc non transféré relié à l'enceinte d'introduction ne sont pas modifiées, ou très marginalement, par l'injection du matériau, et donc l'efficacité du procédé est uniquement liée, pour ce qui est du plasma, à l'optimisation des transferts thermique et chimique du plasma de la torche vers le matériau à traiter.

Par ailleurs, la configuration retenue garantit que la totalité du silicium sera effectivement traité.

Ce procédé de purification offre un bilan énergétique très favorable :

- d'une part les sources d'énergie plasma et électromagnétique sont respectivement utilisées pour un transfert maximal de l'énergie à la charge broyée de silicium métallurgique, à savoir

5 - par le plasma, un premier préchauffage des particules « en vol » au sein du plasma, puis une pré fusion en bain,

- par l'induction électromagnétique une fusion complète et son maintien (le transfert thermique électromagnétique est alors plus efficace que le transfert thermique plasma),

10 D'autre part, ce procédé ne présente pas de rupture thermique (de type chauffage/refroidissement/réchauffage) et en particulier aucun chauffage du silicium autre que le chauffage initial, d'où un transfert du bain directement vers le procédé final de solidification.

Dans un mode de mise en oeuvre particulier, et à titre purement illustratif, une installation de purification industrielle présente les principales caractéristiques suivantes :

15 - le creuset 1 a un diamètre intérieur d'ordre de 1,5 mètre,  
- la hauteur du bain est de l'ordre de 0,2 mètre,  
- la puissance plasma de la torche 3 est de l'ordre du Mégawatt, alors que la puissance unitaire de chaque torche latérale, 14, ou 15 ou 16 est de  
20 l'ordre de 300 kW,

- la puissance du dispositif de chauffage électromagnétique est de l'ordre du Mégawatt,

- le débit de silicium métallurgique est de l'ordre de 500 Kg/heure.

25 Compte tenu d'un rendement matière de 80 % en sortie du creuset de fusion/purification et d'un temps de traitement global par lots de 1 heure, la capacité d'une unité de production en silicium purifié est de l'ordre de 400 Kg/heure.

## REVENDEICATIONS

1. Procédé de purification de silicium métallurgique pour obtenir du silicium de pureté supérieure, caractérisé en ce qu'on réalise les étapes  
5 suivantes :

a) on envoie un dard plasma généré par une première torche à arc non transféré (6) contre une paroi pleine (7) d'un volume ayant un orifice de sortie de sorte que l'impact dudit dard contre ladite paroi pleine (7) à l'intérieur dudit volume génère un écoulement plasma homogène,

10 b) on introduit de manière continue une charge broyée de silicium métallurgique à traiter dans ledit écoulement plasma homogène,

c) on dirige de manière continue l'ensemble formé par l'écoulement plasma homogène dans lequel a été introduite ladite charge broyée, de l'orifice de sortie dudit volume vers un creuset (1) ayant des parois latérales et un fond (30) et une partie supérieure ouverte, ledit creuset (1) comportant  
15 des moyens pour chauffer et brasser (12) ladite charge broyée à l'état fondu,

d) l'intégralité de la charge broyée à traiter ayant été introduite et un bain de fusion (13) étant formé dans ledit creuset (1), on dirige le jet de plasma réactif d'au moins une deuxième torche (14-16) à arc non transféré  
20 sur la surface (17) dudit bain afin de volatiliser au moins certaines des impuretés du bain de fusion (13) présentes à la surface (17) dudit bain,

e) on évacue le laitier présent à la surface (17) dudit bain, et on répète éventuellement les étapes d) et e) pour volatiliser au moins certaines des impuretés du bain amenées à la surface (17) dudit bain par brassage,

25 f) on décharge ledit bain de fusion (13).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit au moins un jet de plasma réactif est un écoulement plasma homogène et réactif obtenu par impact du dard plasma réactif généré par ladite au moins deuxième torche (14-16) à arc non transféré contre une paroi pleine (7) d'un  
30 autre volume ayant un orifice de sortie, ladite deuxième torche (14-16) étant reliée audit autre volume.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la granulométrie de ladite charge broyée est comprise entre 10 et 500  $\mu\text{m}$ , et encore mieux entre 80 et 150  $\mu\text{m}$ .

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'à l'étape b), ladite charge broyée étant introduite au moyen d'un gaz porteur, le rapport de la masse de la charge broyée sur la masse de gaz porteur est supérieur à 20.

5 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisée en ce que ledit gaz porteur étant un gaz réactif au contact dudit écoulement plasma homogène, on réalise une première purification de ladite charge broyée dans ledit écoulement plasma homogène.

10 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'à l'étape c), on brasse électromagnétiquement ledit bain de fusion (13).

15 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'à l'étape d), ledit creuset (1) ayant un diamètre D et une hauteur H tels que  $D/H \geq 5$ , on envoie les jets plasma réactifs d'au moins une deuxième et une troisième torches (14-16) à arc non transféré sur ladite surface (17) dudit bain de fusion (13) afin de volatiliser au moins certaines des impuretés du bain de fusion (13) présentes à la surface (17) dudit bain.

20 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'à l'étape e), on oriente un seul jet de plasma réactif à la surface (17) dudit bain pour conférer audit laitier une quantité de mouvement apte à le diriger vers au moins un orifice d'évacuation placé sur les parois latérales dudit creuset (1), ledit jet de plasma réactif étant généré à tour de rôle ou non par lesdites autres torches à arc non transféré.

25 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'à l'étape f), on décharge le bain fondu ainsi purifié de ses impuretés par plasma en contrôlant sa vitesse d'extraction, sa température d'extraction et la quantité extraite.

30 10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite solidification étant réalisée sans étape de fusion supplémentaire, on obtient des lingots ayant une enveloppe extérieure riche en silicium enrichi en impuretés et un cœur contenant le silicium de pureté supérieure et on enlève ladite enveloppe pour obtenir ledit silicium de pureté supérieure.

35 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 et 2, caractérisé en ce qu'on augmente le volume spatial desdits écoulements plasma homogènes pour éviter des projections dans ledit creuset (1) à l'étape

c) et pour traiter une surface (17) dudit bain de fusion (13) plus importante à l'étape d).

12. Installation de purification pour la mise en œuvre du procédé de purification selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- une enceinte d'introduction (4) comportant à une première extrémité une torche plasma (6) à arc non transféré ayant un axe principal, ladite torche étant destinée à générer un dard plasma ayant un axe de propagation sensiblement centré sur l'axe principal de ladite torche,

- ladite enceinte d'introduction (4) comportant une partie coudée ayant un orifice de sortie, ladite partie coudée placée en aval de ladite torche plasma (6) comprenant une paroi pleine (7) de sorte que ledit dard plasma entre en collision avec ladite paroi pleine (7) pour former un écoulement plasma homogène,

- ladite enceinte d'introduction (4) comportant au moins un port d'introduction (5) placé en aval de ladite torche plasma (6) pour l'introduction en continu d'une charge broyée à traiter en vue de son mélange avec ledit écoulement plasma homogène,

- l'orifice de sortie de ladite enceinte d'introduction (4) est placé au-dessus d'un creuset (1) ayant des parois latérales et un fond (30) et une partie supérieure ouverte, ledit creuset (1) étant destiné à recevoir en continu ledit ensemble formé par l'écoulement plasma homogène dans lequel a été introduite ladite charge broyée jusqu'à introduction complète de la charge broyée, pour former un bain de fusion (13),

- ledit creuset (1) comprenant des moyens pour chauffer et brasser (12) ledit bain de fusion (13) à l'état fondu, un ou plusieurs orifices d'extraction (27-29) placés sur ses parois latérales pour évacuer le laitier et au moins un orifice de décharge pour décharger ledit bain de fusion (13),

- ladite installation comprenant une ou plusieurs autres torches plasma à arc non transféré (14-16) pour générer chacune un jet de plasma réactif envoyé sur la surface (17) du bain de fusion (13) afin de volatiliser au moins certaines des impuretés de surface dudit bain de fusion (13).

13. Installation selon la revendication 12, caractérisée en ce que le gaz de ladite torche à arc non transféré placée sur ladite enceinte d'introduction (4) est un gaz neutre ou un gaz réactif.

14. Installation selon la revendication 12 ou 13, caractérisée en ce que lesdites torches à arc non transféré (6, 14-16) comportent chacune une électrode aval qui est une électrode évasée de manière à augmenter le volume spatial du dard plasma ou du jet de plasma réactif généré.

5 15. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, caractérisée en ce que ladite partie coudée comporte au moins une portion de forme évasée (9) pour permettre d'absorber le flux de la charge broyée introduite dans ledit écoulement plasma homogène, ladite portion de forme évasée (9) comprenant à son extrémité l'orifice de sortie de ladite enceinte  
10 d'introduction (4).

16. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 15, caractérisée en ce que chacune desdites autres torches à arc non transféré (14-16) générant un jet de plasma réactif est reliée à une enceinte d'homogénéisation correspondante comprenant une partie coudée placée en  
15 aval de ladite torche plasma correspondante, ladite partie coudée comprenant une paroi pleine (7) de sorte que ledit jet de plasma réactif généré par ladite torche correspondante entre en collision avec ladite paroi pleine (7) pour former un écoulement plasma homogène et réactif.

17. Installation selon la revendication 16, caractérisée en ce que ladite  
20 partie coudée (18-20) de chacune desdites enceintes d'homogénéisation comprend au moins une portion de forme évasée (23, 24) à l'extrémité de laquelle est placé l'orifice de sortie de ladite enceinte d'homogénéisation correspondante.

18. Installation selon la revendication 16 ou 17, caractérisée en ce que  
25 ladite installation comprend des moyens pour ajuster individuellement les distances séparant les orifices de sortie de l'enceinte d'introduction (4) et des enceintes d'homogénéisation, du fond du creuset (1) ou de la surface (17) dudit bain de fusion (13) pour optimiser les bilans énergétiques et l'extraction des impuretés.

19. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 18,  
30 caractérisée en ce que ladite paroi pleine (7) avec laquelle le dard plasma entre en collision est placée par rapport à l'orifice de sortie de ladite torche reliée à ladite enceinte d'introduction (4), dans une zone où la température du dard plasma mesurée dans l'axe dudit dard plasma et en l'absence de ladite  
35 paroi pleine (7) est égale ou sensiblement égale à la moitié de la valeur du

pic de température moyenne du dard plasma mesurée en sortie de ladite torche à arc non transféré.

20. Installation selon la revendication 19, caractérisée en ce que ladite paroi pleine (7) est mobile en translation par rapport à l'orifice de sortie de ladite torche à arc non transféré (6).

21. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 20, caractérisée en ce que ladite charge broyée étant introduite avec un gaz porteur, ledit au moins un port d'introduction (5) de la charge broyée comporte au moins une buse permettant une introduction de ladite charge broyée en rotation.

22. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 21, caractérisée en ce que ledit creuset (1) a un diamètre D et une hauteur H tels que  $D/H \geq 5$ .

23. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 22, caractérisée en ce que lesdits moyens pour chauffer et brasser (12) comprennent un ou plusieurs moyens de couplage inductif.

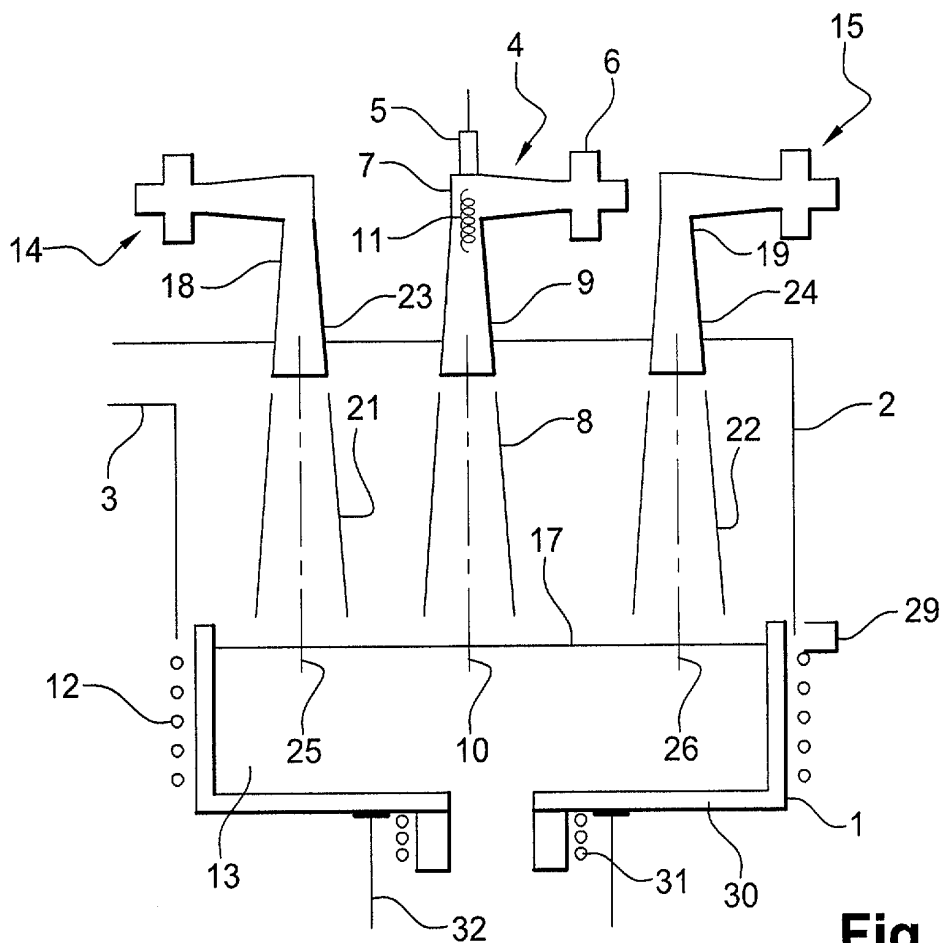
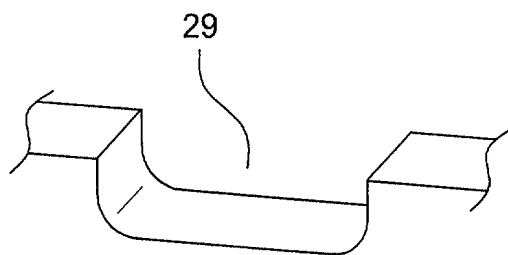
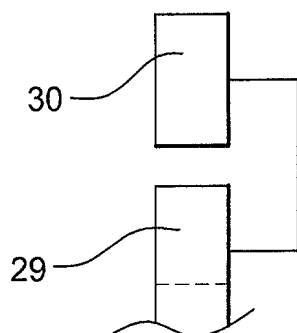
24. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 23, caractérisée en ce que lesdites autres torches (14-16) sont orientables de manière à déplacer le jet de plasma réactif qu'elle génère, à la surface (17) dudit bain de fusion (13).

25. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 24, caractérisée en ce que ladite installation comporte des moyens pour ajuster la composition du gaz plasmagène de chacune des torches à arc non transféré pendant le fonctionnement de ces dernières.

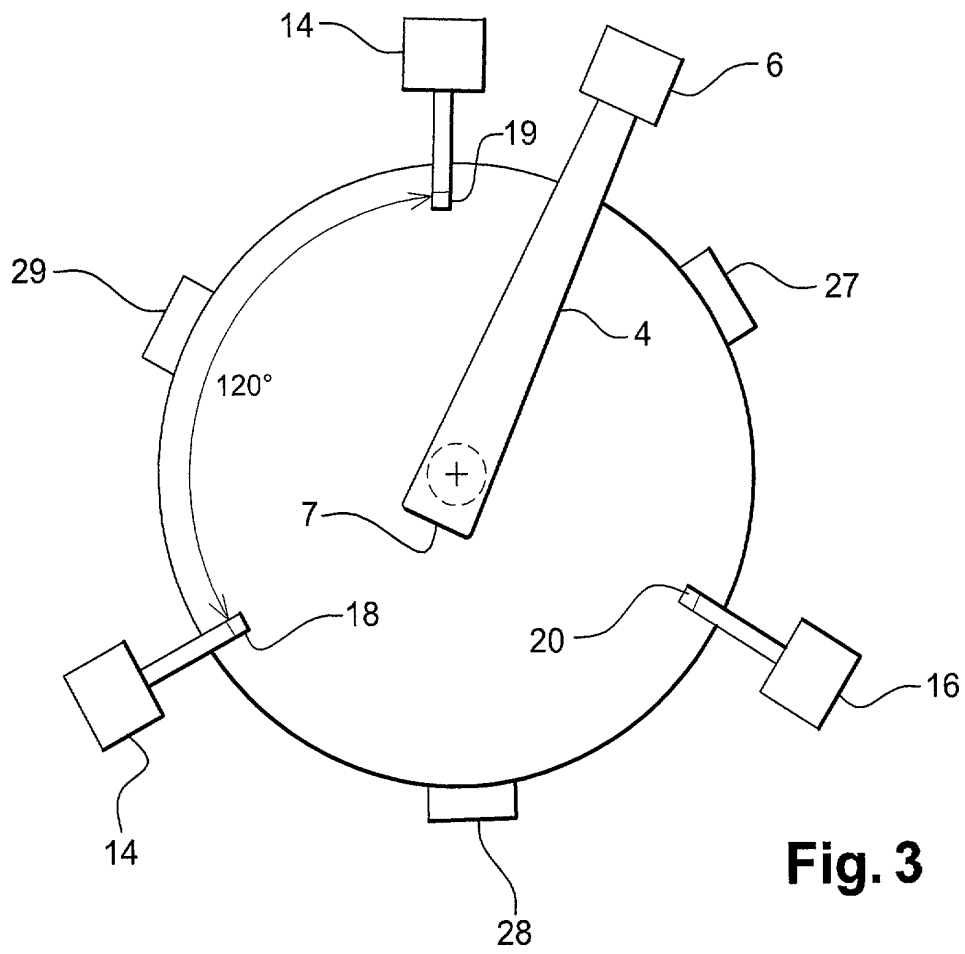
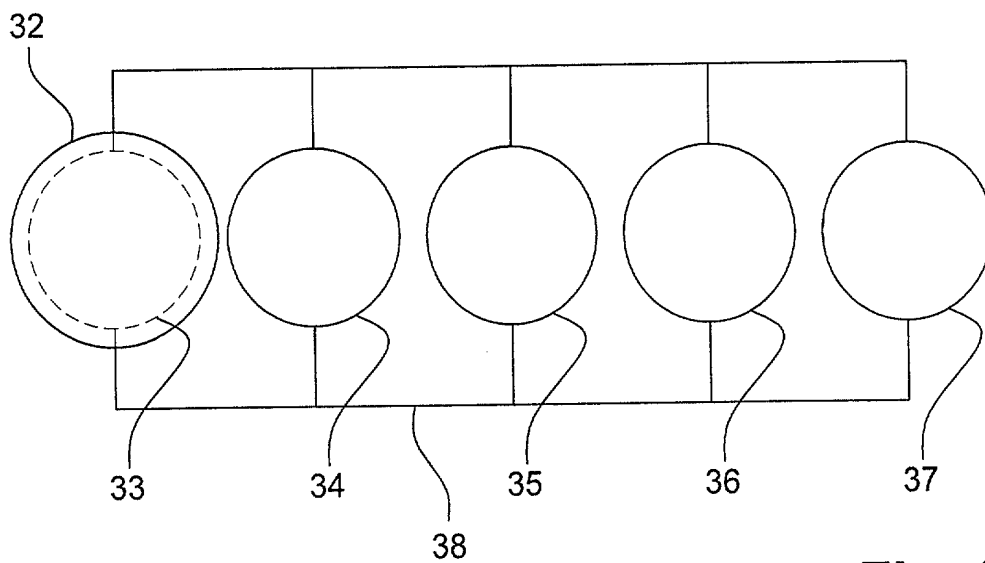
26. Installation selon l'une quelconque des revendications 12 à 25, caractérisée en ce que ledit ou lesdits orifices de décharge étant placés dans le fond dudit creuset (1), ladite installation comporte des récipients pour recueillir le bain de fusion (13), lesdits récipients (33-37) étant placés sur des moyens de défilement (38) de manière à être présentés un à un sous ledit ou lesdits orifices jusqu'à ce que ledit creuset (1) soit vide.

27. Installation selon la revendication 26, caractérisée en ce que ladite installation comporte de plus des moyens de liaison (32) étanches pour relier chacun desdites orifices de décharge avec ledit récipient (33-37) correspondant.

1/2

**Fig. 1****Fig. 2A****Fig. 2B**

2/2

**Fig. 3****Fig. 4**



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 722527  
FR 0952532

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	EP 0 855 367 A1 (KAWASAKI STEEL CO [JP]) 29 juillet 1998 (1998-07-29) * page 5, ligne 33 - page 6, ligne 36 * -----	1,12	C01B33/037  DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)  C01B C30B
A	EP 0 477 784 A1 (KAWASAKI STEEL CO [JP]; OSAKA TITANIUM [JP] KAWASAKI STEEL CO [JP]; SU) 1 avril 1992 (1992-04-01) * revendications 1-3 * * figure 1 *	1,12	
A	EP 1 254 861 A1 (SUMITOMO MITSUBISHI SILICON [JP] SUMCO CORP [JP]) 6 novembre 2002 (2002-11-06) * figure 1 * * revendications 1-10 * -----	1,12	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
3 décembre 2009		Rigondaud, Bernard	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		.....	
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0952532 FA 722527**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 03-12-2009

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0855367	A1	29-07-1998	BR 9800434 A	10-08-1999
			CA 2227693 A1	22-07-1998
			CN 1197037 A	28-10-1998
			NO 980278 A	23-07-1998
-----				
EP 0477784	A1	01-04-1992	DE 69130556 D1	14-01-1999
			DE 69130556 T2	29-04-1999
			JP 3000109 B2	17-01-2000
			JP 4130009 A	01-05-1992
			NO 913689 A	23-03-1992
-----				
EP 1254861	A1	06-11-2002	DE 60037944 T2	22-01-2009
			WO 02053496 A1	11-07-2002
			US 2003150374 A1	14-08-2003
-----				