



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 458**

51 Int. Cl.:  
**C30B 15/08** (2006.01)  
**C30B 15/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03724889 .5**  
86 Fecha de presentación : **06.05.2003**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1509642**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.03.2005**

54 Título: **Disposición de fabricación de varillas de cristal con sección transversal definida y estructura policristalina columnar por medio de cristalización continua sin crisol.**

30 Prioridad: **06.05.2002 DE 102 20 964**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.02.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.02.2008**

73 Titular/es: **PV SILICON FORSCHUNGS- UND  
PRODUKTIONS AG.  
Wilhelm-Wolff-Strasse 25  
99099 Erfurt, DE**

72 Inventor/es: **Abrosimov, Nikolai V. y  
Riemann, Helge**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 290 458 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Disposición de fabricación de varillas de cristal con sección transversal definida y estructura policristalina columnar por medio de cristalización continua sin crisol.

5 La invención concierne a una disposición de fabricación de varillas de cristal con sección transversal definida y estructura policristalina columnar por medio de cristalización continua sin crisol (CCC = crucible-free continuous crystallisation), que presenta al menos un crisol lleno de material de cristal con un conducto de salida central para transportar el contenido del crisol a una varilla de cristal creciente dispuesta debajo del crisol, penetrando el conducto  
10 de salida central en el menisco de masa fundida de la superficie frontal superior de la varilla de cristal, medios para efectuar una carga continuamente regulable del crisol con material de cristal fino y medios para efectuar simultáneamente la alimentación de la energía de fusión y el ajuste del frente de cristalización.

15 Según el estado de la técnica, la cristalización de un silicio policristalino en bloques, constituido por un granulado de Si, se realiza en una secuencia temporal de fusión de la materia prima y cristalización posterior de la masa fundida o por medio de una simultánea fusión y cristalización en el caso de una interacción térmica directa.

20 Así, en la 11ª CONFERENCIA SOBRE ENERGÍA SOLAR FOTOVOLTAICA DE LA COMUNIDAD EUROPEA, 12-16 de Octubre de 1992, MONTREUX, Suiza, páginas 1070-1073, se describe una solución con la cual se realiza la fabricación de silicio policristalino en bloques por medio de colada continua electromagnética (EMC = Electromagnetic Casting). En este caso, se rodea la masa fundida por medio de una bobina de inducción tubular redonda o cuadrada (principio del crisol frío) que proporciona la fusión de los trozos de silicio alimentados y al mismo tiempo la cristalización de la varilla de cristal, que se extrae continuamente hacia abajo. El campo de alta frecuencia de la bobina de inducción provoca fuerzas electrodinámicas que mantienen a la masa fundida alejada de la pared del crisol  
25 y conforman la sección transversal del silicio en bloques. Característico de esta disposición es el sistema de calefacción que rodea a la varilla de cristal de silicio y el apuntalamiento de la masa fundida por medio de fuerzas magnéticas.

30 Sin embargo, debido a la aportación lateral de calor se comba el límite de fases de manera fuertemente parabólica en esta disposición, lo que conduce a extremas tensiones termomecánicas en la varilla policristalina. Asimismo, la pluralidad de cristalitas no está orientada en dirección axial (columnar), lo que empeora el rendimiento de pilas solares fabricadas con este material. Este efecto aumenta al crecer la velocidad de arrastre y para secciones transversales mayores de la varilla. Por tanto, la velocidad de arrastre está limitada a un valor de 0,8 a 1,2 mm/min para secciones transversales técnicamente relevantes.

35 En el procedimiento FZ descrito en el documento DE 195 38 020 A1 se calienta la masa fundida por medio de un sistema de calefacción por resistencia y se materializa la aportación de potencia necesaria al frente de cristalización por medio de una bobina de calentamiento por inducción que está configurada preferiblemente como una bobina plana de forma de plato con un agujero interior central. Esta disposición de calentamiento técnicamente complicada  
40 constituida por dos medios de calentamiento separados sirve tanto para la recarga controlada de granulado de Si como para impedir un sobreenfriamiento de la varilla de cristal durante la fabricación de monocristales de Si en forma de varilla con diámetros grandes.

45 En las Actas de la 16ª Conferencia Europea sobre Energía Solar Fotovoltaica, 1-5 de Mayo de 2000, Glasgow, RU, páginas 1616-1619, se describe una disposición para la fabricación de varillas de cristal por medio de ITCC (inductive top-heated continuous crystallisation = cristalización continua superiormente calentada por inducción). Esta disposición presenta un embudo al que se alimenta granulado de Si, cuyo tubo termina directamente sobre la superficie de la masa fundida en el extremo superior de la varilla de cristal. Se alimenta al embudo, a través de un conducto de transporte, una materia prima sólida que se ha precalentado por medio de una lámpara de calentamiento. Este material cae a través del embudo - que está rodeado por una inductancia plana de forma anular - sobre la masa  
50 fundida aplicada sobre la varilla de cristal de Si, en donde el calentamiento inductivo provoca la fusión del material allí flotante. Entre 1 y 2 cm por debajo del límite de fases líquida-sólida cristaliza la varilla policristalina cilíndrica de Si bajo rotación alrededor de su eje. Esta disposición hace posibles ciertamente un límite de fases menos curvado y cristalitas orientados de forma correspondientemente columnar a una velocidad de crecimiento de a lo sumo 1 a 1,5 mm/min, ya que la energía de calentamiento para fundir una cantidad grande de materia prima hace que al mismo tiempo disminuyan el sobreenfriamiento de la masa fundida y, por tanto, la tasa de cristalización. Sin embargo, con esta solución prácticamente se pueden materializar tan sólo secciones transversales circulares de las varillas de cristal.

55 En el Statusreport 1996 Photovoltaik, presentado por el Projektträger Biologie, Energie, Ökologie des Bundesministeriums für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie - Forschungszentrum Jülich GmbH - con motivo del Statusseminar Photovoltaik 1996 en Bad Breisig del 23 al 25 de Abril de 1996, 5 - 1 a 5 - 11, se informa también sobre la cristalización continua de silicio sin crisol. Así, por un lado, se muestra una disposición para la cristalización continua sin crisol de varillas de silicio con sección transversal redonda mediante calentamiento de la superficie con lámparas. En este caso, se irradia la energía de calentamiento de las lámparas hacia la superficie frontal superior de la varilla de Si, mientras que otras lámparas están dispuestas en la periferia y sirven para calentar la masa fundida y  
60 recalentar la varilla después de la recristalización. Por encima de la varilla de Si está dispuesto un marco de material no fusible que se sumerge parcialmente en la masa fundida y actúa como elemento de conformación. Se pueden fabricar así también varillas de cristal con sección transversal cuadrada. Es aquí problemático el ajuste de una potencia de

calentamiento definida, ya que a una potencia de calentamiento demasiado grande crece la altura de la masa fundida libre que se encuentra entre la varilla de Si y el marco, y puede escapar silicio líquido. A una potencia de calentamiento demasiado baja se puede adherir fuertemente la varilla de Si al marco. Para eliminar los inconvenientes de la alimentación de granulado frío se ha dispuesto por encima del marco una bandeja plana de grafito desde la cual pasa al marco de conformación, a través de un taladro frontal, la masa fundida prevista para una recarga líquida. Como puede apreciarse, en esta disposición plantea dificultades el ajuste de una potencia de calentamiento definida/óptima, lo que se ha materializado aquí con medios complicados, concretamente con una radiación enfocada de lámparas y con un reflector adicional. Por tanto, como ya se ha mencionado más arriba, se han utilizado dos sistemas de calefacción ópticos, de los que uno se utiliza para la fusión de la materia prima y el otro para controlar la cristalización de la varilla de Si que se quiere fabricar.

Otra posibilidad para la cristalización continua de silicio sin crisol se describe en la publicación anteriormente mencionada y se refiere a una instalación de trefilado de cristal con zona de flotación. Por encima de una bobina de inducción se encuentra en un recipiente un depósito de reserva que recibe el granulado de Si para la recarga. El granulado es conducido por medio de un embudo de cuarzo y a través de aberturas de la inductancia hasta la superficie de la varilla de Si, en donde se funde casi por completo. Sin embargo algunos granos de Si han llegado al borde de la varilla y formado allí núcleos de cristalización. Para conseguir una fusión completa del granulado, se ha alimentado éste a través de un tubo de cuarzo que atraviesa la inductancia y que hace contacto con la masa fundida aplicada sobre la varilla de Si. En este caso, se consigue ya ciertamente una buena estructura columnar del grano, pero en esta disposición tanto la fusión del material como la cristalización se efectúan por debajo del marco. La disposición de calentamiento utilizada proporciona una distribución de potencia que actúa limitadamente tanto para la tasa de fusión como para la velocidad de cristalización. En la disposición citada en segundo lugar no se puede utilizar un marco de conformación.

El problema de la invención consiste en indicar una disposición de fabricación de varillas de cristal con sección transversal definida y estructura policristalina columnar que, empleando medios de calefacción técnicamente menos complicados que en comparación con el estado de la técnica, permita altas tasas de cristalización con un límite de fases estable y al mismo tiempo haga posible una mejor adaptabilidad de la potencia de calentamiento a la aplicación concreta.

El problema se resuelve por medio de una disposición de la clase descrita al principio por el hecho de que, según la invención, inmediatamente por encima de la varilla de cristal creciente está dispuesto un marco que hace contacto con la masa fundida, y el medio para efectuar al mismo tiempo la alimentación de la energía de fusión y el ajuste del frente de cristalización en la varilla de cristal creciente es una bobina plana de inducción con una abertura, estando la bobina de inducción dispuesta en forma verticalmente móvil en su distancia al crisol y al frente de cristalización y configurada de tal manera que se funda en el crisol la materia prima situada por encima de la bobina de inducción y se cristalice por debajo de la bobina de inducción el material fundido transportado a través del conducto de salida tubular central que se extiende a través de la abertura de la bobina de inducción hasta la superficie de la varilla de cristal de Si, y se genere un campo de temperatura adaptado a la sección transversal deseada de la varilla de cristal.

En la disposición según la invención se genera ya en el crisol la masa fundida que se conduce directamente hacia abajo hasta la varilla de cristal por el conducto de salida cilíndrico central y a través de la abertura de la bobina de inducción y, por tanto, la fusión del material queda ampliamente desacoplada de la cristalización de la varilla en el aspecto térmico y permite también más libertad de configuración para la inductancia. Esto garantiza la presencia de un menisco de fusión cerrado y de un campo de temperatura que imparte a la varilla no rotativa, o sea, a la varilla creciente, en combinación con el marco de guía que hace contacto con el menisco, una sección transversal definida (preferiblemente, una sección transversal cuadrada). Mediante un movimiento longitudinal de la varilla de cristal hacia abajo se forma el límite de la fase de crecimiento unos pocos mm por debajo del marco, y, en correspondencia con la corriente de calor sustancialmente axial, la orientación de los cristalitos es predominantemente columnar. La inductancia de calentamiento dispuesta entre el crisol y el cristal ha de ser adaptada por el experto a los parámetros para la varilla de cristal a trefilar (conformación del campo de temperatura para la sección transversal deseada de la varilla, transmisión de potencia efectiva).

La disposición según la invención hace posible que, por variación de la distancia de la bobina de inducción al crisol de fusión y al frente de cristalización, el proceso de fusión del granulado se desacople térmicamente del proceso de cristalización de la masa fundida, y, por tanto, se alcanzan mayores tasas de cristalización junto con un límite de fases estable para la varilla policristalina continuamente creciente. Durante el proceso de fabricación se puede ajustar así también por medio de la distancia la subdivisión de la potencia total en potencia de fusión y potencia de cristalización y, por tanto, se puede ajustar la posición del límite de fases.

En una forma de realización se ha previsto que el marco de guía esté formado por un material resistente y presente una forma geométrica definida.

En otra forma de realización se ha dispuesto por encima del crisol un sistema de calefacción adicional por radiación para la fusión más rápida de la materia prima y, por tanto, la alimentación de calor del crisol puede ajustarse con independencia de la varilla de cristal. Esto puede ser necesario, por ejemplo, para que, al trabajar en gas protector, se proporcione la cantidad de calor necesaria.

## ES 2 290 458 T3

En otra forma de realización preferida la pared del fondo del crisol es de construcción realizada en la zona de unión con el conducto de salida cilíndrico. Esto pretende impedir el vaciado completo del crisol y, por tanto, su destrucción.

5 Unos escudos de protección contra radiación están dispuestos a la altura del frente de cristalización y de la varilla de cristal para fines de aislamiento y para garantizar límites de fases planos.

La bobina de inducción plana está configurada en otra forma de realización de modo que el límite de fases no hace contacto con el marco de guía. La bobina presenta una forma cuadrada o rectangular.

10 Se explica la invención con más detalle en el ejemplo de realización siguiente con referencia a dibujos. Muestran en éstos:

La figura 1, esquemáticamente, una disposición según la invención en sección longitudinal; y

15 La figura 2, esquemáticamente, la vista en planta de la figura 1 con una inductancia para fabricar una varilla de cristal con sección transversal cuadrada.

En la figura 1 se representa en sección longitudinal una disposición según la invención en la que una materia prima sólida 2 (por ejemplo, granulado de Si) llega a un crisol 4 desde un transportador 1. El crisol de fusión 4 presenta una salida central orientada hacia abajo. Por debajo del crisol de fusión 4 y por encima de la varilla de cristal 8 está dispuesta la inductancia plana 5 para efectuar el calentamiento por alta frecuencia. El marco de guía 6 está en contacto con el menisco de fusión 7b y fija la forma de éste. La alimentación de energía se ajusta ahora por medio del sistema de calentamiento de alta frecuencia de modo que se funde en el crisol 4 la materia prima 2 que llega al mismo (masa fundida 3) y también, al tirar lentamente de la varilla 8 hacia abajo, se cristalice el material fundido conducido hasta la varilla de cristal 8. Se han dibujado también la línea 7 de tres fases y la línea 7a de la fase de cristalización. Para ajustar una relación equilibrada entre la potencia para fundir la materia prima 2 y la potencia para la cristalización, el crisol de fusión 4 está dispuesto a una distancia variable de la inductancia plana 5.

20 La vista en planta esquemática de la disposición según la invención representada en la figura 1 muestra en la figura 2 una inductancia 5 de forma definida, aquí con simetría cuadrada, para fabricar una varilla de cristal con sección transversal cuadrada.

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Disposición de fabricación de varillas de cristal con sección transversal definida y estructura policristalina columnar por medio de cristalización continua sin crisol, que presenta al menos un crisol lleno de material de cristal y dotado de un conducto de salida central para transportar el contenido del crisol hasta una varilla de cristal regulable en altura que crece por debajo del crisol, sumergiéndose el conducto de salida central en el menisco de fusión sobre la superficie frontal superior de la varilla de cristal, medios para efectuar una carga continuamente regulable del crisol con material de cristal sólido, medios para alimentar la energía de fusión y medios para ajustar el frente de cristalización sobre la varilla de cristal creciente, **caracterizada** porque como medio común para efectuar simultáneamente la alimentación de la energía de fusión y el ajuste del frente de cristalización sobre la varilla de cristal creciente (8) está dispuesta una bobina de inducción plana (5) con una abertura, siendo ajustables la distancia entre la bobina de inducción (5) y el crisol (4) y la distancia entre la bobina de inducción (5) y el frente de cristalización y estando estas distancias ajustadas de tal manera que por encima de la bobina de inducción (5) se funda el material de cristal (3) contenido en el crisol (4) y por debajo de la bobina de inducción (5) se cristalice el material fundido transportado a través del conducto de salida tubular central que se extiende a través de la abertura de la bobina de inducción (5) hasta la superficie de la varilla de cristal creciente (8), y se genere un campo de temperatura adaptado a la sección transversal deseada de la varilla de cristal (8), e inmediatamente por encima de la varilla de cristal creciente (8) está dispuesto un marco (6) que hace contacto con la masa fundida.

20 2. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque el marco de guía (6) está formado por un material resistente y presenta una forma geométrica definida.

25 3. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque está dispuesto, por encima de la inductancia (5), un sistema de calentamiento óptico adicional para fundir la materia prima contenida en el crisol (4).

4. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque el fondo del crisol (4) es de construcción realizada en la zona de unión con el conducto de salida cilíndrico.

30 5. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque están dispuestos alrededor de la varilla de cristal (8), a la altura del frente de cristalización, unos escudos de protección contra la radiación.

6. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque la bobina de inducción (5) presenta una forma cuadrada.

35 7. Disposición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque la bobina de inducción (5) presenta una forma rectangular.

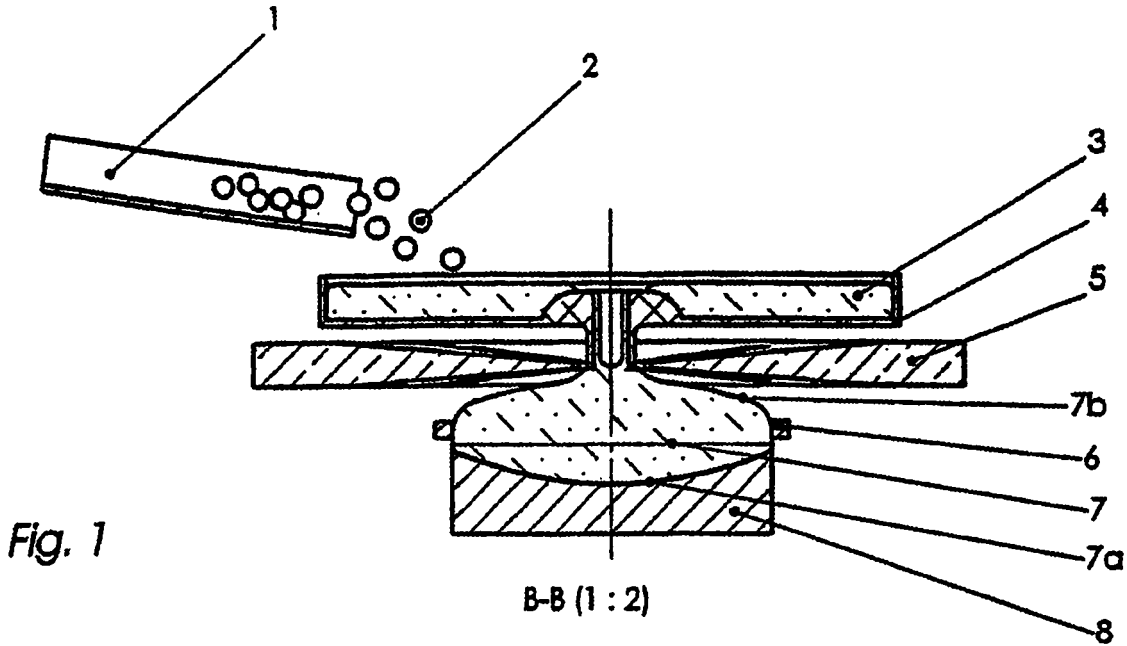


Fig. 1

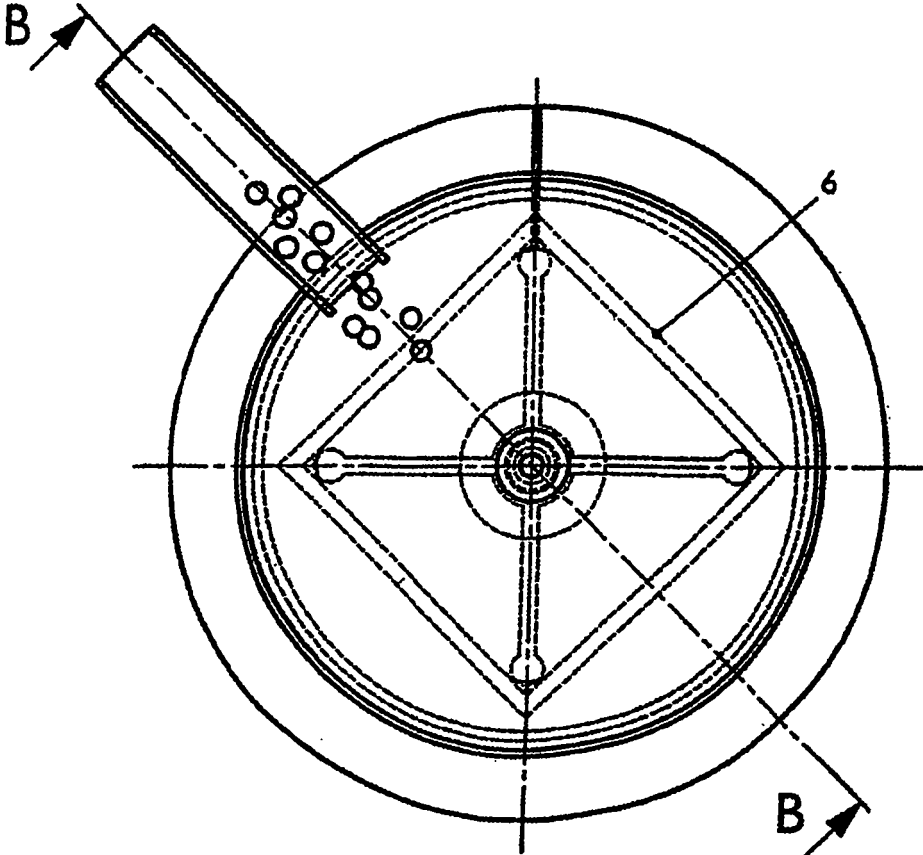


Fig. 2