



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0611809-7 B1



(22) Data do Depósito: 10/05/2006

(45) Data de Concessão: 03/11/2020

(54) Título: APARELHO PARA REFINO E SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL DE SILÍCIO

(51) Int.Cl.: C30B 15/10; C30B 29/06; C30B 35/00.

(30) Prioridade Unionista: 10/06/2005 NO 20052832.

(73) Titular(es): REC SOLAR NORWAY AS.

(72) Inventor(es): KENNETH FRIESTAD.

(86) Pedido PCT: PCT NO2006000174 de 10/05/2006

(87) Publicação PCT: WO 2006/132536 de 14/12/2006

(85) Data do Início da Fase Nacional: 07/12/2007

(57) Resumo: MÉTODO E APARELHO PARA REFINAR UM MATERIAL. Um método para a solidificação direcional de silício ou outros materiais. Uma placa resfriada (19) é abaixada dentro de uma massa fundida (18) e um lingote (29) de silício sólido é solidificado para baixo.

“APARELHO PARA REFINO E SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL DE SILÍCIO”

Campo da Invenção

[001] A presente invenção diz respeito ao refino ou purificação de um material que pode ser fundido e solidificado. Ela é particularmente, mas não exclusivamente, aplicável à purificação de metais, especialmente silício, por exemplo refino de carga de alimentação de silício para a fabricação de células solares.

Arte Anterior

[002] A solidificação direcional é amplamente usada na indústria Foto Voltaica [PV] para produzir lingotes, que são fatiados em pastilhas e posteriormente processados para obter células solares. O estado da arte corrente é dominado por um sistema onde silício é solidificado direcionalmente do fundo para o topo em um cadinho de quartzo.

[003] O mesmo princípio pode ser usado para refinar silício para produzir carga de alimentação para a indústria PV. A solidificação direcional pode então ser usada para controlar as impurezas por segregação, tanto os níveis absolutos quanto níveis relativos de diferentes elementos (Al, Ca, Fe, Ti, Mn, B, P, etc.) podem ser ajustados. Em adição, o processo tem que levar em conta as partículas formadas no processo e partículas do silício que chega.

[004] Uma desvantagem da proposta dos dias atuais é que o cadinho de quartzo pode ser usado somente uma vez, tendo em vista que ele é destruído devido to uma fase de transição do material de cadinho durante o resfriamento do lingote de silício (e do cadinho). Em adição, uma camada de antiaderência de, por exemplo, Si_3N_4 é requerida para a proposta do cadinho de quartzo, a fim de evitar adesão do silício.

[005] É um objetivo da invenção prover um processo de solidificação aperfeiçoado que resulte em uma contaminação reduzida do lingote de vazamento.

[006] É um outro objetivo da invenção para prover um sistema que pode refinar um material fundido, tal como silício, sem a necessidade de substituir o recipiente para material fundido entre a moldagem de cada lingote.

Descrição da Invenção

[007] De acordo com um aspecto da invenção, é provido um método de refinar um material que compreende as etapas de: formar uma massa fundida do material em um recipiente; colocar uma superfície resfriada em contato com a superfície da massa fundida, permitir que o material fundido se solidifique e adira à superfície resfriada; e progressivamente solidificar o material fundido para baixo para formar um lingote sólido do material que adere à superfície resfriada.

[008] Embora definido como um método de refinar, a invenção poderia também ser considerada ser um método de solidificação direcional.

[009] Assim, a invenção provê um processo de produção aerodinâmico em que o recipiente de forno é aquecido e o lingote se molda, mas não existe contato de lingote dentro do recipiente e, assim, o lingote pode ser removido e o recipiente reenchido. O recipiente não precisa ser resfriado entre moldagens de lingote.

[0010] Preferivelmente, as paredes e fundo do recipiente são aquecidos. Preferivelmente, a massa fundida é mantida em uma atmosfera inerte ou controlada. O método é particularmente apropriado para o refino e purificação de metais, tais como silício.

[0011] O método tem a vantagem que o nível de impureza no lingote diminui em relação ao remanescente da massa fundida, quando o lingote se forma. Então, o lingote é removido do recipiente ou cadinho e o líquido remanescente com alto teor de impureza é despejado para fora e possivelmente reprocessado. O recipiente não tem que ser destruído e pode ser reutilizado. O local de nucleação é simplificado de um cadinho para uma

superfície de uma placa ou várias placas arranjadas lado a lado. A placa ou as placas arranjadas lado a lado consistem de várias placas em uma estrutura em camadas. A superfície resfriada pode ser formada com descontinuidades para ajudar a assegurar adesão do lingote.

[0012] Assim, pela adoção da invenção, o processo de refino é otimizado em várias maneiras.

[0013] Segregação é usada para refinar e controlar as impurezas metálicas. As impurezas serão empurradas da interface entre silício sólido e líquido e para dentro do líquido volumoso. Uma requerida resistividade do material refinado pode ser obtida por segregação e dopagem (antes ou durante a moldagem). O nível de resistividade absoluta será determinado pelo processo e exigências do usuário final.

[0014] Partículas com densidade mais alta que silício fundido são removidas. As partículas que são colocadas dentro ou formadas durante a solidificação direcional se depositarão no fundo, se elas tiverem uma densidade que é suficientemente mais alta que o silício fundido. Elas podem formar uma camada densa no fundo do banho fundido.

[0015] Partículas com uma densidade mais baixa ou pouco mais alta que silício podem também ser removidas. Elas serão empurradas à frente da interface entre o silício sólido e fundido. Estas partículas seguirão o padrão de fluxo convectivo no recipiente se elas forem empurradas suficientemente para fora do líquido volumoso.

[0016] O processo de solidificação pode ser otimizado por combinação de forças que movem as impurezas com padrões de fluxo e forças de deposição. Silício fundido com um alto teor de impurezas com alta densidade fluirá da interface de solidificação para o fundo. Uma imagem similar ocorrerá para as partículas pesadas, enquanto que as partículas com pouca ou nenhuma diferença em densidade seguirá o fluxo no recipiente. Estes mecanismos podem ser otimizados mais facilmente se a solidificação

tiver lugar do topo do banho para o fundo.

[0017] A solidificação direcional do topo para o fundo é, por conseguinte, mais apta a controlar as impurezas que pelo crescimento a partir do fundo de um banho fundido. A solidificação pode ser executada até que uma dada fração seja solidificada (uma dada altura ou dado tamanho de lingote é obtido). O líquido de silício remanescente conterá uma mais alta proporção de impurezas e partículas mais pesadas que o material de partida e pode ser transferido do recipiente por meio de despejo, etc. As impurezas particuladas principais tendem a ser SiC , Si_xN_y ou $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_2$.

[0018] De acordo com um outro aspecto da invenção, é provido um aparelho para refinar um material, que compreende um recipiente tendo um fundo e paredes laterais arranjados para alojar o material em um estado fundido e uma placa resfriada que é móvel para dentro e para fora do topo do recipiente.

[0019] Preferivelmente, o recipiente tem paredes e/ou fundo aquecidos. Preferivelmente, as paredes e/ou fundo do recipiente são feitos de materiais condutores de calor, mas quimicamente inertes e resistentes a temperatura, tais como grafite, nitreto de silício, carbetto de silício, sílica, alumina, oxinitreto de silício ou outros óxidos cerâmicos.

[0020] Preferivelmente, a placa de resfriamento inclui uma pluralidade de camadas incluindo uma camada condutora de calor em contato operativo com meios de resfriamento, e uma camada de contato para fazer contato com material fundido. Preferivelmente, a camada de contato e qualquer camada intermediária são feitas de materiais condutores de calor, mas quimicamente inertes e resistentes a temperatura, tais como grafite, nitreto de silício, carbetto de silício, sílica, oxinitreto de silício, alumina ou outros óxidos cerâmicos. A camada condutora de calor pode ser de um metal, tal como cobre, alumínio ou alguma liga apropriada. Em adição, uma camada de aquecimento, tal como uma camada de elementos de resistência elétrica ou

uma camada aquecida por indução, pode ser incorporada entre as outras camadas. Isto pode prover melhor controle do processo de resfriamento.

[0021] A placa pode incluir uma camada intermediária que é fixada à camada condutora e que pode formar um ajuste de deslizamento ou encaixe com a placa de contato. É provida preferivelmente uma cobertura impermeável a gás sobre o recipiente para manter a atmosfera inerte ou controlada.

Breve descrição dos desenhos

[0022] A invenção pode ser colocada em prática de várias maneiras e algumas formas de realização serão descritas a título de exemplo com referência aos desenhos acompanhantes, nos quais:

a figura 1 é uma seção vertical através de um aparelho para executar a invenção;

a figura 2 é uma seção na linha AA na figura 1;

a figura 3 é uma seção esquemática mostrando possíveis padrões de fluxo corretivo no material fundido;

a figura 4 é uma seção esquemática através de uma placa de temperatura controlada de acordo com uma forma de concretização;

a figura 5 e 6 são vistas similares à figura 4, mostrando duas formas de realização alternativas.

Descrição detalhada da invenção

[0023] As figuras 1 e 2 mostram um aparelho para a solidificação direcional de sílica fundida. O aparelho compreende um recipiente 11 com um fundo aquecido 12, paredes extremas aquecidas 13 e paredes laterais aquecidas 14. O recipiente 11 é revestido com um revestimento externo 15 e um revestimento interno 16. O material para aqueles revestimentos deve ser condutor de calor mas quimicamente inerte e resistente a temperatura, e os materiais apropriados incluem grafita, carbetto de silício, nitreto de silício, sílica, alumina, oxinitreto de silício ou outros óxidos cerâmicos. O

revestimento interno 16 define um recinto 17 para uma massa fundida de silício 18.

[0024] Acima do recinto 17 e massa fundida 18, é provida uma placa de temperatura controlada 19. A placa 19 é suspensa por suportes 21 e compreende uma camada condutora 22, uma camada de isolamento intermediária 23 e uma camada de contato 24. A camada condutora 22 tem uma série de tubos de resfriamento 25 e a camada de contato 24 tem uma superfície de contato rugosa 26.

[0025] A camada condutora 22 é tipicamente feita de um material condutor, tal como cobre ou alumínio. O meio de resfriamento nos tubos 25 é qualquer apropriado líquido/gás, tal como água ou óleo. A camada de isolamento 23 e camada de contato 24 são feitas de um material condutor de calor mas resistente a temperatura e quimicamente inerte, tal como grafita, carbeto de silício ou nitreto de silício.

[0026] O recipiente 11 e placa 19 são cobertos por uma cobertura impermeável a gás 30. Esta aloja uma atmosfera inerte 27 acima da massa fundida 18. São também providas duas portas isoladas 28 que podem ser dispostas sobre o recinto 17, se a cobertura 30 for removida.

[0027] No uso, silício é colocado no recinto 17 e aquecido por meio do fundo aquecido 12 e paredes 13, 14 até que ele se forme em uma massa fundida 18. Alternativamente, silício fundido pode ser carregado diretamente no recinto 17. A placa 19 é abaixada de modo que a superfície de contato 26 é ligeiramente submersa abaixo da superfície da massa fundida 18. O efeito de resfriamento aplicado à placa 19 a partir dos tubos 25 causa com que a massa fundida de silício 18 se solidifique e adira à superfície de contato 26, formando um lingote 29 de silício sólido.

[0028] A placa 19 é então elevada de modo que ela fica acima do nível da massa fundida 18 mas o lingote 29 está ainda submerso. Ademais, o resfriamento então causa com que mais da massa fundida de silício 18 se

solidifique, com o resultado que o lingote 29 cresce para baixo.

[0029] Quando o lingote 29 atingir o tamanho requerido, ele é elevado limpamente do recinto 17 e removido. O recinto 17 é recarregado com silício e as portas isoladas 28 são dispostas sobre o recinto para manter o estado fundido do silício. No meio tempo, o lingote de silício 29 e camada de contato 24 são removidos da placa 19 para uso em ulterior fabricação, quer para formar lingotes para refusão para produzir lingotes para a fabricação de pastilhas para células solares quer para a fabricação direta de pastilha para células solares. A camada de contato 24 é substituída e o processo é repetido.

[0030] Será entendido que impurezas mais pesadas que silício fundido cairão afastadas do lingote 29 na massa fundida 18, enquanto que contaminantes mais leves circularão dentro da massa fundida, devido a forças de convecção. Desta maneira, as impurezas e contaminantes presentes na massa fundida 18 tenderão a permanecer na massa fundida 18 e não serão capturados dentro do lingote 29. Isto terá o efeito de purificar o silício que forma o lingote 29. Terá também, por sua vez, o efeito de concentrar as impurezas e contaminantes na massa fundida remanescente 18. Por esta razão, este silício fundido que permanece após remoção do lingote 29 pode ser removido e substituído por silício fresco.

[0031] A direção de circulação do silício fundido na massa fundida 18 é mostrada na figura 3. As setas mostram o movimento devido a forças convectivas. O silício líquido nas paredes aquecidas 13, 14 é menos denso e flui para cima 31. Ele se resfria quando do contato com o lingote 29 e flui para baixo 32 no meio da massa fundida 18, onde está mais afastado da fonte de calor. As impurezas mais densas tendem a cair 33 e formar redemoinhos 34 no fundo 12 próximo às paredes 13, 14.

[0032] A figura 4 mostra uma forma preferida para a placa 19. A camada condutora 22 é formada de cobre e inclui tubos de resfriamento 25. A camada intermediária 23 é formada com um perfil rebaixado 41 ao longo de

cada borda longitudinal. A camada de contato 24 é formada com um correspondente perfil saliente 42 ao longo de cada borda longitudinal. A camada de contato 24 é simplesmente deslizada para dentro da camada intermediária 23, com os perfis salientes 42 suportados sobre os rebaixos de perfil 41.

[0033] Será entendido que este arranjo provê pouca transferência de calor condutivo entre as duas placas, uma vez que o contato é ao longo de duas linhas relativamente estreitas. Pode prover, por conseguinte, um lento efeito de resfriamento sobre o lingote, provendo tempo para a orientação de cristal requerida no lingote quando o material se solidifica.

[0034] A figura 5 mostra um arranjo alternativo em que os tubos de resfriamento 51 são posicionados entre uma camada superior 52 e camada intermediária 53. Ambas camadas 52,53 podem ser formadas de grafita, carbeto de silício, nitreto de silício, ou similar.

[0035] A figura 6 mostra um arranjo alternativo que inclui uma camada aquecida 61 posicionada entre duas camadas intermediárias 62 e 63. Uma camada condutora 64 com tubos de resfriamento 63 é posicionada acima das camadas intermediárias 62,63. Este arranjo pode prover um controle de temperatura aperfeiçoado e também permite que a camada de contato (não mostrada) seja elevada para uma temperatura acima do ponto de fusão de silício antes da imersão. Isto evita indesejado resfriamento da massa fundida de silício nos estágios finais da solidificação.

[0036] Será entendido que embora as formas de realização preferidas tenham sido descritas com referência a silício, a invenção é aplicável à solidificação direcional (e refino) de outros materiais.

REIVINDICAÇÕES

1. Aparelho para refino e solidificação direcional de silício compreendendo um recipiente tendo um fundo (12) e paredes laterais (14) arranjados para alojar o silício em um estado fundido e uma placa de temperatura controlada (19) que é móvel para dentro e para fora do topo do recipiente (11), caracterizado pelo fato de que dita placa de temperatura controlada (19) compreende uma camada de contato (24) para fazer contato com o silício fundido, uma camada condutora de calor (22) em contato operativo com tubos de resfriamento (25) e uma camada de isolamento intermediária (23),

em que a camada de contato (24) é composta de grafita, nitreto de silício, carbetto de silício, sílica, alumina, oxinitreto de silício ou óxido cerâmico,

em que a camada intermediária (23) é fixada à camada condutora (22) e forma um ajuste de deslizamento ou encaixe (41, 42) com a camada de contato (24),

em que o aparelho é para formar um lingote, e

em que a placa de controle de temperatura não tem contato com as paredes laterais do aparelho.

2. Aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a camada condutora (22) é composta de cobre, alumínio ou ligas de um ou ambos metais.

22
80P

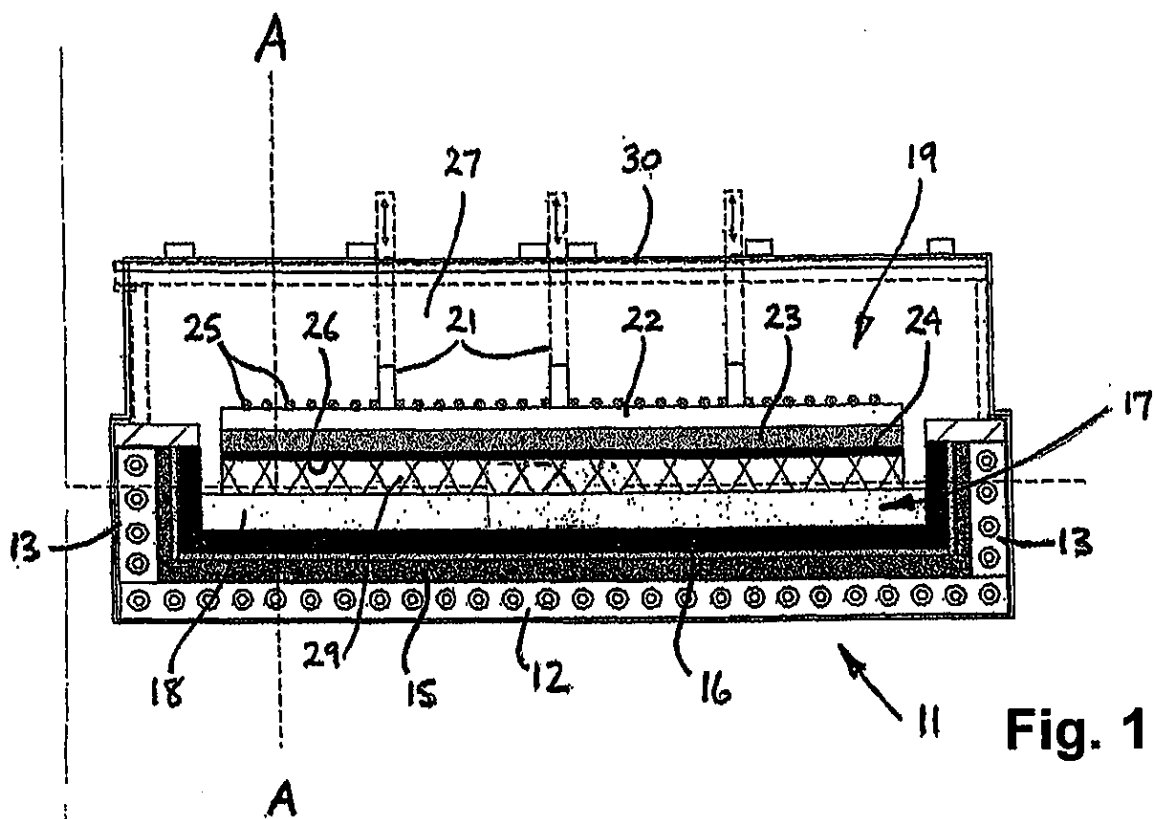


Fig. 1

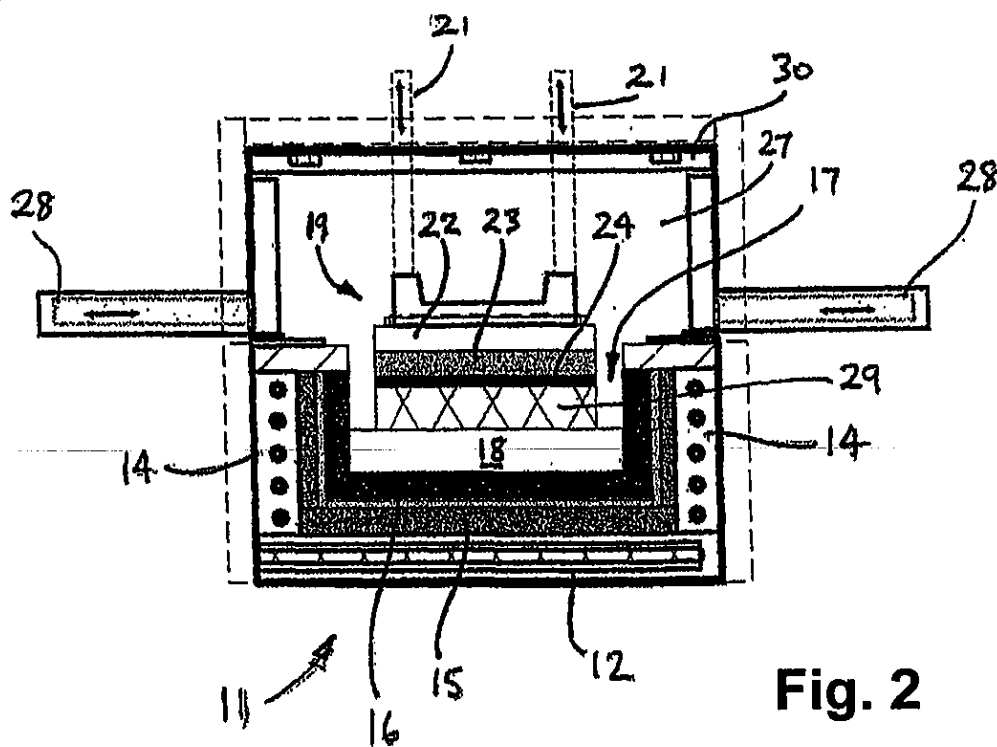


Fig. 2

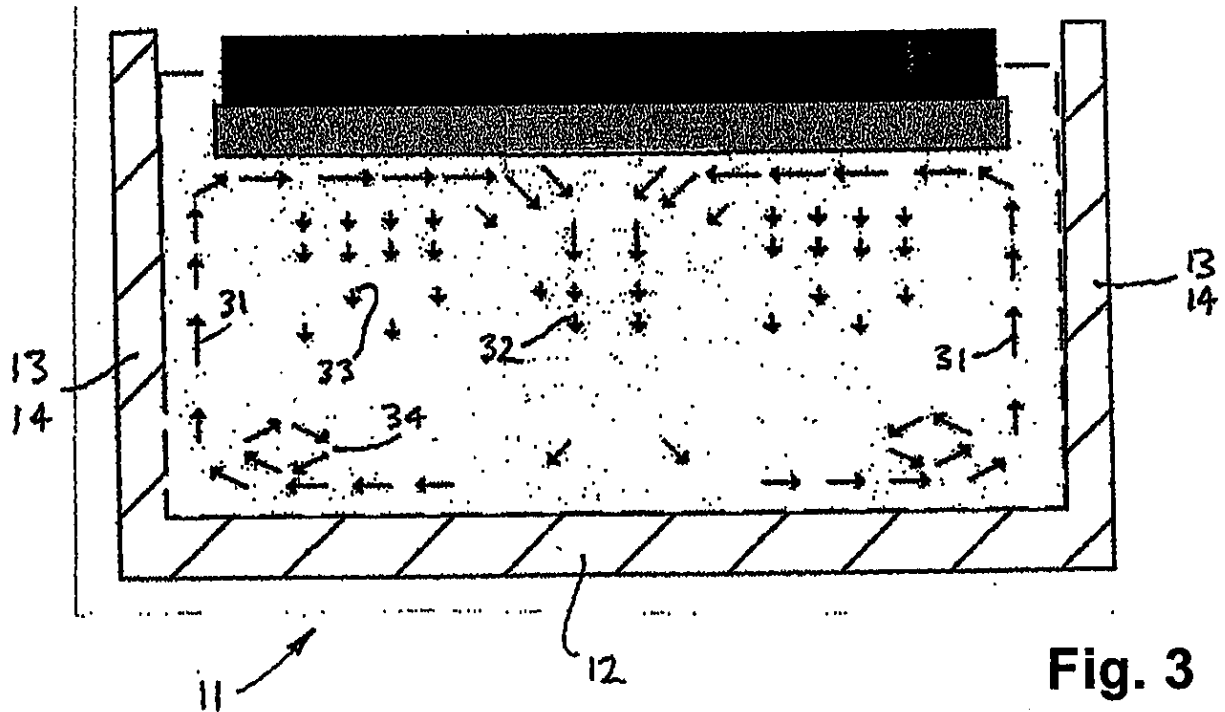


Fig. 3

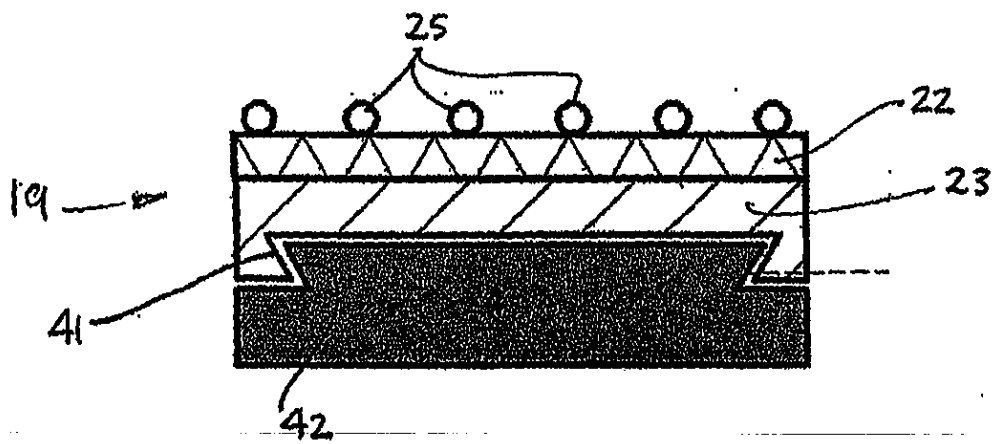
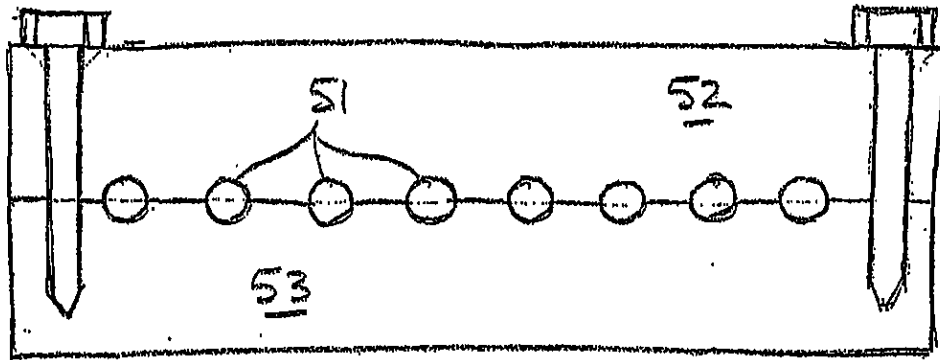
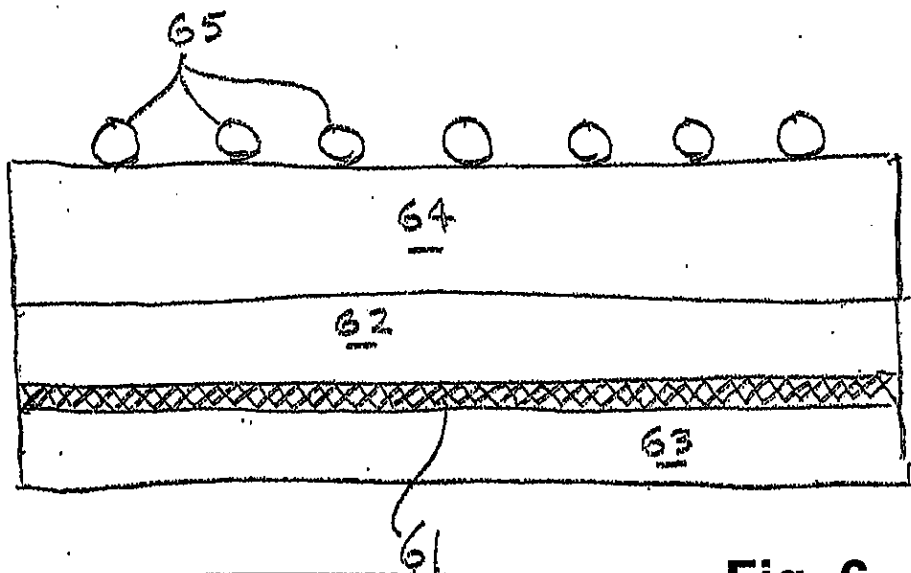


Fig. 4

**Fig. 5****Fig. 6**