



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105964992 B

(45)授权公告日 2018.06.22

(21)申请号 201610350059.2

(22)申请日 2012.09.14

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105964992 A

(43)申请公布日 2016.09.28

(30)优先权数据

13/234,960 2011.09.16 US

(62)分案原申请数据

201280044634.6 2012.09.14

(73)专利权人 思利科材料有限公司

地址 美国加利福尼亚州

(72)发明人 A·努里 K·欧纳杰拉

(74)专利代理机构 北京戈程知识产权代理有限公司 11314

代理人 程伟

(51)Int.Cl.

B22D 27/04(2006.01)

C01B 33/037(2006.01)

C30B 11/00(2006.01)

C30B 29/06(2006.01)

审查员 董明

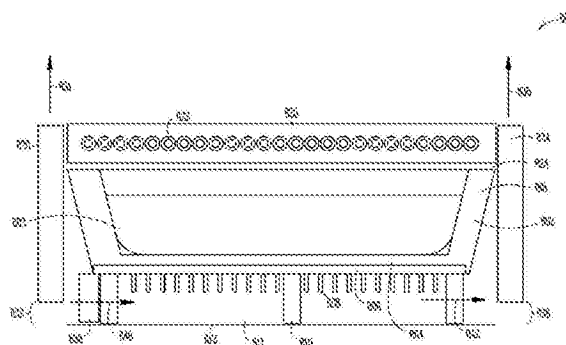
权利要求书2页 说明书12页 附图8页

(54)发明名称

定向凝固系统和方法

(57)摘要

本发明涉及定向凝固系统和方法。本发明涉及一种使用快速定向凝固而提纯材料的装置和方法。所示的设备和方法提供了对在定向凝固过程中的温度梯度和冷却速率的控制,这产生更高纯度的材料。本发明的装置和方法可用于制备用于诸如太阳能电池的太阳能应用的硅材料。模具(801)通过壁结构(802)和基底(804)限定。系统(800)还包括顶部加热器(820)用以控制熔融硅(801)的热梯度和冷却速度。壁结构(801)包括从模具(801)的边缘到与底部(804)面接触的界面的厚度渐缩。



1. 一种用于定向凝固的系统,其包括:
模具,所述模具包括:
外夹套;
基底,所述基底设置为与熔融材料直接接触,所述基底给所述外夹套的底部作内衬;和
壁绝缘结构,所述壁绝缘结构设置为与熔融材料直接接触,所述壁绝缘结构给所述外夹套的壁作内衬,所述壁绝缘结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的模具底部渐缩;
用于模具的顶部加热器,其包括通气孔;以及
真空泵,其联接至所述通气孔以在冷却操作过程中从硅表面去除气体。
2. 根据权利要求1所述的用于定向凝固的系统,其中所述顶部加热器包括一个或多个加热元件。
3. 根据权利要求1所述的用于定向凝固的系统,其中所述壁绝缘结构的厚度从模具边缘到基底面接的底部界面渐缩。
4. 根据权利要求3所述的用于定向凝固的系统,其中所述第二厚度比所述第一厚度薄25%。
5. 根据权利要求1所述的用于定向凝固的系统,其中所述壁绝缘结构包括耐火砖的层和连续的耐火材料的暴露层。
6. 根据权利要求5所述的用于定向凝固的系统,其中所述暴露层包括 Al_2O_3 的层。
7. 根据权利要求6所述的用于定向凝固的系统,其中所述暴露层为纯度大于98%的 Al_2O_3 。
8. 一种用于定向凝固的模具,其包括:
矩形的壁结构,所述矩形的壁结构包括长边和短边;
导热基底,所述导热基底设置为与熔融材料直接接触,基底包括热导率比壁材料高的材料,所述导热基底联接至所述矩形的壁结构;
其中所述矩形的壁结构设置为与熔融材料直接接触,并且矩形壁结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的导热基底面接的底部界面渐缩。
9. 根据权利要求8所述的用于定向凝固的模具,其中所述矩形壁结构在壁交叉点处具有圆形轮廓。
10. 根据权利要求8所述的用于定向凝固的模具,其中所述矩形壁结构和所述底部的交叉点包括圆形轮廓。
11. 根据权利要求8所述的用于定向凝固的模具,其还包括:
支撑结构,所述支撑结构在地板表面之上隔开所述模具,并限定所述模具与所述地板之间的空间;
一个或多个流动通路,其用以移动所述空间内的空气;和
一个或多个阀门,其用以调节通过所述一个或多个流动通路的流动。
12. 根据权利要求11所述的用于定向凝固的模具,其还包括用以移动所述空间内的空气的风扇。
13. 根据权利要求12所述的用于定向凝固的模具,其还包括多个散热片,所述多个散热

片热联接至所述空间内的所述导热基底。

14. 根据权利要求8所述的用于定向凝固的模具,其中所述导热基底包括碳化硅。

15. 根据权利要求8所述的用于定向凝固的模具,其还包括顶部加热器。

16. 根据权利要求15所述的用于定向凝固的模具,其还包括在顶部加热器中的通气孔,和真空泵,所述真空泵联接至所述通气孔以在冷却操作过程中从硅表面去除气体。

17. 根据权利要求16所述的用于定向凝固的模具,其中所述顶部加热器还包括一个或多个加热元件。

定向凝固系统和方法

[0001] 本申请是申请号为201280044634.6,申请日为2012年9月14日,发明名称为“定向凝固系统和方法”的中国专利申请的分案申请。

[0002] 优先权要求

[0003] 本申请要求2011年9月16日提交的美国专利申请No.13/234,960的优先权的权益,所述申请以全文引用方式并入本文。

技术领域

[0004] 本发明涉及一种定向凝固系统和方法,更具体涉及用于硅的定向凝固系统和方法。

背景技术

[0005] 太阳能电池可为一种可行的能源,利用它们的能力以将阳光转化为电能。硅为半导体材料和在太阳能电池制造中所用的原料。电池的电性质(即转化效率)关键取决于硅的纯度。已使用数种技术来提纯硅。最公知的技术称为‘西门子法’。该技术允许几乎去除存在于硅内的每一种杂质。然而,该技术需要将硅制备为气相,并再沉积为固相,以去除杂质。在本专利中描述的技术使用称为‘定向凝固’的技术,通过将硅熔融成液相并凝固所述硅,从而允许极有效地去除杂质。尽管该技术极为公知,但本专利集中于一种使用定向凝固的新的方式,其允许显著降低该工序的成本。

[0006] 用于制备用于太阳能电池的经提纯的硅晶体的技术是已知的。这些技术中的大多数基于如下原理操作:当硅晶体从熔融硅溶液中凝固时,不希望的杂质保持在熔融溶液中。第一示例技术(浮区技术)可用于通过如下方式制备单晶硅块:使用移动液体以将杂质向模具边缘驱动而去除。另一示例技术(Czochralski技术)可用于通过如下方式制备单晶硅块:使用从熔融溶液缓慢取出的晶种,从而允许形成硅的单晶柱并同时杂质留在溶液中。另外的示例技术(如Bridgeman或换热器技术)可用于通过如下方式制备多晶硅块:使用受控的冷却速率产生温度梯度,从而产生定向凝固。

发明内容

[0007] 用于制备用于太阳能电池的硅晶体的各种技术在熔融制造阶段过程中使用模具来容纳硅。多晶块的定向凝固的一个挑战是,从模具的底部到顶部保持液-固界面的一致的前进,所述液-固界面具有平坦形状或具有小的挠曲的凹面。如果不控制液-固界面的前进,则杂质可能变为被密封于块中,大量的凝固硅可能因此最终具有更低性能或不可接受的性能。

[0008] 本发明的模具、模具系统和相关的方法提供了使用定向凝固提纯硅的方式。所述模具、模具系统和相关的方法允许在定向结晶过程中控制温度梯度,这可产生用于太阳能电池中的更高纯度的硅。模具可包括外夹套、给所述外夹套的底部作内衬的基底,和给所述外夹套的壁作内衬的壁绝缘结构。所述基底可包括导热材料。所述壁绝缘结构的厚度可从

具有第一厚度的模具的顶部到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的模具底部渐缩。所述壁绝缘结构可包括暴露层、耐火砖、陶瓷纤维和微孔耐火层中的一种或多种。

[0009] 为了更好地说明本文公开的模具、模具系统和相关的方法,现在提供实施例的非限制性的列举:

[0010] 在实施例1中,一种用于定向凝固的系统包括外夹套、给所述外夹套的底部作内衬的基底,和给所述外夹套的壁作内衬的壁绝缘结构,所述基底包括导热材料;所述壁绝缘结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的模具底部渐缩。

[0011] 在实施例2中,实施例2的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构的厚度从模具边缘到与基底面接的底部界面渐缩。

[0012] 在实施例3中,实施例1-2中任一者或实施例1-2的任意组合的系统任选地构造为使得所述第二厚度比所述第一厚度薄大约25%。

[0013] 在实施例4中,实施例1-3中任一者或实施例1-3的任意组合的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构包括耐火砖的层和基本上连续的耐火材料的暴露层。

[0014] 在实施例5中,实施例1-4中任一者或实施例1-4的任意组合的系统任选地构造为使得所述暴露层包括 Al_2O_3 的层。

[0015] 在实施例6中,实施例1-5中任一者或实施例1-5的任意组合的系统任选地构造为使得所述暴露层为纯度大于约98%的 Al_2O_3 。

[0016] 在实施例7中,实施例1-6中任一者或实施例1-6的任意组合的系统任选地构造为使得所述耐火砖的层评级为大约1540°C至1430°C之间。

[0017] 在实施例8中,实施例1-7中任一者或实施例1-7的任意组合的系统任选地构造为使得所述暴露层的厚度从模具边缘的宽的部分到与所述基底面接的底部界面的较薄部分渐缩,且所述耐火砖的层的厚度从模具边缘的宽的部分到与所述基底面接的底部界面的较薄部分渐缩。

[0018] 在实施例9中,实施例1-8中任一者或实施例1-8的任意组合的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构还包括微孔耐火层。

[0019] 在实施例10中,实施例1-9中任一者或实施例1-9的任意组合的系统任选地构造为使得所述微孔耐火层具有均匀厚度。

[0020] 在实施例11中,实施例1-10中任一者或实施例1-10的任意组合的系统任选地构造为使得所述微孔耐火层沿着所述外夹套的壁和所述外夹套的底部的至少部分提供基本上均匀的厚度。

[0021] 在实施例12中,实施例1-11中任一者或实施例1-11的任意组合的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构还包括在所述微孔耐火层与所述耐火砖的层之间的陶瓷纤维层。

[0022] 在实施例13中,实施例1-12中任一者或实施例1-12的任意组合的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构还包括在所述微孔耐火层与所述外夹套之间的陶瓷纤维层。

[0023] 在实施例14中,实施例1-13中任一者或实施例1-13的任意组合的系统任选地构造为使得所述基底包括碳化硅的层。

[0024] 在实施例15中,实施例1-14中任一者或实施例1-14的任意组合的系统任选地构造为使得所述系统还包括顶部加热器。

[0025] 在实施例16中,实施例1-15中任一者或实施例1-15的任意组合的系统任选地构造为使得所述顶部加热器包括12个加热元件。

[0026] 在实施例17中,实施例1-16中任一者或实施例1-16的任意组合的系统任选地构造为使得所述加热元件在大约54英寸的距离上等距间隔。

[0027] 在实施例18中,实施例1-17中任一者或实施例1-17的任意组合的系统任选地构造为使得所述加热元件的下边缘被设置为在熔体表面之上间隔大约1.9英寸的距离。

[0028] 在实施例19中,实施例1-18中任一者或实施例1-18的任意组合的系统任选地构造为使得所述加热元件包括碳化硅加热元件。

[0029] 在实施例20中,实施例1-19中任一者或实施例1-19的任意组合的系统任选地构造为使得所述系统还包括在所述顶部加热器中的通气孔。

[0030] 在实施例21中,实施例1-20中任一者或实施例1-20的任意组合的系统任选地构造为使得所述通气孔包括在所述顶部加热器的中心中的大约1英寸直径的孔,且在所述顶部加热器中仅存在单个通气孔。

[0031] 在实施例22中,一种用于定向凝固的模具包括基本上矩形的壁结构、导热基底,所述基本上矩形的壁结构包括长边和短边,所述导热基底联接至所述基本上矩形的壁结构,且其中所述基本上矩形的壁定尺寸为提供用于给定量的熔融硅的壁接触面积,所述用于给定量的熔融硅的壁接触面积小于用于直径基本上等于所述模具的短边的长度的圆柱形模具的壁接触面积。

[0032] 在实施例23中,实施例22的模具任选地构造为使得所述矩形壁结构在壁交叉点处包括圆形轮廓。

[0033] 在实施例24中,实施例22-23中任一者或实施例22-23的任意组合的系统任选地构造为使得所述矩形壁结构和所述底部的交叉点包括圆形轮廓。

[0034] 在实施例25中,一种用于硅的定向凝固的系统,其包括模具、支撑结构、一个或多个流动通路和一个或多个阀门,所述模具用以容纳一定体积的熔融硅,并包括热绝缘壁结构和导热基底;所述支撑结构在地板表面之上隔开所述模具,并限定所述模具与所述地板之间的空间;所述一个或多个流动通路用以移动所述空间内的空气;所述一个或多个阀门用以调节通过所述一个或多个流动通路的流动。

[0035] 在实施例26中,实施例25的模具任选地构造为使得所述系统还包括顶部加热器。

[0036] 在实施例27中,实施例25-26中任一者或实施例25-26的任意组合的系统任选地构造为还包括用以移动所述空间内的空气的风扇。

[0037] 在实施例28中,实施例25-27中任一者或实施例25-27的任意组合的系统任选地构造为还包括多个散热片,所述多个散热片热联接至所述空间内的所述导热基底。

[0038] 在实施例29中,实施例25-28中任一者或实施例25-28的任意组合的系统任选地构造为使得所述导热基底包括联接至所述多个散热片的金属热扩散层。

[0039] 在实施例30中,实施例25-29中任一者或实施例25-29的任意组合的系统任选地构造为使得所述导热基底包括碳化硅层。

[0040] 在实施例31中,实施例25-30中任一者或实施例25-30的任意组合的系统任选地构造为使得所述一个或多个阀门包括可移动壁,所述可移动壁定尺寸为覆盖所述热绝缘壁结构和在所述地板与所述模具之间的所述空间。

[0041] 在实施例32中,实施例25-31中任一者或实施例25-31的任意组合的系统任选地构造为使得所述一个或多个阀门包括可移动壁,所述可移动壁定尺寸为覆盖所述热绝缘壁结构、在所述模具与所述顶部加热器之间的界面,和在所述地板与所述模具之间的所述空间。

[0042] 在实施例33中,一种用于硅的定向凝固的系统包括外夹套、给所述外夹套的底部作内衬的碳化硅层,和给所述外夹套的壁作内衬的复合材料壁绝缘结构、顶部加热器和真空泵,其中所述复合材料壁绝缘结构包括与所述外夹套的壁相邻的第一陶瓷纤维层、与所述第一陶瓷纤维层相邻的微孔耐火层、与所述微孔耐火层相邻的第二陶瓷纤维层、与所述第二陶瓷纤维层相邻的耐火砖的层、与所述耐火砖的层相邻的基本上连续的氧化铝层,所述氧化铝层形成所述复合材料壁绝缘结构的暴露内表面,其中所述复合材料壁绝缘结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的与碳化硅层面接的底部界面渐缩;所述顶部加热器安装至所述模具的顶部,并包括多个碳化硅加热元件、通气孔;所述真空泵联接至所述通气孔以在冷却操作过程中从硅表面去除气体。

[0043] 在实施例34中,实施例33的系统任选地构造为使得所述外夹套包括不锈钢外夹套。

[0044] 在实施例35中,实施例33-34中任一者或实施例33-34的任意组合的系统任选地构造为使得所述第二厚度比所述第一厚度薄大约25%。

[0045] 在实施例36中,实施例33-35中任一者或实施例33-35的任意组合的系统任选地构造为使得所述基本上连续的氧化铝层包括纯度大于约98%的 Al_2O_3 层。

[0046] 在实施例37中,一种定向凝固系统包括外夹套,基底、壁绝缘结构、可去除顶部加热器、支撑结构、一个或多个流动通路和一个或多个阀门,所述基底给所述外夹套的底部作内衬,并包括导热材料;所述壁绝缘结构给所述外夹套的壁作内衬,其中所述壁绝缘结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的与所述基底面接的底部界面渐缩,其中所述模具为矩形,并具有定尺寸为提供用于给定量的熔融硅的壁接触面积的壁,所述用于给定量的熔融硅的壁接触面积小于用于直径基本上等于所述模具的短边的长度的圆柱形模具的壁接触面积;所述支撑结构在地板表面之上隔开所述模具,并限定所述模具与所述地板之间的空间;所述一个或多个流动通路用以移动所述空间内的空气;所述一个或多个阀门用以调节通过所述一个或多个流动通路的流动。

[0047] 在实施例38中,实施例37的系统任选地构造为使得所述模具的基底包括联接至多个散热片的金属热扩散层,所述多个散热片延伸至所述模具与所述地板之间的空间中。

[0048] 在实施例39中,一种用于定向凝固的系统包括外夹套、基底、热绝缘结构和可去除散热器,所述基底给所述外夹套的底部作内衬,并包括导热材料;所述热绝缘结构给所述外夹套的壁作内衬;所述可去除散热器联接至所述外夹套的底部。

[0049] 在实施例40中,实施例39的系统任选地构造为使得所述壁绝缘结构的厚度从具有第一厚度的模具边缘到具有比所述第一厚度更薄的第二厚度的模具底部渐缩。

[0050] 在实施例41中,实施例39-40中任一者或实施例39-40的任意组合的系统任选地构造为还包括多个散热片,所述多个散热片联接至所述可去除散热器。

[0051] 在实施例42中,实施例39-41中任一者或实施例39-41的任意组合的系统任选地构造为使得所述外夹套为基本上圆柱形。

[0052] 在实施例43中,实施例39-42中任一者或实施例39-42的任意组合的系统任选地构

造为使得所述外夹套为基本上矩形。

[0053] 本发明的模具、模具系统和相关的方法的这些和其他实施例和特征将在如下具体描述中部分陈述。本发明内容旨在提供本发明的主题的非限制性的例子，其不旨在提供排他的或穷举的解释。包括以下具体描述以提供关于本发明的模具、模具系统和方法的进一步的信息。

附图说明

[0054] 在附图中，类似的数字在全部数个视图中用于描述类似的元件。具有不同字母后缀的类似的数字可用于表示类似元件的不同视图。附图以举例的方式而非限制的方式通常示出了本说明书中所述的各种实施方案。

[0055] 图1显示了根据本发明的至少一个实施方案的系统的等距视图。

[0056] 图2显示了根据本发明的至少一个实施方案的模具的横截面。

[0057] 图3显示了根据本发明的至少一个实施方案的加热器的俯视图。

[0058] 图4显示了根据本发明的至少一个实施方案的加热器的侧视图。

[0059] 图5A-图5C显示了使用根据本发明的至少一个实施方案的模具的硅的一系列模拟冷却断面图。

[0060] 图6显示了根据本发明的至少一个实施方案的矩形系统的俯视图。

[0061] 图7显示了根据本发明的至少一个实施方案的圆柱形系统的俯视图。

[0062] 图8显示了根据本发明的至少一个实施方案的矩形系统的俯视图。

[0063] 图9显示了来自图8的系统的侧视图。

[0064] 图10显示了根据本发明的至少一个实施方案的系统的侧视图。

[0065] 图11显示了根据本发明的至少一个实施方案的系统。

具体实施方式

[0066] 在如下具体描述中，参照所附附图。附图形成说明书的一部分，并以说明的方式而非限制的方式提供。附图实施方案被充分详细描述，以使得本领域技术人员能够实施本发明的主题。可使用其他实施方案，且在不偏离本专利文件的范围的情况下可进行机械、结构或材料改变。

[0067] 现在将详细参照所公开的主题的某些实施例，所述实施例中的一些在所附附图中进行说明。尽管所公开的主题将主要结合所附附图进行描述，但应了解这样的描述不旨在将所公开的主题局限于那些附图。相反，所公开的主题旨在涵盖可包括于如权利要求书所限定的目前公开的主题的范围内的替代形式、改变和等同形式。

[0068] 说明书中提及“一个实施方案”、“实施方案”、“示例性实施方案”等表示所述实施方案可包括特定特征、结构或特性，但每个实施方案可不必包括所述特定特征、结构或特性。而且，这种短语不必指相同的实施方案。此外，当特定特征、结构或特性结合实施方案描述时，无论是否明确描述，均认为影响与其他实施方案相关的这种特征、结构或特性在本领域技术人员的知识范围内。

[0069] 在本文中，除非另外指出，否则术语“一种”用于包括一种或超过一种，术语“或”用于指非排他的“或”。另外，应了解本文所用的不另外限定的措辞和术语仅为了描述的目的，

而不是为了限制的目的。

[0070] 本发明的主题涉及使用定向凝固技术提纯硅,并同时在整个模具中保持固-液界面的一致前进的模具、模具系统和相关的方法。得自定向凝固的经提纯的硅可用于太阳能电池中。已发现,通过控制模具内的温度梯度,可实现高度受控的定向凝固。尽管在以下实施例中详细地描述了硅的提纯,但所述系统和方法也可用于其他材料(如蓝宝石)的定向凝固和提纯。

[0071] 定向结晶通常从底部进行至顶部,因此所需温度梯度在底部具有更低的温度,并在顶部具有更高的温度。对温度梯度和相应的定向结晶的高度控制可有利地允许更有效的定向凝固,从而产生更高纯度的硅。

[0072] 图1示出了用于硅的定向凝固的模具系统100的一个具体实施方案。系统可包括设置于模具120的顶部或接近模具120的顶部的顶部加热器110。顶部加热器110可由一个或多个链101支撑,所述一个或多个链101接合于竖直结构构件103的具有孔102的第一端。在该实施例中,链101形成吊线,从而允许通过使用起重机或其他提升系统而移动顶部加热器110。系统100也可例如通过将模具120置于叉架或剪刀式升降机上并同时顶部加热器110留在模具120上而移动。筛箱106可封闭顶部加热器110的加热构件的端部(所述端部从外夹套伸出),从而保护使用者远离存在于这些构件的端部中或接近这些构件的端部的热和电。

[0073] 竖直结构构件103可从顶部加热器110的底边延伸至顶部加热器110的顶边。竖直结构构件103可位于顶部加热器110的外夹套的外表面上,并可在垂直于所述外表面的方向上向外延伸。顶部加热器也可包括水平结构构件104,所述水平结构构件104位于顶部加热器110的外夹套的外表面上,并可在垂直于所述外表面的方向上向外延伸。

[0074] 顶部加热器110可包括形成加热器的外夹套的一部分的唇边105。所述唇边可从外夹套向外突出,并可朝向顶部加热器110的中轴线向内延伸,使得其覆盖任何存在的绝缘件的厚度。或者,唇边105可仅仅向内延伸至足以覆盖顶部加热器110的外夹套的底边。

[0075] 在图1所示的实施方案中,来自模具120的绝缘件111可在顶部加热器110与模具120之间延伸。在各个实施例中,模具120的一个或多个绝缘层111的至少一部分可延伸至模具的外夹套的高度以上。类似于顶部加热器110,模具120可包括竖直结构构件112。竖直结构构件112可位于模具120的外夹套的外表面上,并可在垂直于所述外表面的方向上向外延伸。竖直结构构件112可从模具120的底边延伸至模具120的顶边。模具112也可包括一个或多个水平结构构件113。水平结构构件113显示为在模具120的外夹套的外表面上,并从外夹套向外延伸。水平结构构件113可围绕圆柱型模具112的圆周水平延伸,或者沿着非圆柱形模具的一个或多个侧面水平延伸。模具112也可包括十字交叉的底部结构构件114,115。底部结构构件114,115可延伸跨过模具112的底部。底部结构构件115中的一些可成形和定尺寸为允许叉架或剪刀式升降机或其他机器物理操纵(例如移动)体系100。

[0076] 图2显示了根据本发明的一个实施方案的模具200。模具200包括外夹套210,所述外夹套210包括侧壁201和底部202,并封闭底部材料212和壁绝缘结构220。在一个实施例中,侧壁201和底部202一体形成。在另一实施例中,侧壁201和底部202螺栓连接或以其他方式机械连接在一起而形成外夹套210。

[0077] 模具200限定在模具200内的内部部分201,以容纳一定量的熔融硅。在一个实施例中,壁绝缘结构220为包括彼此相邻设置的多个不同材料的复合材料结构。复合材料壁绝缘

结构220的一个优点包括,能够通过选择复合材料结构的单独的组件的材料和几何形状而控制热梯度。复合材料壁绝缘结构220的另一优点包括能够降低模具的成本。在将接触熔融硅的暴露表面上使用更高成本的高耐热材料,而由于复合材料结构远离熔融硅前进,因此使具有更低耐热性的更低成本的材料成层。

[0078] 在一个实施例中,壁绝缘结构220的厚度从具有第一厚度224的模具200的边缘222到具有比第一厚度224更薄的第二厚度228的与基底212面接的底部界面226渐缩。在一个实施例中,第二厚度比第一厚度薄大约25%。在操作中,壁绝缘结构220的渐缩提供了热梯度,所述热梯度在定向凝固过程中提供了硅中的液-固界面的所需前进。在一个实施例中,壁绝缘结构220的渐缩接近熔体顶部提供更大的绝缘,以保持液态的熔体表面,而接近与基底212面接的底部界面提供更小的绝缘,以促进模具220的底部的冷却。关于图5A-图5C以下讨论热梯度的更详细的结果。

[0079] 在一个实施例中,壁绝缘结构220包括暴露层230,所述暴露层230将在定向凝固操作中与熔融硅直接接触。在一个实施例中,暴露层230为基本上连续的(与组装的砖层等相反)以容纳熔融硅。包括良好的热性质的一种材料包括如 Al_2O_3 形式的氧化铝。在一个实施例中,氧化铝为基本上纯的 Al_2O_3 ,这使从暴露层230进入硅熔体中的杂质达到最少。由于 Al_2O_3 中的键合结构的离子性质,铝留在暴露层230中,不作为杂质释放至熔体中。在一个实施例中, Al_2O_3 为纯度大于98%的 Al_2O_3 。在一个实施例中,暴露层230在壁绝缘结构220的顶面231上包覆。该构造的一个特征包括保护在壁绝缘结构220内的内部结构或层,所述内部结构或层可能不具有像暴露层230那样高的对温度的耐热性。

[0080] 在一个实施例中,壁绝缘结构220还包括形成与暴露层230面接的界面的耐火砖232的层。在一个实施例中,耐火砖232的层包括 Al_2O_3 。耐火砖232可为壁绝缘结构220提供所需的结构性质,如韧性。在一个实施例中,耐火砖232的层包括评级为1540℃或更低的砖。在一个实施例中,耐火砖232的层包括评级为1430℃或更低的砖。在选择耐火砖232时考虑性质的组合,如熔融硅的所需梯度所需的厚度和热性质,以及其他性质,如成本、强度和韧性。

[0081] 在一个实施例中,壁绝缘结构220还包括微孔耐火层236。在一个实施例中,微孔耐火层236评级为1000℃或更低。微孔耐火层236中的孔隙提供良好的绝缘性质。在所选实施例中,在所选层之间另外包括陶瓷纤维绝缘层。在一个实施例中,第一陶瓷纤维层238包括于外夹套210与微孔耐火层236之间。在一个实施例中,第二陶瓷纤维层234包括于微孔耐火层236与耐火砖232的层之间。陶瓷纤维层的例子包括板、柔性织物或其他构造。

[0082] 在一个实施例中,壁绝缘结构220中的一个或多个层从壁绝缘结构220的边缘222到壁绝缘结构220的底部226渐缩,其中壁绝缘结构220形成与基底212面接的界面。在图2所示的实施例中,暴露层230和耐火砖232的层均从边缘222到底部226渐缩,而微孔耐火层236保持一致的厚度242。在一个实施例中,微孔耐火层236沿着外夹套210,并围绕在外夹套210的底部的至少一部分上的拐角240保持一致的厚度242。该构造提供了对硅的冷却速率的精确控制。

[0083] 在一个实施例中,基底212包括碳化硅材料。碳化硅包括高热导率以及高耐热性的所需性质。其从硅熔体将热量传导出模具200的底部,而不会熔融其自身或污染硅。在热量流出模具底部的情况下,为了开始定向凝固,壁绝缘结构220设计选择(如厚度、材料选择和渐缩)一起起作用而提供从模具底部至顶部的液-固界面的所需一致前进。

[0084] 图3示出了顶部加热器300,所述顶部加热器300可进一步有利于保持液态的硅熔体的顶面,而凝固有利地从模具的底部到顶部前进。顶部加热器300可包括一个或多个加热构件310。一个或多个加热构件中的每一个可独立地包括任何合适的材料。例如,一个或多个加热构件310中的每一个可独立地包括加热元件,其中所述加热元件可包括碳化硅、二硅化钼、石墨、铜或它们的组合,且一个或多个加热构件中的每一个可以可选择地独立地包括感应加热器。在一个实施方案中,一个或多个加热构件310以大约相同的高度设置。在另一实施方案中,一个或多个加热构件以不同的高度设置。

[0085] 在一个实施例中,顶部加热器300包括12个加热构件310。在一个实施例中,12个加热构件310在距离312上大约等距间隔。在一个实施例中,距离312为大约54英寸。诸如加热构件的设置和加热构件的数量的变量对于在加工过程中在硅中产生的热梯度是重要的。热梯度的小的变化可在定向凝固过程中导致硅中液-固界面的部分的不希望的前进。例如,不希望使熔融硅的表面凝固,并在块内密封熔融内部。硅的密封熔融部分可含有不利地影响所得硅材料的性能的不希望的水平的杂质。

[0086] 除了多个加热构件310和加热构件310的侧向间隔之外,在一个实施例中,所述多个加热构件310设置于在熔体表面之上大约1.9英寸的距离314。在一个实施例中,加热构件310的直径为大约2英寸。正如加热构件310的所选数量和加热构件310的侧向间隔那样,在本公开中已发现,所选的尺寸(如加热构件310的直径和在熔体表面之上的距离)在定向凝固过程中提供硅中的液-固界面的部分的所需前进。

[0087] 在一个实施例中,通气孔302设置于顶部加热器300中,以从加热构件310和硅熔体表面去除气体,如氧气。在一个实施例中,真空泵(未显示)联接至通气孔302,以通过通气孔302去除不希望的气体。在一个实施例中,在顶部加热器300中仅使用单个定尺寸为直径在大约1至2英寸之间的通气孔302。在一个实施例中,单个通气孔302的直径为大约1英寸。已发现,诸如具有适当尺寸的单个通气孔的变量有效去除不希望的气体,而不导致不希望的硅熔体表面的冷却。

[0088] 在一个实施例中,加热元件包括具有某些优点的碳化硅。例如,碳化硅加热元件在氧的存在下在高温下不腐蚀。可通过使用真空室而降低包括可腐蚀材料的加热元件的氧腐蚀,但碳化硅加热元件可避免腐蚀而无需真空室。另外,可使用具有多个工作区(如在边缘处的冷区和在加热元件中心处的热区)的无水冷引线的碳化硅加热元件。在一个实施方案中,加热元件在真空室中使用、具有水冷引线,或上述两者。在另一实施方案中,在无真空室、无水冷引线,或无上述两者的情况下使用加热元件。

[0089] 在一个实施方案中,一个或多个加热构件310为感应加热器。感应加热器可被浇铸至一种或多种耐火材料中。可随后将含有一个或多个感应加热线圈的耐火材料设置于模具上。耐火材料可为任何合适的材料。例如,耐火材料可包括氧化铝、氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化锆、氧化铬、碳化硅、石墨或它们的组合。在另一实施方案中,不将感应加热器浇铸至一个或多个耐火材料中。

[0090] 顶部加热器可包括绝缘件,例如,图4所示的顶部加热器300包括绝缘件316。绝缘件可包括任何合适的绝缘材料。绝缘件可包括一种或多种绝缘材料。例如,绝缘件可包括绝缘砖、耐火材料、耐火材料的混合物、绝缘板、陶瓷纸、高温毛料、浇铸绝缘材料,或它们的混合物。绝缘板可包括高温陶瓷板。在一个实施例中,绝缘件316围绕加热构件310浇铸,使得

加热构件310更坚固,且耐热冲击而防止围绕加热构件310的部件变形。一种合适的浇铸材料包括来自Morgan Thermal Ceramics, Inc.的Kaolite®3300。

[0091] 顶部加热器可包括外夹套,例如,图3所示的顶部加热器300包括外夹套304。外夹套可包括任何合适的材料。例如,外夹套可包括钢或不锈钢。在另一实施方案中,外夹套包括钢、不锈钢、铜、铸铁、耐火材料、耐火材料的混合物,或它们的组合。绝缘件316至少部分在一个或多个加热构件与外夹套之间设置。在图4中,外夹套304的底边显示为与绝缘件的底边大概平齐。

[0092] 在本发明的范围内,顶部加热器的变化是可能的。例如,外夹套304的边缘可延伸至绝缘件316的边缘和一个或多个加热构件310以下。在另一实施例中,外夹套304的边缘可延伸至绝缘件316的边缘以下、一个或多个加热构件以下,或它们的组合。在一个实施例中,外夹套304可延伸至绝缘件316的底边以下并继续跨过,从而完全或部分覆盖绝缘件的底边。在一些实施方案中,覆盖绝缘件的边缘的外夹套304的部分可包括具有相对低的导电性的材料,如合适的耐火材料,如氧化铝、氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化锆、氧化铬、碳化硅、石墨,或它们的组合。在另一实施例中,外夹套304不延伸至绝缘件的底边或一个或多个加热构件的高度以下。在另一实施方案中,外夹套304延伸至一个或多个加热构件310的高度以下,但仍然在绝缘件316的底边以上。

[0093] 如上所述,通过控制装置中的温度梯度,可实现高度受控的定向凝固。对温度梯度和相应的定向结晶的高度控制可允许更有效的定向凝固,从而提供更高纯度的硅。在本发明中,定向结晶从大约底部进行至顶部,因此所需温度梯度在底部具有更低的温度,并在顶部具有更高的温度。在具有顶部加热器的实施方案中,顶部加热器为控制热量从定向凝固模具的顶部进入或损失的一种方式。

[0094] 图5A-图5C显示了使用类似于上述实施方案(如模具200和顶部加热器300)的模具550和顶部加热器554的定向凝固的热模型。显示了包含于模具550中的一定量的硅,硅具有液体部分502、固体部分504,和液-固界面506,所述液-固界面506有利地如上所述在模具550中向上前进。

[0095] 图5A (510) 显示了进行定向凝固操作2小时时的硅。图5B (520) 显示了进行定向凝固操作7小时时的硅。液-固界面506显示为向上前进至液体部分502中。图5C (530) 显示了进行定向凝固操作15小时时的硅。液-固界面506仍然向上前进至液体部分502中,且液体部分502的顶面508仍然有利地为液态,其中可例如通过从所得块锯切或在适当的时间量之后撤去液体部分502以允许固体部分504的本体形成,从而收集和之后去除杂质。

[0096] 图6显示了根据本发明的另一实施方案的模具600。模具600的俯视图显示了壁结构601,所述壁结构601包括长边壁602和短边壁604。在一个实施例中,长边壁602和短边壁604均由热绝缘材料(如耐火材料)形成。如在以上实施方案中所述,在一个实施例中,耐火材料包括基本上 Al_2O_3 形式的氧化铝。

[0097] 多个加热元件606以如下构造显示,所述构造被包括于矩形顶部加热器内,以在定向凝固过程中覆盖模具600。在一个实施例中,矩形顶部加热器可以以类似于以上图3和4中所述的顶部加热器的方式使用。模具600和对应的具有基本上矩形的顶部加热器的构造具有改进定向凝固过程的效率和可扩展性的优点。

[0098] 加热元件606可包括如在以上实施方案中描述的碳化硅加热元件。碳化硅包括所

需的性质,如导电性和高的耐热性,以提供电阻加热而不熔融或以其他方式损坏加热元件本身。加热元件606通常以线性段制得。加热元件606的一个常见线性尺寸包括2米的长度。

[0099] 基本上矩形的模具提供了如下能力:通过增加长边壁602的长度603而增加模具600的容量。短边壁604的宽度605可保持为标准尺寸(例如在所选实施例中2米),可将另外的加热元件606添加至模具和顶部加热器构造,以适应增加的长度603。该构造提供了一种放大制造过程并以降低的制造成本和时间制备更大的硅块的简单方法。在一个实施例中,矩形模具提供了5-6公吨的单批量尺寸,其中使用类似尺寸的加热元件的圆柱形模具(如图7所示)提供大约1.4公吨的批量尺寸。

[0100] 另外,模具600的基本上矩形的形状更好地匹配加热元件606的面积组合。具有圆形顶部区域的圆柱形模具设计更难以用线性加热元件606覆盖。图7显示了间隙612,所述间隙612导致圆柱形模具610中的熔融硅表面的一致性更差的热控制。

[0101] 另外,模具600的基本上矩形的形状提供了如下能力:在定向凝固过程中调节块与模具600的侧壁接触的量。在一些过程中,来自模具侧壁的污染降低了块的品质。一个例子包括来自模具的氧化铝耐火壁的铝污染。通过使模具600更长,使用基本上矩形的构造,可将块制备为具有增加的与模具底部的接触和减少的与模具600的侧壁的接触。在一个实施例中,模具600的底部由具有对硅的污染贡献更少或不存在对硅的污染的贡献的材料(如碳化硅)制得。

[0102] 例如,2米直径的圆柱形模具提供 $\pi \cdot (r^2) = \pi \cdot (d/2)^2 = \pi$ 的表面积。由于对于给定体积的硅,壁接触面积与熔融硅的高度(h)直接相关(对于圆柱形模具, $\pi \cdot h$) (对于矩形模具, $x \cdot y \cdot h$),具有大于或等于 π 的表面积($x \cdot y$)的基本上矩形的模具将具有比圆柱形模具的壁接触面积更小的壁接触面积。对于一个尺寸等于2米的基本上矩形的模具,大于 $\pi/2$ 米的第二尺寸提供比直径等于2米的圆柱形模具更小的壁接触面积。

[0103] 图8显示了根据本发明的另一实施方案的模具700。模具700的俯视图显示了壁结构701,所述壁结构701包括长边壁702和短边壁704。在一个实施例中,长边壁702和短边壁704均由热绝缘材料(如耐火材料)形成。如在以上实施方案中所述,在一个实施例中,耐火材料包括基本上 Al_2O_3 形式的氧化铝。多个加热元件706以如下构造显示,所述构造被包括于矩形顶部加热器内,以在定向凝固过程中覆盖模具700。图8中的模具在拐角708处包括圆形轮廓。

[0104] 在一个实施例中,圆形拐角的添加提供了拐角处的应力集中的降低。在定向凝固过程中,诸如硅的热膨胀和收缩的力可拉紧模具700。圆形拐角708的添加减少了如以上实施方案中所述的常常包括易碎耐火材料(如氧化铝等)的模具中的裂化或其他破坏。

[0105] 图9显示了来自图8的模具700的侧视图。除了圆形拐角708之外,在一个实施方案中,模具700在矩形壁结构701与基底703的相交点处包括圆形轮廓710。在一个实施例中,模具700的高度707为大约40厘米,模具700内的块高度为大约33厘米。

[0106] 图10显示了根据本发明的一个实施方案的定向凝固系统800。模具801由壁结构802和基底804限定。模具801适于在定向凝固过程中容纳一定体积的熔融硅803,并冷却熔融硅803。系统800也包括顶部加热器820,以控制熔融硅801的热梯度和冷却速率。类似于在其他实施方案中上述的顶部加热器,顶部加热器820显示为具有多个加热元件822。类似于上述实施例,在一种构造中,壁结构801包括从模具801的边缘到与底部804面接触的界面的厚

度渐缩。

[0107] 支撑结构810显示为将模具801保持在地板表面812以上一定距离,以限定空间811。在一个实施例中,在空间811内控制空气或其他冷却介质的流动,以控制模具801的基底804处的冷却速率。在一个实施例中,提供一个或多个流动通路以去除空间811内的空气或冷却介质。在图8中,显示了第一流动通路840和第二流动通路842。尽管在所选实施例中,使用两个流动通路(例如入口和出口),其他实施例包括超过两个流动通路,或仅单个流动通路。单个流动通路可同时充当入口和出口。

[0108] 图10也包括循环设备838,如风扇或者空气或其他冷却介质的其他主动推进器。图10中也显示了第一阀门830和第二阀门834。第一阀门830可在方向831上移动,以调节空间832并提供到达模具801下方的空间811的计量通道。类似地,第二阀门834可在方向835上移动,以调节空间836并提供到达模具801下方的空间811的计量通道。在操作中,移动一个或多个阀门(如阀门830和834)以改变空间811内的循环和冷却条件。在一个实施例中,循环设备838的速率也可与一个或多个阀门(如阀门830和834)一起变化。

[0109] 在一个实施例中,多个冷却结构(例如翅片)位于空间811内,并联接至模具801的基底804。冷却结构增加了从模具的基底804传导走热量的能力。然而,如果空间811被阀门830和834关闭,则在基底804处发生更少的冷却。

[0110] 在一个实施例中,金属热扩散层806进一步包括于基底804内。在一个实施例中,基底804包括用于与熔融硅803接触的碳化硅层,且金属热扩散层806远离熔融硅803设置。在操作中,金属热扩散层806(如钢层)比碳化硅更快地传导热量,并被包括以提高基底804处的冷却过程。在一个实施例中,金属热扩散层806包括大约3厘米厚的层。厚的金属热扩散层806提供了从基底804导走热量,并促进所需凝固断面(如图5A-图5C中的示例断面)的定向凝固的良好途径。

[0111] 如图10所示,在一个实施例中,阀门830和834包括绝缘壁,所述绝缘壁覆盖模具801的壁802,并任选地覆盖到达模具801下方的空间811的通道。与模具801的壁802相邻的另外的覆盖范围进一步在抵靠壁802的区域中隔绝熔融硅803,并防止在基底804处在凝固之前在壁上的较不希望的凝固。在一个实施例中,阀门830和834的绝缘壁也覆盖模具801与顶部加热器820之间的界面824。该构造在该界面824处提供了对热损失的另外的防护。阀门材料的例子包括耐火材料或其他热绝缘材料,如以上实施方案中描述的那些。

[0112] 在操作中,可以以多种方式控制阀门830和834。在一个实施例中,阀门830和834提供了可调节空间832、804,所述可调节空间832、804在定向凝固过程中设置一次。在一个实施方案中,将一个或多个阀门830和834设置为在方向831、835上以连续速率移动,从而逐渐打开通路840、842。阀门830和834的移动可在对于每个阀门相同的速率下,或者阀门可以以不同的速率操作。阀门830和834的速率可为线性的,或者速率可在定向凝固过程中变化。

[0113] 通过使用变量(如循环设备838、阀门830和834、顶部加热器820、渐缩的壁结构802、金属散热器806和翅片808),可精确控制熔融硅803的冷却速率和断面。冷却速率和断面的控制提供了多个优点,如增加的杂质分离效率。使用上述构造和方法,可以以更少的定向凝固步骤加工硅,并且可加工更大批量的硅,从而以更高的纯度和更快的加工速率制备更大的块。

[0114] 图11显示了包括模具902和可去除散热器910的系统900。模具902包括边缘904和

底部906。在一些定向凝固操作中,模具902所经受的大的热梯度可导致翘曲和对位于模具902的底部的热扩散结构的损坏。如果需要对具有一体化散热器的翘曲模具进行修理,则在修理时必须使整个模具退出生产。在图11示出的示例构造中,翘曲或损坏的可去除散热器910可被取出用于修理,并可快速附接备用的可去除散热器910,以在修理翘曲或损坏的可去除散热器910时模具902保持可用于生产。

[0115] 在可去除散热器910的仰视图中。在一个实施例中,包括多个散热片914。在一个实施例中,在可去除散热器910上包括传输系统,如用于叉式装卸车的槽或其他传输系统。可使用附接点912将可去除散热器910联接至模具902的底部906。联接方法的例子包括使用插销、紧固硬件或其他紧固系统。紧固硬件的例子包括但不限于螺栓、螺丝、螺母、铆钉或其他合适的紧固件,其中可去除散热器910可单独地从模具的底部906去除。在一个实施例中,使用牺牲紧固件,如铆钉,其中通过切削或以其他方式破坏牺牲紧固件而去除可去除散热器910,并使用新的牺牲紧固件重新附接可去除散热器910。使用牺牲紧固件的构造比焊接的一体散热器更易于去除,并仍然确保抵靠模具902的底部906而保持可去除散热器910。

[0116] 除了由于可去除散热器910仅在所选数量的附接点912处附接至模具902而能够快速替换翘曲或损坏的可去除散热器910之外,还允许可去除散热器910独立于模具902而具有一定量的自由度以在热应力下膨胀和收缩,这降低了翘曲的来源。在所选实施例中,附接点912包括开槽的或过大的开口,所述开口提供给可去除散热器910独立于模具902围绕紧固件(插销、紧固硬件等)膨胀和收缩的另外的移动自由度。

[0117] 多种不同形状的可去除散热器910和模具902在本发明的范围内。例如,可使用基本上圆柱形的模具和对应的散热器。在另一实施例中,矩形可去除散热器可联接至类似于如上所述的模具600、700或801的矩形模具。

[0118] 尽管已描述了本发明主题的多个实施方案,但以上实施方案不旨在为穷举的。本领域普通技术人员将了解,构造为使用定向凝固技术实现硅提纯,并同时在整个模具中保持固-液界面的一致前进的任何设置可替代所示具体实施方案。通过研究如上描述,如上实施方案的组合和其他实施方案对于本领域技术人员而言是显而易见的。本申请旨在涵盖本发明主题的任何改变或变化。应了解如上描述旨在为说明性的,且不是限制性的。

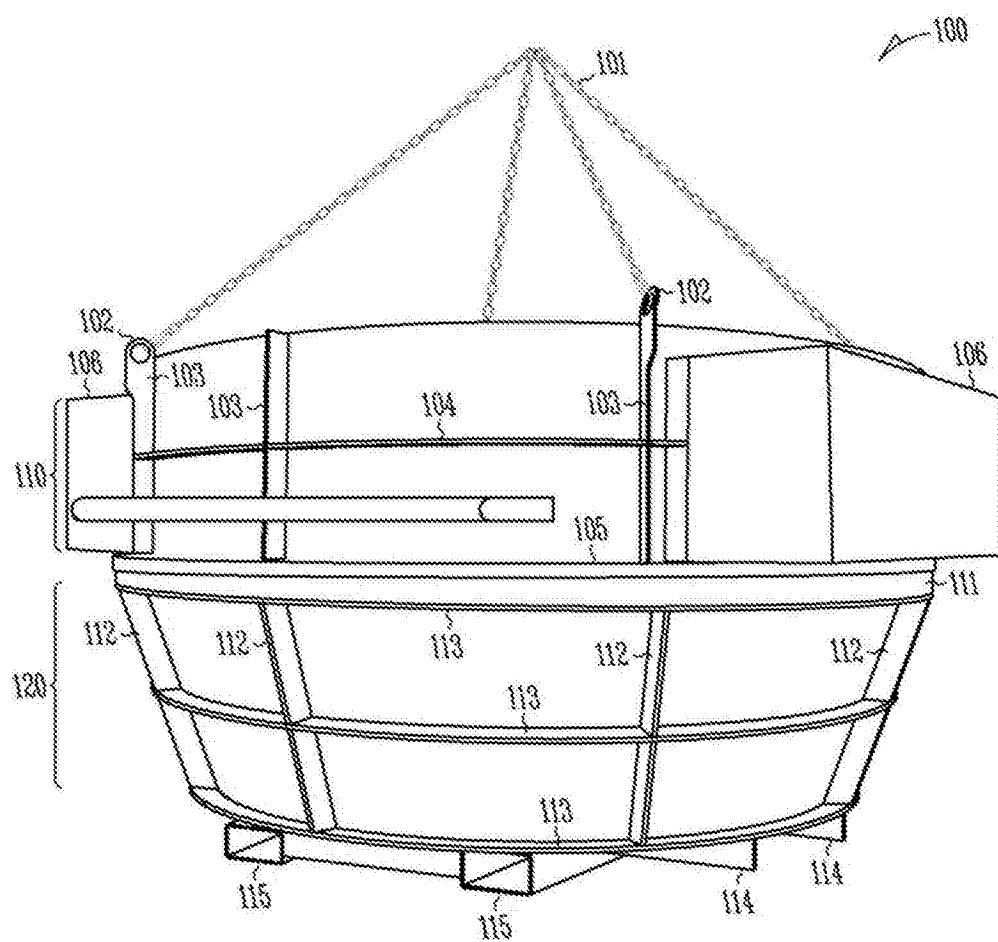


图 1

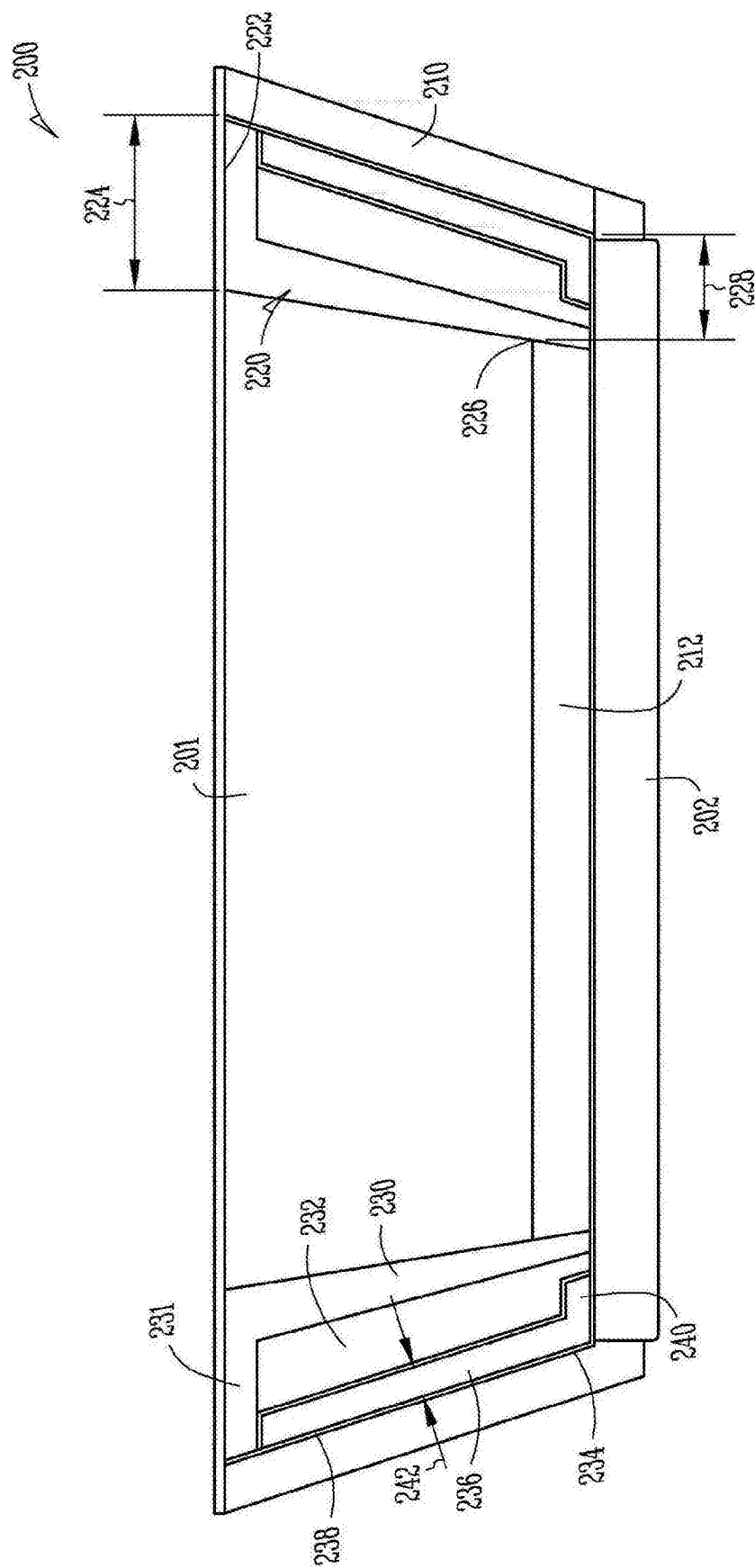


图 2

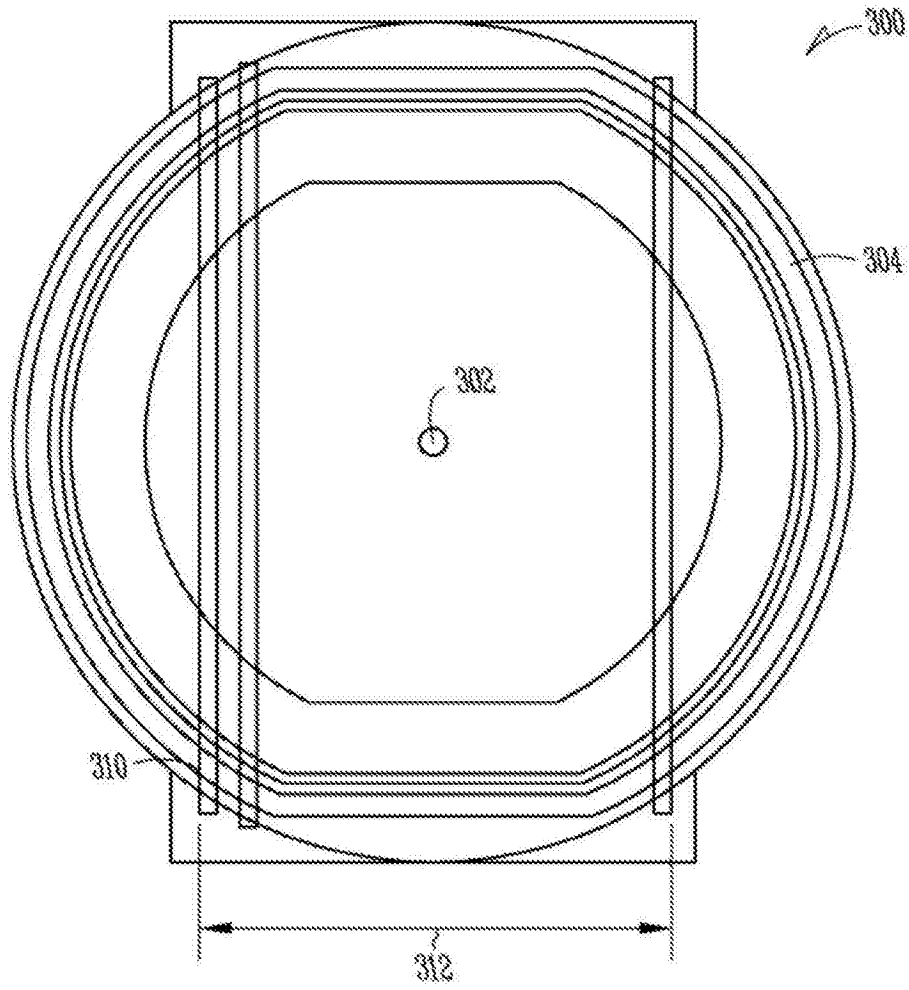


图3

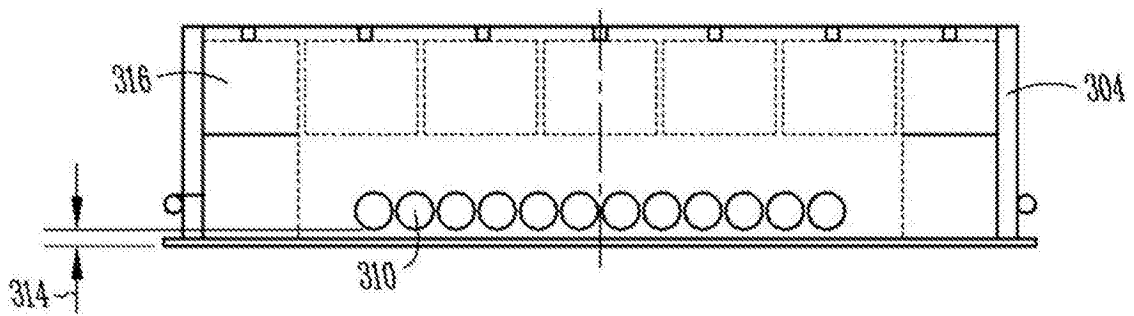


图4

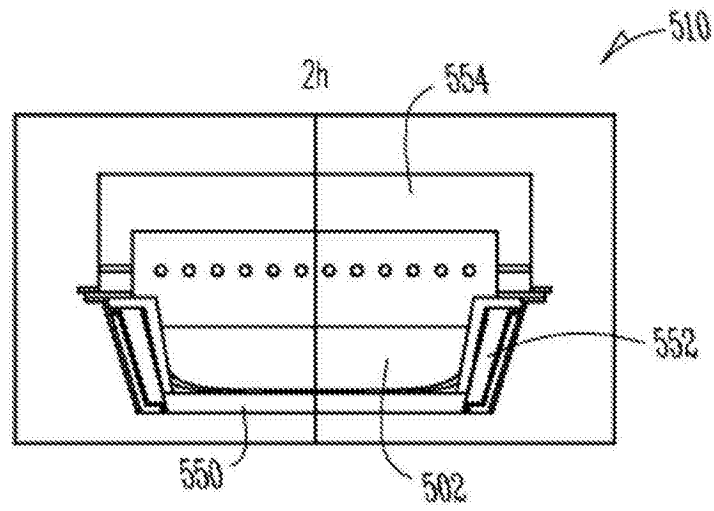


图5A

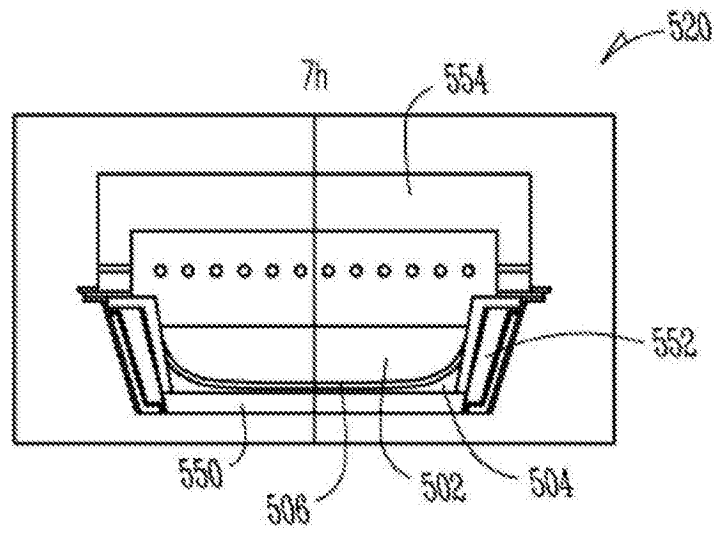


图5B

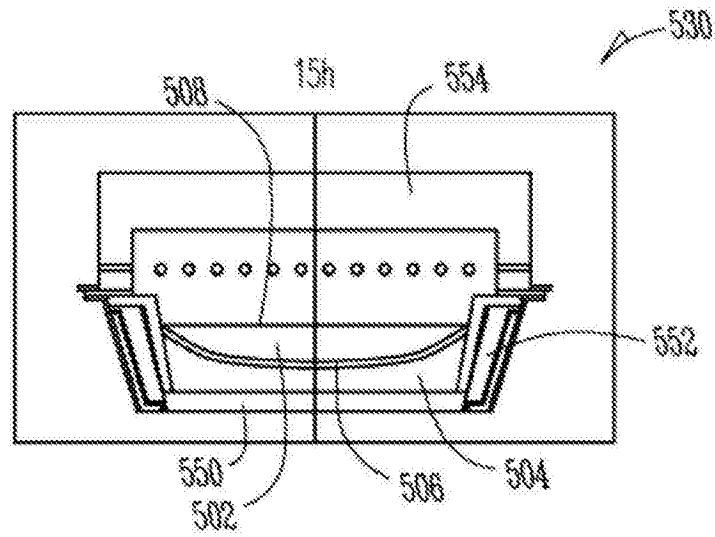


图5C

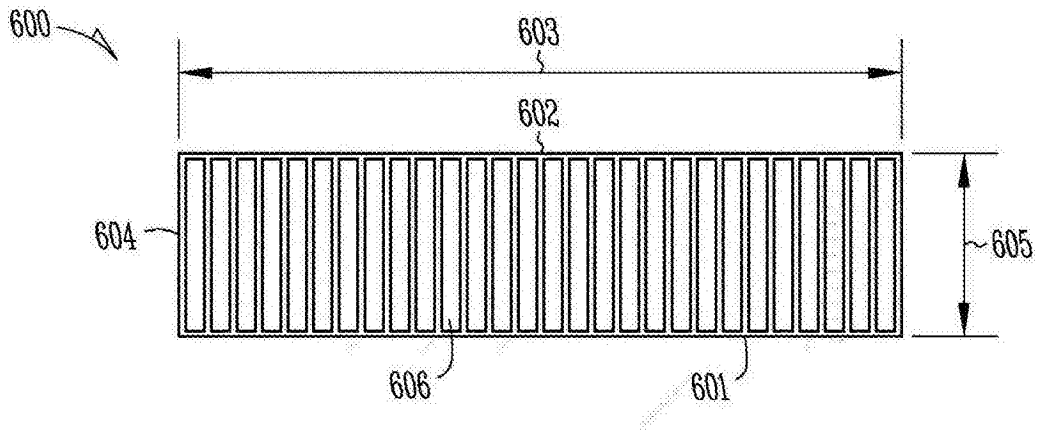


图6

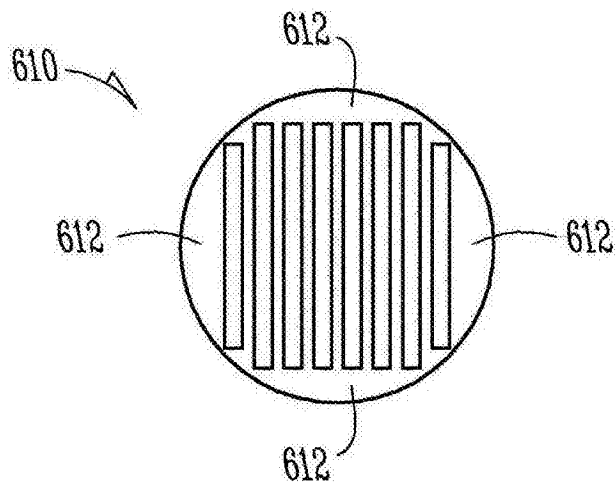


图7

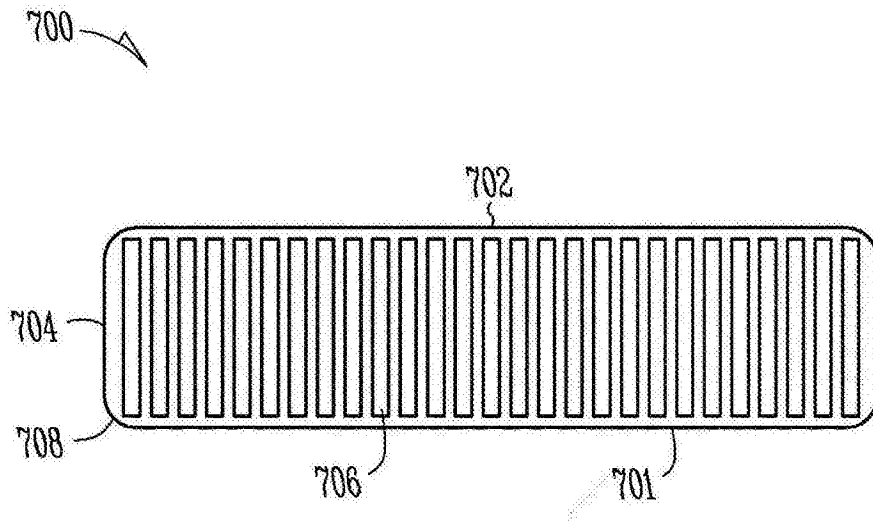


图8

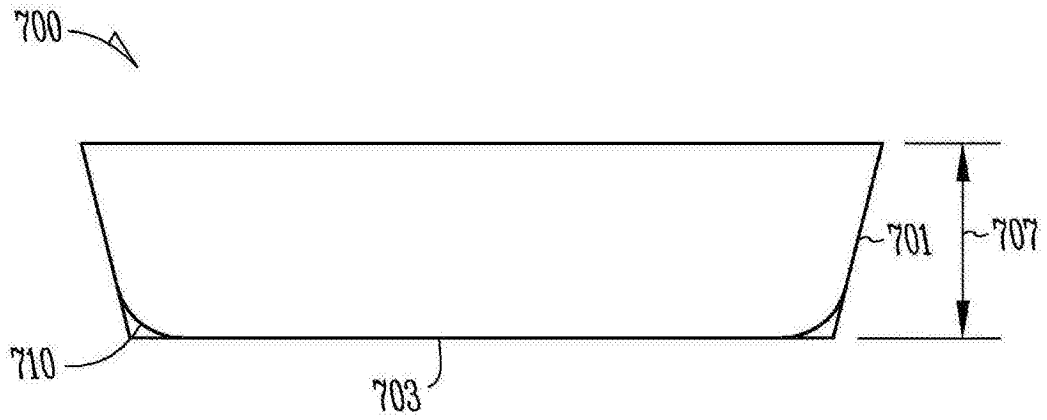


图9

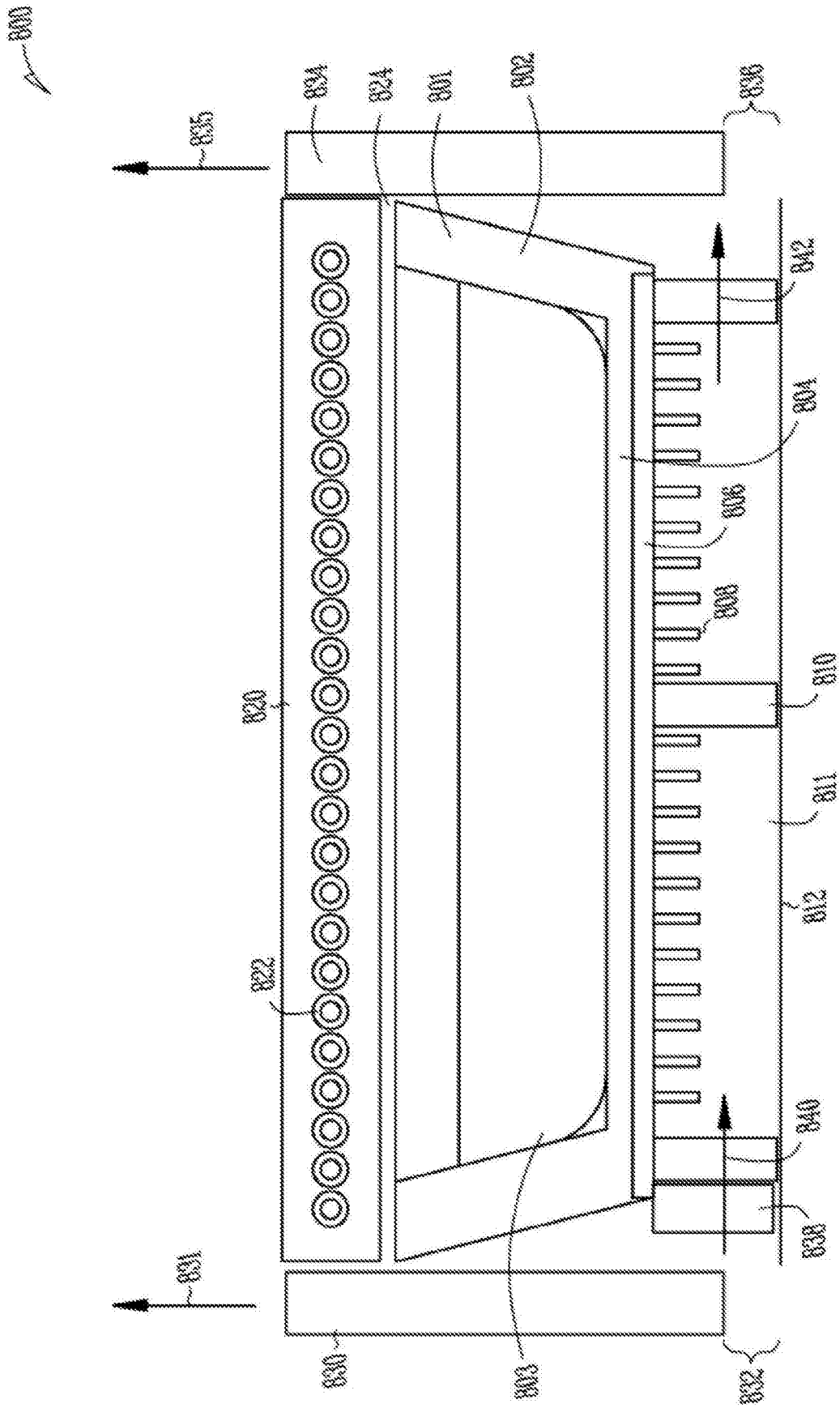


图10

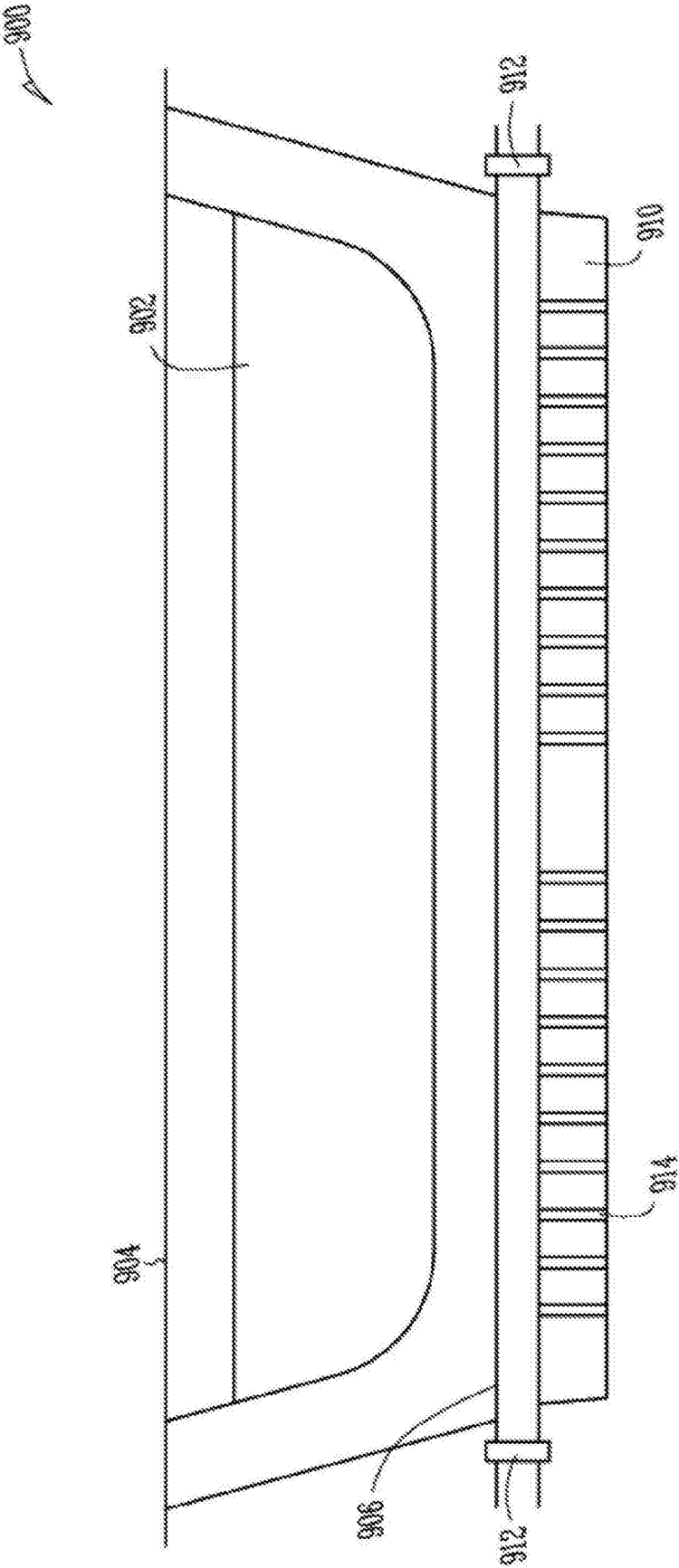


图11