

(21) 申請案號：098137132

(22) 申請日：中華民國 98 (2009) 年 11 月 02 日

(51) Int. Cl. :

C01B33/02 (2006.01)

C01B33/037 (2006.01)

(30) 優先權：2008/11/03 美國 61/110,814

2009/10/28 美國 12/607,773

(71) 申請人：晶系股份有限公司 (美國) CRYSTAL SYSTEMS, INC. (US)

美國

(72) 發明人：舒密德 弗德里克 SCHMID, FREDERICK (US)；喬伊斯 大衛 JOYCE, DAVID B.

(US)

(74) 代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：21 項 圖式數：4 共 28 頁

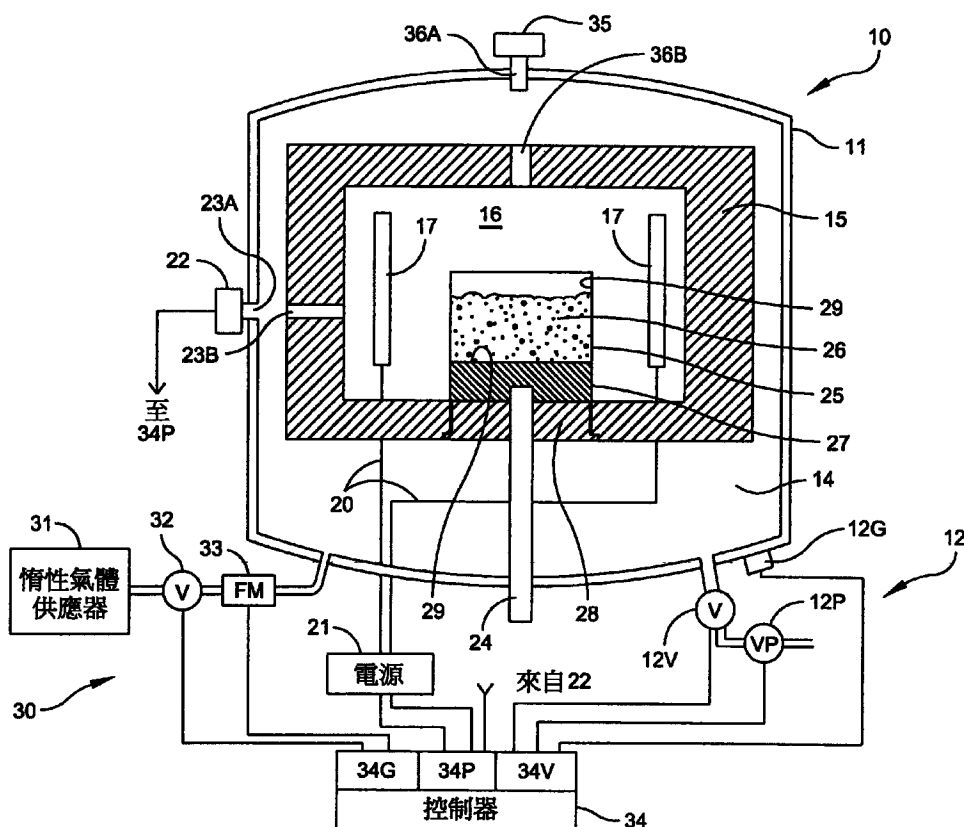
(54) 名稱

用於精煉冶金級矽以產生太陽能級矽之方法及裝置

METHOD AND APPARATUS FOR REFINING METALLURGICAL GRADE SILICON TO PRODUCE SOLAR GRADE SILICON

(57) 摘要

用於精煉冶金矽以產生用於光伏打電池的太陽能級矽之方法及裝置。於真空爐中之坩堝容納冶金矽與還原劑（諸如二矽化鈣）之混合物。該混合物係在非氧化條件下於氫分壓下之爐中熔融。熔融之後，將該氫分壓降低以產生沸騰，並以定向固化終止該方法。該方法將雜質（諸如磷）降至與太陽能級矽相容之含量，且顯著減少其他雜質。



- 10：反應器
- 11：圓筒
- 12：真空泵裝配件
- 12G：真空計
- 12P：真空泵
- 12V：真空閥
- 15：絕緣體
- 16：加熱區
- 17：加熱器
- 20：引線
- 21：電源
- 22：高溫計
- 23A：窗口
- 23B：孔口
- 24：支撐桿
- 25：坩堝

- 26：混合料
- 27：石墨塊
- 28：隔絕填塞物
- 29：保護襯料
- 30：惰性氣體系統
- 31：供應槽
- 32：可程式化閥
- 33：流量計
- 34：控制器
- 34G：惰性氣體系統之
界面
- 34P：電源系統之界面
- 34V：真空系統之界面
- 35：觀察孔口
- 36A：窗口
- 36B：孔口

(21) 申請案號：098137132

(22) 申請日：中華民國 98 (2009) 年 11 月 02 日

(51) Int. Cl. :

C01B33/02 (2006.01)

C01B33/037 (2006.01)

(30) 優先權：2008/11/03 美國 61/110,814

2009/10/28 美國 12/607,773

(71) 申請人：晶系股份有限公司 (美國) CRYSTAL SYSTEMS, INC. (US)

美國

(72) 發明人：舒密德 弗德里克 SCHMID, FREDERICK (US)；喬伊斯 大衛 JOYCE, DAVID B.

(US)

(74) 代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：21 項 圖式數：4 共 28 頁

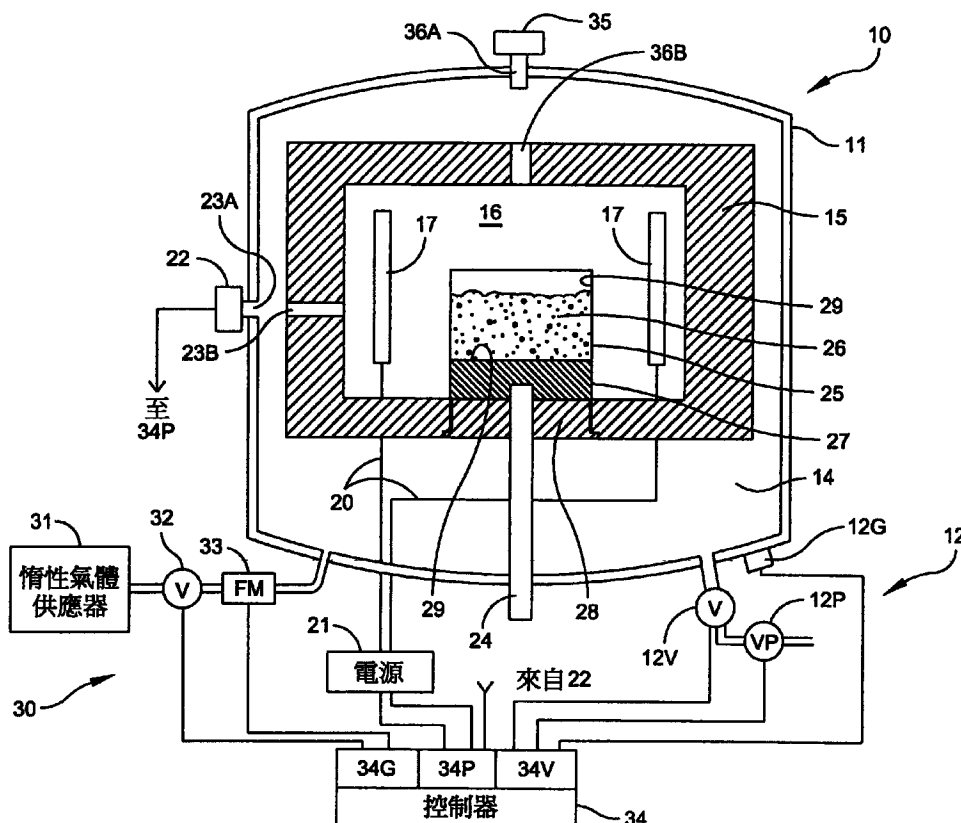
(54) 名稱

用於精煉冶金級矽以產生太陽能級矽之方法及裝置

METHOD AND APPARATUS FOR REFINING METALLURGICAL GRADE SILICON TO PRODUCE SOLAR GRADE SILICON

(57) 摘要

用於精煉冶金矽以產生用於光伏打電池的太陽能級矽之方法及裝置。於真空爐中之坩堝容納冶金矽與還原劑（諸如二矽化鈣）之混合物。該混合物係在非氧化條件下於氫分壓下之爐中熔融。熔融之後，將該氫分壓降低以產生沸騰，並以定向固化終止該方法。該方法將雜質（諸如磷）降至與太陽能級矽相容之含量，且顯著減少其他雜質。



- 10：反應器
- 11：圓筒
- 12：真空泵裝配件
- 12G：真空計
- 12P：真空泵
- 12V：真空閥
- 15：絕緣體
- 16：加熱區
- 17：加熱器
- 20：引線
- 21：電源
- 22：高溫計
- 23A：窗口
- 23B：孔口
- 24：支撐桿
- 25：坩堝

六、發明說明：

相關申請案之相互參照

2005年8月25日由 Frederick Schmid 等人提出申請之美國專利申請案序號第 11/212,027 號 "System and Method for Crystal Growing" (該申請案係讓渡予本發明之受讓人) 於 2008年3月18日許可為美國專利第 7,344,596 號，且以提及的方式併入本文中。

該申請案主張於 2008年11月3日提出申請之美國臨時專利申請案序號第 61/110,814 號之優先權。

【發明所屬之技術領域】

本發明有關用於太陽電池之矽的製造，更明確地說係有關移除各種雜質因而可精煉冶金級矽以製造用於太陽能矽光伏打電池之矽的方法。

【先前技術】

將太陽能轉化成電力係長久以來的目標。實施該技術的領先候選者係使用矽光伏打電池將太陽能直接轉化成電力。該技術已發展至可供應太陽能矽光伏打電池之水準，其可提供可行之替代電力來源。

然而，迄今太陽能矽光伏打電池仍成本高昂，且尚未能在可與電力網格 (electric grid) 競爭地產生電力的商業經濟基礎下供應。因此，太陽能系統成本仍太高，且目前未構成原油、煤、天然氣與丙烷電力產生系統的具成本

效益替代物。

爲了瞭解本發明，使用三種形式或等級之市售矽，分別以不同雜質含量與製造成本爲其特徵。冶金級矽（下文稱爲"MG-Si"）的雜質在 10,000 ppmw 之範圍內，且雜質之限制最不嚴格。其亦爲最便宜即可購得者，目前價格爲約 \$3/kg。電子級矽（下文稱爲"EG-Si"）的雜質限制最嚴格，在 1 ppbw 之範圍內。因此 EG-Si 也是最昂貴者。過去 EG-Si 的售價最高達 \$150/kg；目前售價可高達該價格的三倍。

太陽能矽（下文稱爲"SoG-Si"）的雜質限制在 1 ppmw 範圍內，且目前可以約 \$75 至 \$250/kg 之價格購得。爲了使該太陽能系統成爲電力網格的具有商業競爭性替代電源，估計 SoG-Si 的成本必須大幅降低，例如降至約 \$30/kg。

目前已辨識出硼、磷、鐵與鋁係四種當前主要妨礙有效製造 SoG-Si 之雜質。雖然尙無正式標準，但製造具有如下含量的硼、鐵與磷之雜質的矽似乎爲努力目標：

SoG-Si 雜質目標	
雜質	PPMW
B	<0.5
P	<0.5
Fe	<1.0
Al	<0.5

表 1

在 Schmid 等人提出之 WO90/03952 中發現製造 SoG-Si 的一項早期方案，該文獻說明使用一旋轉熔體生長矽錠之方法。該發明目的係使用熱交換器方法製造光伏打級矽。所揭示之方法包括四種製程，換言之：（1）藉由在矽石坩堝中真空操作加強之雜質的汽化；（2）藉由使用矽石渣化及以潮濕之氫及/或氮通氣清除反應雜質；（3）藉由受控制定向固化加強之雜質的凝析；以及（4）不溶解粒子之離心分離。該系統係以低於 30 托之真空操作，且以 0.1 托真空為最佳。所形成之材料仍昂貴，此主要係因對於多重製程之需求所致。

美國專利第 4,094,731 揭示一種製造鐵濃度降低之矽的方法。該裝置結合碳坩堝、碳棒攪拌器、氮氣注入器及用於在混合物達到共熔溫度前傾倒母液之澆斗。在具有生長中之矽晶體的模壁與該熔融母液之間的移動以該母液連續地清洗該矽晶體之所露出生長表面。在達到共熔溫度之前傾斜該母液留下為原有母液之約 60 重量%且具有外部區域與內部區域的中空澆斗型矽錠。摒棄該等外部與內部區域以留下鐵濃度降低之環形結晶部分。

美國專利第 4,124,410 號揭示一種降低鐵與鋁雜質之含量的方法。此該方法中，基本上無鐵之矽小片係從 MG-Si 於熔融鋁中之溶液沉澱出來。該方法接著熔融該與矽石渣接觸之經精煉小片，且定向地固化該經精煉矽-渣熔體。可使用一或更多種熔體以形成最終產物。

美國專利第 4,246,240 號與第 4,256,717 號揭示減少

鐵雜質之又一方法。該矽純化方法從熔融之富含矽材料提取出熱以提供含有呈晶形之矽的固體相以及具有經濃縮雜質的熔融相。將該熔融相與該固體相分離。然後將該固體相再熔融以移除晶體中之溶劑金屬，包括雜質。將該再熔融材料的至少一部分與該晶體分離。該等重要的金屬係錫、鋅、鋁、銀與鉛。該專利看出與移除磷相關之問題，並提出藉由氮源（諸如 Cl_2 、 COCl_2 與 CCl_4 ）處理呈熔融狀態之富含矽合金以降低磷的含量。

一種一般途徑（如 2006 年由 Lynch 等人提出申請之國際公告 WO 2007/127126 號）係設計用以在 MG-Si 轉化成 EG-Si 期間移除硼與磷。更明確地說，該件 Lynch 參考資料說明一種用以將鋁與助熔劑（ Al_2O_3 、 SiO_2 、 CaO 與 MgO ）加入熔融矽以產生氮氧化物渣的方法。據稱該渣係作為溶解之硼與磷的匯座。氮係冒泡通過該熔融的矽。可添加之鋁為鋁金屬或為 Al_2O_3 。正常來說，該矽最初必須經脫氧以使硼與磷精煉反應得以發生。該製程之後可接著進行氧化精煉、SiC 沉降、Silgrain 製程及定向固化以移除其他雜質並製造用於太陽電池之矽。在該方法之替代性版本中，將該熔融的矽通過由含氮化合物與含鋁化合物所形成的微粒床。

達到前述方法各者可製造具有可接受雜質含量的 SoG-Si 的程度時，每一種方法均極複雜且實施起來極昂貴。因此，SoG-Si 材料的製造成本超過得以製造具有商業競爭力之用於太陽能矽光伏電池之矽的價格目標。所需要

的是一種在能夠令太陽光伏打電力產生系統的構造與操作成爲習用輸送至電力網格之電能的具有商業競爭性替代者之製造成本下將 MG-Si 轉化成 SoG-Si 之方法。

【發明內容】

因此，本發明目的係提出一種製造 SoG-Si 之方法。

本發明另一目的係提出一種從 MG-Si 製造 SoG-Si 之方法。

本發明又一目的係提出一種從 MG-Si 製造具有可接受雜質含量的 SoG-Si 之方法。

本發明又一目的係基於成本效益基礎製造具有可接受雜質含量的 SoG-Si。

根據本發明一實施樣態，一種在包括加熱區之反應器中精煉冶金級矽以移除其中雜質的方法包括選擇用於還原該等雜質中至少一者的還原化合物，且令該矽與所選用之還原化合物混合。其次，在減壓及升高溫度之下於非氧化環境中精煉該矽與還原化合物混合料。然後，將該經精煉之混合料冷卻以促進定向固化。

根據本發明另一實施樣態，用於精煉冶金級矽以移除雜質的裝置包括用於接收冶金級矽與該等雜質中至少一者用之還原化合物的混合物之坩堝。將該坩堝置於反應器中。環境控制器在該精煉處理期間於該反應器中建立在減壓之下的非氧化環境。將該坩堝中的經精煉材料冷卻以產生定向固化。在該精煉與定向固化期間發生雜質凝析。

範例具體實例之說明

本發明的起源係界定用於將 MG-Si 中之磷雜質含量 ($\approx 26 \text{ ppmw}$) 減少到可符合 SoG-Si 應用之含量 ($< 1.0 \text{ ppmw}$) 之經濟方法的研究成果。假設若以鈣為底質還原劑會與 MG-Si 中之磷雜質相互反應，則可藉由真空移除氣態磷錯合物。亦推論該鈣必須在非氧化環境與非氧化坩堝中以便與 MG-Si 中之雜質相互作用，以獲致令人滿意的結果。茲將說明本發明之裝置與方法確實將磷雜質減少到低於 SoG-Si 要求之含量。該裝置與方法亦顯著移除其他雜質，使最終雜質中許多者符合商業可接受 SoG-Si 之現有要求。

圖 1 描述用於進行該方法之裝置或反應器 10。反應器 10 包括真空密封圓筒或容器 11，其係上述美國專利第 7,344,596 號所示之反應器的變體。真空泵裝配件 12 將該圓筒 11 內部抽空且示意表示為真空泵 12P、用於提供真空控制用的測量之真空計 12G，及真空閥 12V。

該真空密封室 11 藉由一些習知構件或結構之任一者支承加熱區 16。該具體實例中，絕緣體 15 形成經絕緣之加熱區 16，且係由以石墨為底質之材料（諸如石墨氈 (gfelt)）所組成。

該加熱區 16 包括具有延伸至電源 21 之引線 20 的石墨電阻加熱器 17。至少一個高溫計 22 經由窗口與孔口（諸如窗口 23A 與孔口 23B）測量該製程溫度以提供用於製

程控制之溫度輸入信號。支撐桿 24 支承石墨塊 27，其上固定有經適當建造之坩堝 25。該坩堝 25 含有該精煉方法中所使用之材料的混合料 26。該電阻加熱器 17 環繞坩堝 25。

重要的是將該坩堝 25 建構成使其在精煉處理期間不會與氧化物反應。作為較佳替代方案，該坩堝 25 可由石墨或其他適用材料建構而成，且具有由非氧化物材料所構成之保護襯料 29。作為另一替代方案，該坩堝 25 可建構成具有非氧化物材料之塗層，諸如氮化矽塗層。作為又一替代方案，該整體坩堝 25 可由亦不會污染矽的非氧化物材料建構而成。

圖 1 中之裝置亦包括一熱交換器系統，其包括一安裝於該支撐桿 24 且可在圖 1 與圖 3 所示位置之間移動的隔絕填塞物 28。降低該隔絕填塞物 28 提供從該經精煉材料定向提取熱的能力以獲得良好定向固化。即，該熱交換器系統操作以在該液體與該固體中產生溫度梯度，以便形成朝向該液體的凸起界面以生長圓柱形顆粒，此舉有效率地將雜質凝析於固體-液體界面處之該液體中。

根據本發明另一實施樣態，惰性氣體系統 30 將惰性氣體供應至由包括穴室 16 之真空密封容器 11 所界定的容積。該系統包括供應槽 31 或其他來源。可程式化閥 32 與流量計 33 係用以控制進入該反應器 10 之氣體流率。該反應器 10 亦包括一觀察孔口 35。該觀察孔口使得操作者可直接經由窗口 36A 與孔口 36B 觀察坩堝 25 之內容物。此

等觀察孔口在本技術中已為人詳知。

控制器 34 包括真空系統之界面 34V、電源系統之界面 34P，及惰性氣體系統之界面 34G。基本上該控制器 34 監測且控制精煉處理 40 之參數，如茲將參考圖 1 與 2 加以說明之情況。

更明確地說，矽精煉處理 40 係於步驟 41 藉由預備反應器 10 以供在惰性環境且在真空下之操作而開始。即，採用若干步驟以最小化反應器 10 中介於鈣與任何雜質之間相互作用的可能性。例如，藉由確保坩堝 25 與其他組件之清潔來預備反應器 10。步驟 42 中，將 MG-Si 與所選用還原化合物之混合料 26 加入坩堝 25，然後將其載入步驟 43 的反應器 10 內。此時，該隔絕填塞物 28 會上升至圖 1 所示之上方位置。

其他調整係在步驟 44 與 45 中發生。步驟 44 對該真空系統通電以先建立一真空度，然後以惰性氣體（諸如氬）淨化反應器 10 以去除該環境之污染物，諸如水蒸氣。該淨化處理係藉由在步驟 45 中該加熱區之溫度提高 10 之前抽空反應器而完成。建立初始條件後，步驟 46 使惰性氣體回填反應器 10 至壓力為 50 至 100 毫巴且為介於 1100℃ 與 1200℃ 之間的預定溫度以避免二矽化鈣揮發。

接著，在步驟 47 中，控制器 34 以受控制方式將該溫度提高到高於該混合料 26 之熔點。當坩堝 25 中之內容物熔融之後，步驟 50 開始以受控制方式降低壓力，直到觀察到坩堝 25 中之液體冒泡為止，如圖 1 所繪示。於步驟

51 期間，該控制系統 40 將溫度維持高於該熔點，同時監測該表示存在揮發反應的冒泡活動或起泡現象。步驟 52 開始降低壓力（即，提高真空度），同時維持固定冒泡或起泡速率。該處理持續到表示揮發反應結束之起泡活動終止為止。稍後，步驟 53 轉移控制至步驟 54，因而以受控制速率將隔絕填塞物 28 降低以提供該坩堝 25 中之液體內容物的定向固化，如先前所述及圖 4 所繪示。

【實施方式】

實施例

在本實施例中，使用二矽化鈣（ CaSi_2 ）作為該以鈣為底質之還原劑精煉如圖 4 所界定之 MG-Si 組成物。步驟 41 係藉由移除加熱區 16 中之任何污染物而預備反應器 10。

在步驟 42 中，在坩堝 25 中載入 300 克具有如圖 4 之 A 欄所示之雜質元素的 MG-Si 以及為該矽的 25 重量%之二矽化鈣（ CaSi_2 ）。於步驟 43 中將坩堝 25 載入該反應器之後，於步驟 44 中對該真空泵 12 通電以將該反應器 10 抽空到約 0.032 毫巴。步驟 45 致使該電阻加熱器 17 將溫度升高到 1170°C，然後步驟 46 使得氣體供應器 31 能以惰性氣體回填該反應器 10。該實施例中，選用氬將該反應器回填至約 60 毫巴。

當達到該等條件後，步驟 47 中該控制器 34 將加熱區 16 的溫度升高到 1437°C 以熔融該坩堝內容物。步驟 50 緩

慢降低反應器 10 中之壓力。使用步驟 51 之觀察，發現以約 0.002 毫巴/分鐘之受控制速率降低該壓力控制坩堝 25 中之冒泡。

當該坩堝之內容物於約 1.5 小時後變靜止之後，將該壓力降至約 0.374 毫巴。更明確地說，該控制器 34 將溫度提高至約 1500°C，同時繼續降低壓力。在約 14.5 小時之後，該壓力已降至 0.106 毫巴。當該處理完成時，步驟 53 將操作轉向步驟 54，其中該隔絕填塞物 28 與該塊係降低至圖 3 所示之位置，以開始該坩堝內容物之定向固化。

圖 4 顯示實施例 1 中所製造之矽的分析結果。更明確地說，圖 4 呈現處理前之元素（A 欄）與 MG-Si 中該元素的濃度（B 欄）。一般而言，如 C 欄與 D 欄所示，硼（B）、鋁（Al）、硫（S）、氯（Cl）、鉀（K）、鈦（Ti）、釩（V）、鉻（Cr）、錳（Mn）、鐵（Fe）、鈷（Co）、鎳（Ni）、銅（Cu）、鋅（Zn）、鍺（Ge）、砷（As）、鉕（Y）、鋯（Zr）、鈮（Nb）、鏷（La）、鈣（Ca）與釷（Nd）之雜質含量降低，因此 C 欄中所示的許多元素之濃度低於 E 欄之要求。

在定向固化期間，該坩堝中的最下面或底部材料最先凝固；此係由圖 3 之參考數字 26F 標示。隨著該材料逐漸向上凝固，雜質凝析至液體 26L 中。只要在固化期間未從該液體移除雜質，於定向固化步驟完成時，頂部（或「最後凝固」）部分之雜質濃度（D 欄）應大於底部（或「最先凝固」）部分之雜質濃度（C 欄）。例如，「最先凝固

」矽中之鐵濃度為 4.3 ppmw，大幅低於「最後凝固」矽中之該濃度 640 ppmw，其遠低於起始濃度 2,617 ppmw。矽中之鐵凝析度極高，且由於凝析在最後凝固的矽中之故，於最後凝固之材料中的濃度應大於起始矽中的 2617 ppmw。因此，在精煉處理期間明顯地從矽中移除鐵。

許多元素係仿效此模式。例如，磷的起始濃度為 26.2 ppmw (B 欄) 且在示於 C 欄與 D 欄的「最先凝固」與「最後凝固」樣本中的最終濃度分別為 0.51 ppmw 與 0.013 ppmw。該等值不解釋原有材料中之所有磷。亦由於該精煉處理而移除硼、鋁、鎂、氯、鈦、鈮、鉻、錳、鈷、鎳、銅、鋅、銻、砷、銻、鉛、銻、鉬、釩、鈾、鈾、鈉與鉀。一般而言，該經精煉矽中該等雜質的總含量低於原有矽中之含量。因此假設結合在由石墨坩堝與氬氣所界定的非氧化環境中且於存在二矽化鈣 (CaSi_2) 之真空中熔融導致藉由從 MG-Si 除氣而移除該等雜質。

可明白看出，本發明精煉處理製造雜質含量比 MG-Si 中原本發現的含量顯著降低之矽。亦可明白看出，該處理包括現成材料以及比先前技術所提出更簡單且成本較低之方法。雖然並非上述實施例中的所有雜質均符合 SoG-Si 的當前要求，但方法變體可製造將符合該等當前要求之最終產物。此等變體包括例如改變還原材料與 MG-Si 之初始比率，及/或提高精煉處理期間之比率，及/或使用不同還原材料，及/或降低處理期間之壓力，及/或增長在減壓下之處理時間。又一變體係再處理該內容物以製造熔融料或

錠。另一方法係移除該實施例所提供之材料的最後凝固部分，然後再處理該矽的剩餘部分，以製造熔融料或錠。如此，本發明可望提供低於現行精煉處理的價格水準之 SoG-Si。

已以特定具體實例方式揭示本發明。很明顯地在不違背本發明的情況下可對於所揭示裝置進行許多修改。因此，附錄申請專利範圍的目的係將所有此等變體與修改涵蓋在本發明真正精神與範圍內。

【圖式簡單說明】

附錄申請專利範圍特別指出且清楚地主張本發明主旨。從閱讀上述詳細說明連同附圖可更完全明瞭本發明的各種目的、優點與新穎特徵，該等附圖中相似參考數字係指相似部件，且其中：

圖 1 係經構造用於實施本發明方法一部分之裝置的簡圖；

圖 2 係用於實施本發明之方法之一具體實例的流程圖；

圖 3 係經構造用於實施本發明方法另一部分之圖 1 中的裝置的簡圖；及

圖 4 係描述根據本發明處理之一實例前後於矽中之雜質濃度的表格。

【主要元件符號說明】

- 10：反應器
- 11：圓筒
- 12：真空泵裝配件
- 12P：真空泵
- 12G：真空計
- 12V：真空閥
- 15：絕緣體
- 16：加熱區
- 17：加熱器
- 20：引線
- 21：電源
- 22：高溫計
- 23A：窗口
- 23B：孔口
- 24：支撐桿
- 25：坩堝
- 26：混合料
- 27：石墨塊
- 28：隔絕填塞物
- 29：保護襯料
- 30：惰性氣體系統
- 31：供應槽
- 32：可程式化閥
- 33：流量計

34：控制器

34V：真空系統之界面

34P：電源系統之界面

34G：惰性氣體系統之界面

35：觀察孔口

36A：窗口

36B：孔口

26F：底部材料

26L：液體

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98137132

※申請日：98年11月02日

※IPC分類：

C01B 33/02

C01B 33/03ⁿ

(2006.01)

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

用於精煉冶金級矽以產生太陽能級矽之方法及裝置

Method and apparatus for refining metallurgical grade silicon to produce solar grade silicon

二、中文發明摘要：

用於精煉冶金矽以產生用於光伏打電池的太陽能級矽之方法及裝置。於真空爐中之坩堝容納冶金矽與還原劑（諸如二矽化鈣）之混合物。該混合物係在非氧化條件下於氫分壓下之爐中熔融。熔融之後，將該氫分壓降低以產生沸騰，並以定向固化終止該方法。該方法將雜質（諸如磷）降至與太陽能級矽相容之含量，且顯著減少其他雜質。

三、英文發明摘要：

A method and apparatus for refining metallurgical silicon to produce solar grade silicon for use in photovoltaic cells. A crucible in a vacuum furnace receives a mixture of metallurgical silicon and a reducing agent such as calcium disilicide. The mix is melted in non-oxidizing conditions within the furnace under an argon partial pressure. After melting, the argon partial pressure is decreased to produce boiling and the process ends with directional solidification. The process reduces impurities, such as phosphorus, to a level compatible with solar-grade silicon and reduces other impurities significantly.

七、申請專利範圍：

1. 一種用於在包括加熱區之反應器中精煉冶金級矽以自彼去除雜質之方法，其包含以下步驟：

A) 選擇用於減少該等雜質中之至少一者的還原化合物，

B) 混合該矽與該選用之還原化合物，

C) 在非氧化環境中於升高溫度與最小化該還原化合物的揮發作用之減壓下精煉該矽與還原化合物混合料，及

D) 然後定向固化該經精煉之材料，因而在該精煉與冷卻期間發生雜質凝析作用。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該冶金矽包括磷為一種雜質，而該選擇包括選用鈣為底質之還原化合物。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該冶金矽包括磷為一種雜質，而該選擇包括選用二矽酸鈣。

4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其包括提供用於容納該混合料與被置入該精煉用之反應器的坩堝。

5. 如申請專利範圍第 4 項之方法，其中該精煉作用包括適當調節該反應器與坩堝以避免該還原化合物與該加熱區中任何雜質之間的交互作用作為起始步驟。

6. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中該調節作用包括抽空該加熱區及升高該加熱區溫度。

7. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中該精煉作用包括在該調節作用之後以惰性氣體淨化該加熱區之步驟。

8. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中該精煉作用包括以氫回填該加熱區而淨化該加熱區之步驟。

9. 如申請專利範圍第 7 項之方法，其中該精煉作用包括將該加熱區溫度升高到至少該混合物之熔點，然後以受控制速率降低該加熱區之壓力。

10. 如申請專利範圍第 7 項之方法，其中該冶金矽包括複數種雜質，且該精煉作用包括將該加熱區溫度升高到至少該混合物之熔點，然後以受控制速率降低該加熱區之壓力，藉此促進該等雜質之減少。

11. 如申請專利範圍第 9 項之方法，其另外包括於冷卻期間定向固化該經精煉混合料之步驟。

12. 一種用於精煉冶金級矽以自彼去除雜質之裝置，其包含：

A) 坩堝構件，其用於容納冶金級矽與用於該等雜質中之至少一者的還原化合物之混合物，

B) 反應器構件，其容納該坩堝構件以及該矽與還原化合物混合料，

C) 環境控制構件，其用於在減壓下之精煉處理期間於該反應器內建立非氧化環境，藉以最小化該還原化合物的揮發作用，及

D) 冷卻構件，其用於冷卻該坩堝構件中之經精煉材料，因而在該環境控制與冷卻構件操作期間發生雜質凝析。

13. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該坩堝構

件之內表面係建構以最小化於該精煉處理期間與氧化物之接觸。

14. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該坩堝係由非氧化物材料所形成的襯料形成。

15. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該坩堝係由非氧化物材料之塗層形成。

16. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該環境控制構件包括用於在該反應器中建立真空之真空構件。

17. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該環境控制構件包括用於在該反應器內維持惰性氛圍之惰性氣體構件。

18. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該環境控制構件包括用於在該反應器內維持氫氛圍之氫氣構件。

19. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該環境控制構件包括用於在該反應器中控制溫度之加熱器構件。

20. 如申請專利範圍第 12 項之裝置，其中該冷卻構件使該混合物產生定向固化。

21. 如申請專利範圍第 20 項之裝置，其中該冷卻構件包括一熱交換器與一隔絕填塞物，該隔絕填塞物係在一密封該反應器的封閉位置與一開放位置之間移動，以供在液體與固體之間產生溫度梯度因而凝析雜質。

圖1

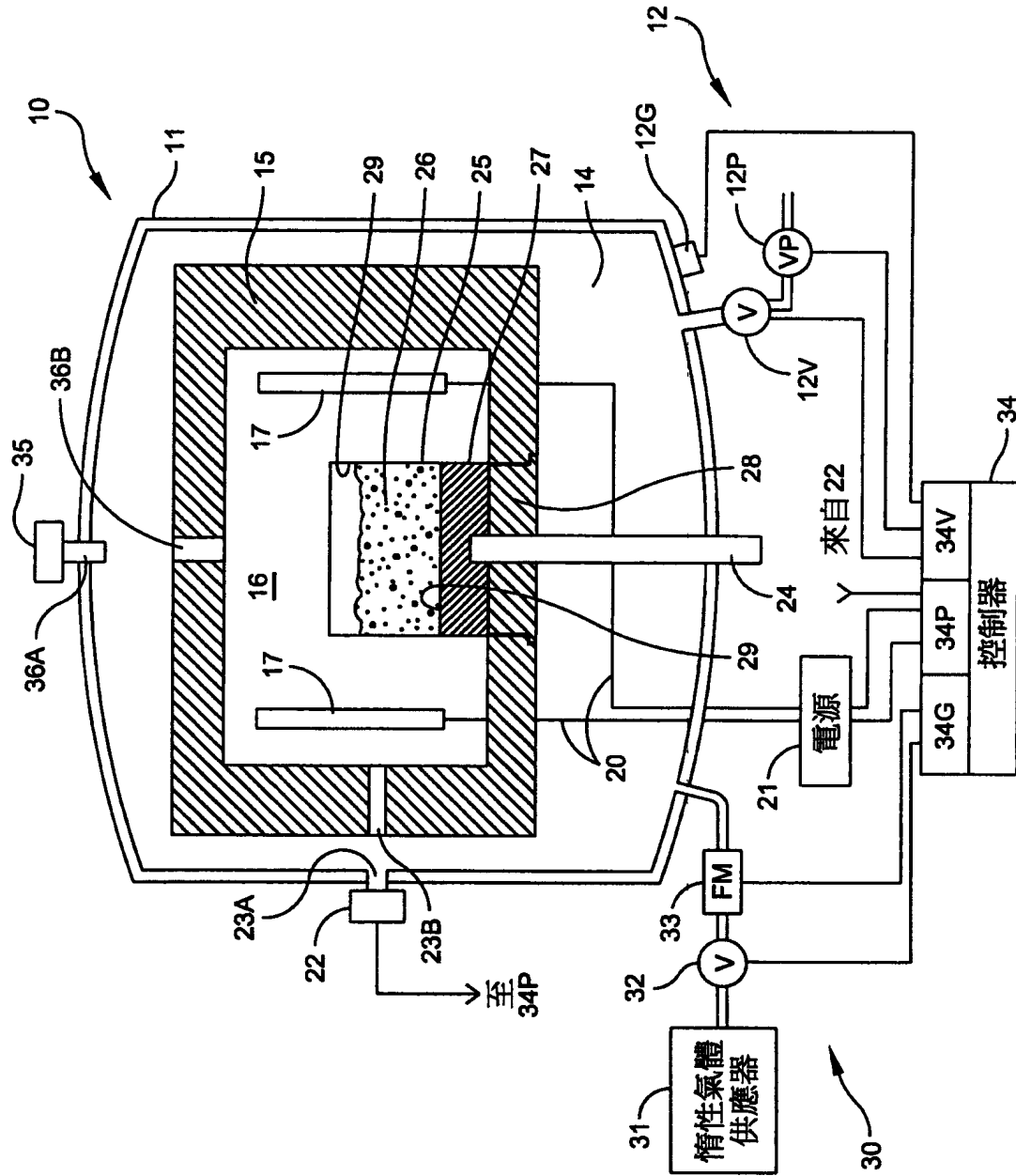


圖 2

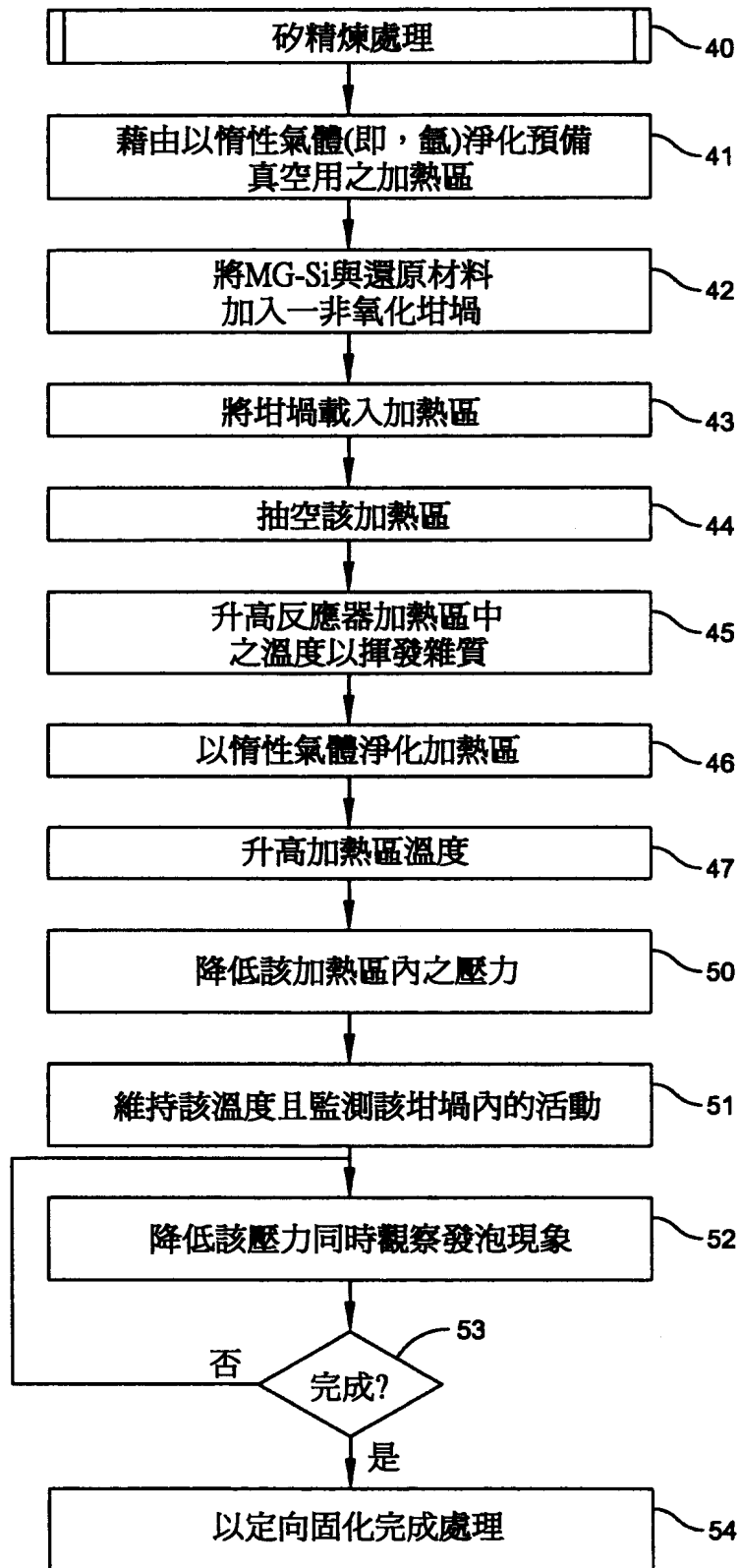


圖3

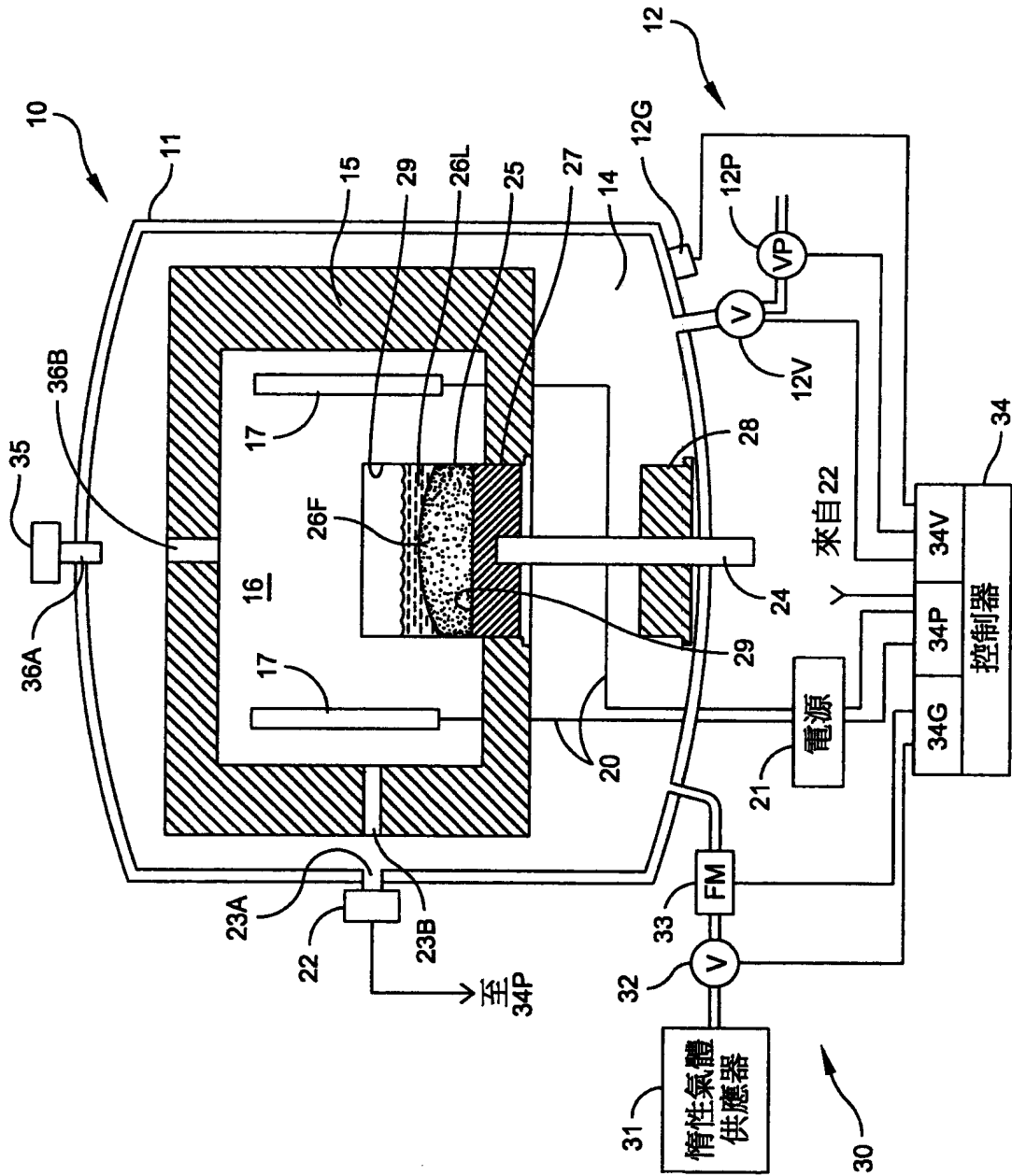


圖 4

A	B	C	D	E
元素	MG-Si組成	MG3-169初始 DS組成	MG3-169最終 DS組成	SoG-Si原料 所需之組成
Li		<0.05	0.013	
B	19	7.0	6.3	< 0.5
F		<0.3	<0.3	
Na	0.7	0.22	0.033	
Mg	0.2	0.007	0.19	
Al	751.0	0.080	0.3	< 0.5
Si	Major	Major	Major	
P	26.2	0.51	0.13	< 0.5
S	0.4	<0.05	0.03	
Cl	0.5	0.28	0.3	
K	0.7	0.27	0.091	
Ca	14.2	0.22	80	< 5
Sc	0.5			
Ti	169.4	0.076	12	< 0.1
V	10.7	<0.01	0.76	
Cr	13.1	<0.020	1.8	< 0.1
Mn	84.0	<0.05	0.048	< 0.1
Fe	2817.0	4.3	640	< 0.5
Co	4.6	<0.01	1.1	
Ni	11.8	<0.05	3	< 0.1
Cu	26.6	<0.1	0.2	< 0.1
Zn	0.2	<0.1	<0.1	
Ga		<0.1		
Ge	3.4	<0.5	1.4	
As	0.3	<0.2	<0.03	
Se				
Rb				
Sr	6.2		0.14	
Y	0.8		0.045	
Zr	7.3	<0.05	0.086	
Nb	0.7	<0.05	0.016	
Mo	1.8	<0.05	<0.01	<0.05
Ag				
Cd				
Sn	<0.1	<0.2	<0.1	
Sb	<0.1	<0.2	<0.1	
Ba	0.3	0.34	20	
La	3.5	<0.1	0.22	
Ce	8.3	<0.1	0.31	
Pr	1.1			
Nd	3.4		0.14	
Sm	0.4			
Eu	<0.05			
Gd	0.5			
Tb	0.1			
Dy	0.5			
W	0.6	<0.1	Composition	
Pb	0.0	<0.05	<0.05	
Bi	<0.01	<0.03	<0.03	
Th	0.4	<0.01	<0.01	
U	0.4	<0.01	<0.01	

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：

10：反應器	11：圓筒
12：真空泵裝配件	12P：真空泵
12G：真空計	12V：真空閥
15：絕緣體	16：加熱區
17：加熱器	20：引線
21：電源	22：高溫計
23A：窗口	23B：孔口
24：支撐桿	25：坩堝
26：混合料	27：石墨塊
28：隔絕填塞物	29：保護襯料
30：惰性氣體系統	31：供應槽
32：可程式化閥	33：流量計
34：控制器	
34G：惰性氣體系統之界面	
34P：電源系統之界面	
34V：真空系統之界面	
35：觀察孔口	
36A：窗口	
36B：孔口	

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無