



УКРАЇНА

(19) UA (11) 94784 (13) C2

(51) МПК

C30B 29/06 (2006.01)

B22D 11/01 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ ЗЛИВКІВ МУЛЬТИКРИСТАЛІЧНОГО КРЕМНІЮ ІНДУКЦІЙНИМ МЕТОДОМ

1

2

(21) а200907630

(22) 20.07.2009

(24) 10.06.2011

(46) 10.06.2011, Бюл. № 11, 2011 р.

(72) БЕРІНГОВ СЕРГІЙ БОРИСОВИЧ, ОНІЩЕНКО ВОЛОДИМИР ЄВГЕНОВИЧ, ШКУЛЬКОВ АНАТОЛІЙ ВАСІЛЬСВИЧ, RU, ЧЕРПАК ЮРІЙ ВОЛОДИМИРОВИЧ, ПОЗИГУН СЕРГІЙ АНАТОЛІЙОВИЧ, МАРЧЕНКО СТЕПАН АНАТОЛІЙОВИЧ, ЧЕПУРНИЙ БОГДАН ВАСИЛЬОВИЧ

(73) ПРИВАТНЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "ПІЛЛАР", ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ТЕСИС", СІЛІСІО СОЛАР С.А.Ю., ES

(56) RU 2147631 C1 20.04.2000

WO 9724769 A1 10.07.1997

US 20090071403 A1 19.03.2009

JP 59039713 A 05.03.1984

(57) 1. Пристрій для одержання зливків мульткристалічного кремнію індукційним методом, що містить камеру, в якій встановлені засіб стартового розігріву кремнію, обхвачений індуктором охолоджуваний тигель з рухомим дном та чотирма стінками, котрі складені з секцій, що розділені вертикальними щілинами, засоби переміщення, зв'язані з рухомим дном, і, розташоване нижче охолоджуваного тигля, відділення контрольованого охоло-

дження, причому внутрішньою поверхнею охолоджуваного тигля утворений плавильний простір прямокутного чи квадратного поперечного перерізу і стінками охолоджуваного тигля забезпечене розширення плавильного простору принаймні від рівня індуктора до низу охолоджуваного тигля, який відрізняється тим, що кожна стінка охолоджуваного тигля має центральну секцію, що забезпечує відсутність вертикальної щілини по середині сторони плавильного простору, а кут розширення β плавильного простору визначений співвідношенням:

$$\beta = \arctg[2 \cdot (k - 1,35 \cdot 10^{-3} \cdot b) / d],$$

де

d - розмір меншої зі сторін прямокутника або розмір сторони квадрата поперечного розрізу плавильного простору на рівні індуктора, b - розмір суміжної сторони поперечного розрізу плавильного простору на рівні індуктора, k - емпіричний коефіцієнт, що має значення від 1,5 до 2.

2. Пристрій за п. 1, який відрізняється тим, що ширина центральної секції кожної стінки охолоджуваного тигля становить від 1/6 до 1 розміру сторони плавильного простору.

Винахід належить до апаратів для отримання полікристалічного кремнію індукційним методом і може бути використаний при виготовленні елементів сонячних батарей із мульткристалічного кремнію.

Сонячні батареї, що дозволяють перетворювати сонячну енергію у електричну, виготовляють з кристалічного кремнію, як монокристалічного, так і мульткристалічного: полікристалічного кремнію, складеного великими кристалами.

Інтерес до мульткристалічного кремнію значно зростає, оскільки коефіцієнт корисної дії (ККД) сонячних батарей з мульткристалічного кремнію близький до ККД сонячних батарей з монокриста-

лічного кремнію, а продуктивність обладнання по виробництву мульткристалічного кремнію у кілька разів вища за продуктивність монокристалічного кремнію. Крім того, технологія отримання мульткристалічного кремнію простіша за технологію отримання монокристалічного кремнію.

Відомий пристрій для одержання зливків мульткристалічного кремнію індукційним методом включає камеру з встановленими в ній обхвачений індуктором охолоджуваний тигель з рухомим дном та стінками, котрі складаються з секцій, що розділені вертикальними щілинами, а також комплект засобів нагріву для контрольованого охолодження зливка (EP, №1754806, опубл. 21.02.2007, кл.

(13) C2

(11) 94784

(19) UA

С30В11/00) [1]. Крім того, пристрій обладнаний роздільним пристроєм, виконаним з можливістю встановлення його на закристалізований зливочу у плавильному просторі охолоджуваного тигля і подальшого здійснення розігріву кускової шихти кремнію, плавлення і лиття вище верхньої площини роздільного пристрою.

Недоліком відомого пристрою є низька продуктивність мультикристалічного кремнію і недостатня якість отриманого мультикристалічного кремнію. Мультикристалічний кремній має велику кількість дефектів в структурі кристала.

Найбільш близьким є пристрій для одержання злиwkів мультикристалічного кремнію індукційним методом, що включає камеру, в якій встановлені засіб стартового розігріву кремнію, обхвачений індуктором охолоджуваний тигель з рухомим дном та чотирма стінками, котрі складаються з секцій, що розділені вертикальними щілинами, засоби переміщення, зв'язані з рухомим дном, і, розташоване нижче охолоджуваного тигля, відділення контрольованого охолодження, причому внутрішньою поверхнею охолоджуваного тигля утворений плавильний простір круглого, прямокутного чи квадратного поперечного перерізу, і стінками охолоджуваного тигля забезпечене розширення принаймні від рівня індуктора до низу тигля (EP 0349904 опубл. 10.01.1990, кл. B22D11/10) [2]. Кут розширення плавильного простору становить від 0,4 до 2°.

Недоліками відомого пристрою є погіршення якості мультикристалічного кремнію у отриманому зливочу і зниження продуктивності виробництва злиwkів мультикристалічного кремнію через часте проливання розплаву кремнію.

Задачею винаходу є удосконалення пристрою для одержання злиwkів мультикристалічного кремнію індукційним методом, в якому за рахунок запропонованого конструктивного виконання забезпечується зниження проливання розплаву кремнію, що приводить до покращення якості отриманого мультикристалічного кремнію, і підвищення продуктивності його виробництва.

Поставлена задача вирішується запропонованим пристроєм для одержання злиwkів мультикристалічного кремнію індукційним методом, що включає камеру, в якій встановлені засіб стартового розігріву кремнію, обхвачений індуктором охолоджуваний тигель з рухомим дном та чотирма стінками, котрі складаються з секцій, що розділені вертикальними щілинами, засоби переміщення, зв'язані з рухомим дном, і розташоване нижче охолоджуваного тигля відділення контрольованого охолодження, причому внутрішньою поверхнею охолоджуваного тигля утворений плавильний простір прямокутного чи квадратного поперечного перерізу і стінками охолоджуваного тигля забезпечене розширення плавильного простору принаймні від рівня індуктора до низу тигля. У відповідності до винаходу кожна стінка охолоджуваного тигля має центральну секцію, що забезпечує відсутність вертикальної щілини по середині сторони плавильного простору, а кут розширення β плавильного простору визначений співвідношенням:

$$\beta = \arctg[2 \cdot (k - 1,35 \cdot 10^{-3} \cdot b) / d]$$

де:

d - розмір меншої зі сторін прямокутника або розмір сторони квадрата поперечного перерізу плавильного простору на рівні індуктора,

b - розмір суміжної сторони поперечного перерізу плавильного простору на рівні індуктора,

k - емпіричний коефіцієнт, що має значення від 1,5 до 2.

Коефіцієнт k має більші значення при великих розмірах периметру вирощуваного злиwка.

Ширина центральної секції кожної стінки охолоджуваного тигля становить від 1/6 до 1 розміру сторони плавильного простору.

У процесі плавлення та лиття кремнію індукційним методом в охолоджуваному тиглі з рухомим дном і стінками, виконаними у вигляді вертикальних секцій із електропровідного і теплопровідного матеріалу, охолоджуваних водою, меніск, утворений частиною розплаву, віджимається електромагнітними силами від внутрішньої поверхні тигля і урівноважується своїм гідростатичним тиском. При безперервній подачі сировини рівновага порушується і нижній рівень меніска періодично виливається до внутрішньої поверхні охолоджуваного тигля, де відбувається кристалізація розплаву і утворюється гарнісаж - закристалізований по периметру охолоджуваного тигля шар кремнію, що утримує ванну рідкого розплаву і перешкоджає контакту рідкого розплаву і тигля.

В процесі плавлення і руху зливочу вниз товщина гарнісажу збільшується. Температура зовнішньої поверхні гарнісажу з боку тигля встановлюється нижче температури плавлення кремнію і визначається його теплопровідністю і теплопередачею до стінок тигля, а внутрішня поверхня гарнісажу має температуру, рівну температурі плавлення кремнію. Утворений гарнісаж має градієнт температури як у поперечному перерізі, так і за висотою ванни розплаву.

При отриманні злиwkів мультикристалічного кремнію індукційним методом проливання розплаву в зазор між гарнісажем і внутрішньою стінкою охолоджуваного тигля пов'язано з такими факторами.

Один із факторів пов'язаний з наявністю поперечного градієнта температури гарнісажу.

Через наявність градієнта температури відбувається термічна усадка гарнісажу. Крім того, при температурі 900-1050°C, що вища за температуру плинності кремнію, відбувається пластична деформація гарнісажу. Абсолютне значення термічної усадки гарнісажу залежить від градієнта температури і розміру та форми плавильного простору, утвореного охолоджуванним тиглем. Перевищення термічної усадки допустимого значення приводить до недостатнього охолодження гарнісажу, його перегріву, плавлення і проливання розплаву в зазор між гарнісажем і внутрішньою стінкою охолоджуваного тигля.

Інший фактор, що приводить до проливання розплаву в зазор між гарнісажем і внутрішньою стінкою охолоджуваного тигля, полягає у розривах гарнісажу при його зачепленні за внутрішні стінки охолоджуваного тигля. Рідкий кремній не зможує

внутрішню поверхню стінок охолоджуваного тигля і не прилипає до них за умови відсутності на їх поверхні дефектів. Основними дефектами внутрішньої поверхні стінок охолоджуваного тигля є вертикальні щілини між секціями, які необхідні для проникнення електромагнітного поля індуктора у розплав кремнію і його нагріву.

Експериментально нами було встановлено, що розташування секцій, розділених вертикальними щілинами, по периметру прямокутної чи квадратної форми з утворенням чотирьох стінок, кожна з яких має центральну секцію, що забезпечує відсутність вертикальної щілини по середині відповідної стінки охолоджуваного тигля, а також урахування при розширенні плавильного простору його розміру, сформованого стінками охолоджуваного тигля, стабілізує утворення зазору в результаті термічної усадки гарнісажу при плавленні кремнію індукційним методом, що забезпечує зниження проливання розплаву.

Крім того, таке конструктивне рішення дозволяє виключити зачеплення гарнісажу за поверхню стінок охолоджуваного тигля, в тому числі, на ділянках з найменшим зазором між гарнісажем та стінками охолоджуваного тигля, і дозволяє враховувати термічну усадку і поперечні розміри отримуваних зливків мультিকристалічного кремнію. В результаті проливи розплаву кремнію суттєво зменшуються, а кристалізація кремнію проходить у стабільних умовах при постійній швидкості.

Підвищення стабільності процесу плавлення та кристалізації приводить до утворення великих кристалітів, що складають мультিকристалічний кремній. Причому, стабільність процесу кристалізації сприяє відсутності дефектів у структурі кристалу, що забезпечує підвищення якості отриманого з нього продукції, а саме, елементів сонячних батарей.

Таким чином, запропонована конструкція пристрою для одержання зливків мультিকристалічного кремнію забезпечує збільшення виходу мультикристалічного кремнію, придатного для виробництва елементів сонячних батарей.

Винахід демонструється, але не обмежується наступними рисунками, на яких зображено:

на Фіг.1 - пристрій для одержання зливків мультикристалічного кремнію індукційним методом (повздовжній розріз);

на Фіг.2 - охолоджуваний тигель з розплавом (повздовжній розріз);

на Фіг.3 - охолоджуваний тигель зі сформованим плавильним простором (поперечний розріз).

Пристрій для одержання зливків мультикристалічного кремнію індукційним методом (Фіг.1) включає камеру 1, зв'язану з бункером для шихти 2. В камері 1 встановлені засіб startового розігріву кремнію 3, охолоджуваний тигель 4, обхвачений індуктором 5, і, розташоване нижче охолоджуваного тигля 4, відділення контрольованого охолодження 6. Охолоджуваний тигель 4 утворений рухомих дном 7 та секціями 8 і центральною секцією 9 (Фіг.3), розділеними вертикальними щілинами 10. Рухоме дно 7 зв'язане із засобами переміщення 11 і виконане з можливістю вертикального переміщення вздовж відділення контрольованого

охолодження 6. Секції 8 і центральна секція 9, розділені вертикальними щілинами 10, утворюють чотири взаємно перпендикулярні стінки 12, 13, 14 і 15. Внутрішня поверхня охолоджуваного тигля 4 утворює плавильний простір 16 прямокутного чи квадратного поперечного перерізу, до якого потрапляє кускова шихта кремнію 17. Центральна секція 9 кожної стінки 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4 забезпечує відсутність вертикальної щілини по середині сторони плавильного простору 16. Секції 8 і центральна секція 9 стінок 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4 (Фіг.2) нахилом забезпечують розширення плавильного простору 16 принаймні від рівня індуктора до низу охолоджуваного тигля, кут якого β визначений співвідношенням:

$$\beta = \arctg[2 \cdot (k - 1,35 \cdot 10^{-3} \cdot b) / d], \text{ де:}$$

d - розмір меншої зі сторін прямокутника або розмір сторони квадрата поперечного перерізу плавильного простору 16 на рівні індуктора 5,

b - розмір суміжної сторони поперечного перерізу плавильного простору 16 на рівні індуктора 5, k - емпіричний коефіцієнт, що має значення від 1,5 до 2.

Ширина центральної секції 9 кожної стінки 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4 (Фіг.3) становить від 1/6 до 1 розміру сторони плавильного простору 16.

Стінки 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4 рознімним способом приєднані до колектора 18. Колектор 18 забезпечує подачу, розподілення і зливання охолоджуваної рідини (води).

Стінки 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4 виконані із міді або зі сплаву на основі міді, засіб startового розігріву кремнію 3 і рухоме дно 7 виконані з електропровідного матеріалу, наприклад, графіту.

Пристрій працює таким чином.

В камері 1 створюють контрольовану атмосферу. Рухоме дно 7 переміщують до верху охолоджуваного тигля 4 і обмежують плавильний простір 16 знизу. У плавильний простір 16 завантажують кускову шихту кремнію 17 з бункера для шихти 2 і вводять засіб startового розігріву кремнію 3. Створюють високочастотне електромагнітне поле індуктором 5. Рухоме дно 7 і засіб startового розігріву кремнію 3 нагріваються у електромагнітному полі індуктора 5 і за рахунок теплопередачі у плавильному просторі 16 нагрівається кускова шихта кремнію 17. Після досягнення температури 700-800°C починається індукційне нагрівання шихти і її плавлення.

Засіб startового розігріву кремнію 3 видаляють з електромагнітного поля індуктора 5, а у плавильному просторі 16 за формою його поперечного розрізу формується ванна розплаву (Фіг.2, Фіг.3). Внаслідок теплопередачі по периферії ванни розплаву біля стінок охолоджуваного тигля 4 відбувається кристалізація розплаву і утворюється гарнісаж 19, що утримує розплав від проливання з плавильного простору 16 і запобігає взаємодії розплаву кремнію з матеріалом стінок 12, 13, 14 і 15 охолоджуваного тигля 4. За рахунок електромагнітного поля індуктора 5 верхня частина ванни роз-

плаву віджимається від стінок 12, 13, 14 і 15 охолодженого тигля 4 і утворюється меніск, на поверхню якого безперервно подають кускову шихту кремнію 17 з бункера для шихти 2. Кускова шихта кремнію 17 розплавляється, що збільшує гідростатичний тиск меніска. Періодично при порушенні рівноваги тиску відбувається проливання розплаву через верхній край гарнісажу до стінок 12, 13, 14 і 15 охолодженого тигля 4, кристалізація зовнішнього шару розплаву і безперервне утворення гарнісажу 19. Рухоме дно 7 переміщується вниз із зони індуктора 5 і, у міру процесу плавлення і руху зливка вниз, в нижній частині ванни розплаву відбувається безперервна кристалізація розплаву кремнію і утворюється зливочок мульткристалічного кремнію 20. Формований таким чином зливочок мульткристалічного кремнію 20 безперервно переміщується вниз до відділення контрольованого охолодження 6. Переміщення здійснюють з такою швидкістю, щоб ванна розплаву залишалася на незмінному рівні відносно індуктора 5 і охолодженого тигля 4, а у донній частині ванни розплаву безперервно проходила кристалізація зливка мульткристалічного кремнію 20. У відділенні контрольованого охолодження 6 здійснюють контрольоване охолодження зливка і знімання термічних

напруг.

Були одержані зливки мульткристалічного кремнію у пристрої для одержання зливок мульткристалічного кремнію індукційним методом запропонованої конструкції з розміром поперечного перерізу $340 \times 340 \text{ мм}^2$ і $340 \times 530 \text{ мм}^2$.

Зливки з розміром поперечного перерізу $340 \times 340 \text{ мм}^2$ були отримані при формуванні зливка у плавильному просторі квадратного поперечного перерізу з розміром сторони на рівні індуктора 342 мм. Ширина центральної секції охолодженого тигля становила 60 мм, що забезпечило відсутність вертикальної щілини по середині сторони плавильного простору. Кут розширення плавильного простору β становив:

$$\beta = \arctg[2 \cdot (15 - 1,35 \cdot 10^{-3} \cdot 342) / 342] = 0,35^\circ$$

При одержанні зливок мульткристалічного кремнію проливань розплаву значно менше. Причому, проливання, які мали місце, припинялися на короткій відстані. В результаті отримані зливки мульткристалічного кремнію мали великі ділянки бездефектного монокристалічного кремнію. Продуктивність виробництва мульткристалічного кремнію зросла на 12%.

