



(10) **DE 10 2010 028 173 A1** 2011.10.27

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 028 173.5**

(22) Anmeldetag: **26.04.2010**

(43) Offenlegungstag: **27.10.2011**

(51) Int Cl.: **C30B 11/02 (2006.01)**

C30B 30/04 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

(71) Anmelder:

Forschungsverbund Berlin e.V., 12489, Berlin, DE

(74) Vertreter:

**Anwaltskanzlei Gulde Hengelhaupt Ziebig &
Schneider, 10179, Berlin, DE**

(72) Erfinder:

Dropka, Natascha, Dr., 12167, Berlin, DE;

Rudolph, Peter, Prof.Dr., 12529, Schönefeld, DE;

Rehse, Uwe, Dipl.-Ing., 16515, Oranienburg, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE 10 2006 020234 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Anordnung zur Herstellung von Kristallblöcken hoher Reinheit und dazugehörige Kristallisationsanlage**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Kristallisationsverfahren zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist, sowie eine dazu geeignete Kristallisationsanlage. Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst die Verfahrensschritte:

(i) Bereitstellen einer Kristallisationsanlage mit

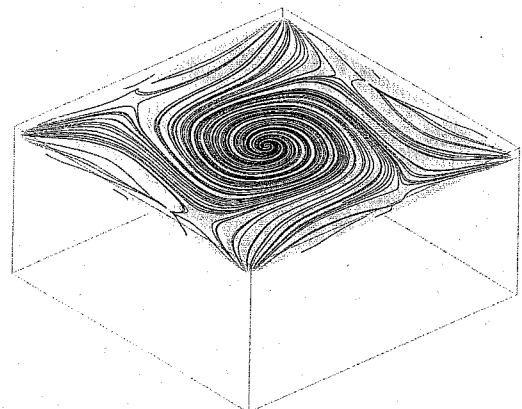
– einem Container zur Aufnahme einer Schmelze des Materials; einem Heizer-Magnet-Modul, das den Container umschließt, drei oder mehr spulenförmige Seitenabschnitte sowie zwei oder mehr spiralförmige Deckenabschnitte aufweist; und

– einer Steuer- und Stromversorgungseinheit, mit der jeder Seiten- und Deckenabschnitt separat mit einer vorgebbaren Stromstärke und Phasenverschiebung belegbar ist;

(ii) Beschicken des Containers mit dem zu verarbeitendem Material und Schmelzen des Materials mit Hilfe des Heizer-Magnet-Moduls;

(iii) Nach Erreichen des Schmelzzustandes, Einleiten der Kristallisation vom Boden des Containers durch Abkühlen der Schmelze; und

(iv) Während der Kristallisation, Erzeugen eines von unten nach oben laufenden magnetischen Wanderfelds in den Seitenabschnitten und eines von außen nach innen laufenden magnetischen Wanderfelds in den Deckenabschnitten, derart, dass eine kreisförmige Wirbelströmung an der Schmelzoberfläche erzeugt wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Kristallisationsverfahren zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist, sowie eine dazu geeignete Kristallisationsanlage.

Stand der Technik und Hintergrund der Erfindung

[0002] Es sind verschiedene Verfahren zur gerichteten Kristallisation von Blöcken (Ingots) verschiedener Materialien, deren Schmelzen elektrisch leitend sind, bekannt. Diese Materialien umfassen zum Beispiel Metalle, Legierungen, Eutektika, Halbleiter und ionisch leitende Dielektrika. Besondere Bedeutung hat die Herstellung von hochreinem Silizium für die Verwendung in photovoltaischen und anderen elektrischen Bauelementen.

[0003] Die gerichtete Erstarrung von Ingots aus verschiedenen Materialien besitzt heute eine zentrale Bedeutung in der Metallurgie, Halbleitertechnik, Optik und Photovoltaik. Allein ca. die Hälfte des gesamten Solarzellensiliziums wird aus solchen Blöcken gewonnen, die durch Normalerstarrung einer Schmelze von unten nach oben in rechteckigen Gefäßen (Containern) in einem vertikalen Temperaturgradienten mit einer bestimmten Wachstumsrate hergestellt werden (K. Nakajima, N. Usami (Eds.), *Crystal Growth of Si for Solar Cells*, Springer, Berlin, Heidelberg 2009). Je nachdem ob der Container abwärts durch einen konstanten Temperaturgradienten bewegt wird oder ob der Gradient elektronisch kontrolliert durch einen ruhenden Schmelzcontainer wandert oder die fortschreitende Kühlung am Boden durch ein Kühlfluid mit gleichbleibender oder zunehmender Strömungsrate abläuft, unterscheidet man das zu Grunde liegende Züchtungsverfahren in Bridgmanverfahren, Vertical Gradient Freeze (VGF) oder Heater Exchange Method (HEM) (J. C. Brice, P. Rudolph, *Crystal Growth in: Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol. 10, Wiley-VCH, Weinheim 2003 and 2007, p. 47–98).

[0004] Da es sich bei all diesen Verfahren um thermisch stabile Schichtungen handelt (unten „kalt“ oben „heiß“), ist die natürliche Konvektion nicht sonderlich ausgeprägt. In Folge dessen bildet sich vor der fortschreitenden festflüssig-Phasengrenze eine segregationsbedingte Anreicherungsschicht der Restverunreinigungen und Überschusskomponenten, die auch als Diffusionsgrenzschicht bezeichnet wird (K. -Th. Wilke, J. Bohm, *Kristallzüchtung*, Vlg. Harri Deutsch-Thun, Frankfurt/M., 1988). Überschreitet die Konzentration in diesem Gebiet einen kritischen Wert, ist die für einen erfolgreichen Kristallisationsprozess erforderliche Ebenheit der Phasengrenze gefährdet. Es entsteht eine morphologische Instabilität mit zellularem oder dendritischem Wachstum, was zur Polykristallinität führt. Gleichzeitig kön-

nen sich in dieser Schicht Fremdphasenpartikel bilden, wenn die angehäuften Verunreinigungen miteinander chemisch reagieren und die Löslichkeitsgrenzen der neuen unerwünschten Phasen überschritten werden. Solche Verbindungen sind z. B. bei der Siliziumkristallisation SiC und Si₃N₄ (T. Buonassisi et al., *J. Crystal Growth* 287 (2006) 402; Liu et al., *J. Crystal Growth* 310 (2008) 2192), die zudem eine höhere Dichte als die Si-Schmelze besitzen und demnach zusätzlich auf der Phasengrenze sedimentieren. Sie werden sodann in die kristallisierende Phase in Form von Einschlüssen eingebaut, umso mehr, wenn die Phasengrenze eine zelluläre Morphologie besitzt. SiC- und Si₃N₄-Partikel bilden heute im so gewonnenen Solarsilizium die gefährlichsten Quellen für strukturelle Defekte und Kurzschlüsse in der Solarzelle. Ihre Einbaurate und -dichte nimmt zum oberen Ende des Ingots hin zu, da mit fortschreitender Kristallisation die Segregation zur stetigen Konzentrationserhöhung von Stickstoff und Kohlenstoff in der Schmelze führt. Somit kommt es besonders in der zweiten Hälfte des Normalerstarrungsprozesses zur erhöhten Ausscheidungsbildung im gesamten Schmelzvolumen und zwar bereits oberhalb der Diffusionsgrenzschicht.

[0005] Die effektivste Maßnahme zum Abbau der Diffusionsgrenzschicht ist eine stetige homogene Durchmischung der Schmelze. Dazu ist die kaum stattfindende natürliche Auftriebskonvektion in einem Normalerstarrungsprozess von unten nach oben nicht in der Lage. Im Gegenteil, wegen ihrer niederfrequenten Strömungsfluktuationen verstärken sie einen inhomogenen Einbau der Fremdphasen in den Ingot (F. Rosenberger, *Fundamentals of Crystal Growth I*, Springer, Berlin 1979). Homogene Durchmischungen elektrisch leitender Schmelzen sind insbesondere mit instationären Magnetfeldern möglich. Dabei zeigen longitudinale Wanderfelder (Travelling Magnetic Fields – TMF) gegenüber azimuthal rotierenden (Rotating Magnetic Fields – RMF) eine höhere Mischungsintensität und Volumenausnutzung (S. Eckert et al., *Int. J. Cast Metals Res.* 22 (2009) 78).

[0006] Bekannt ist die Verwendung von TMF beim vertikalen Bridgmanverfahren, wobei das Magnetfeld entweder separat vom Heizer außerhalb des Züchtungsgefäßes (R. Lantsch et al., *J. Crystal Growth* 305 (2007) 249) oder gleichzeitig in einem spulenförmigen Heizer in unmittelbarer Nähe des Schmelzcontainers erzeugt wird (Ch. Frank-Rutsch, P. Rudolph, *J. Crystal Growth* 311 (2009) 2294, DE 10349339, DE 10 2007 020 239, DE 10 2007 028 547, DE 10 2007 028 548). Letztere Variante ist energetisch und ökonomisch klar bevorteilt (P. Rudolph, *J. Crystal Growth* 310 (2008) 1298). Erst seit 2009 wird der Einsatz solcher kombinierten Heizer-Magnet-Module bei der Kristallisation von Solarsilizium in rechteckigen Containern analysiert (N. Dropka, *J. Crystal Growth* 312 (2010) 1407; M. Zschorsch et al., 3rd In-

tern. Workshop an Crystalline Silicon Solar Cells, Sintef/NTNU, Trondheim 2009, p. 1; electronic release).

[0007] Vorgeschlagen wird auch die Si-Kristallisation unter Einwirkung magnetischer Wechselfelder, die in einer separaten spulenmäßigen Anordnung um eine Isolation außerhalb des Heizers aber noch innerhalb des Kessels angebracht ist (WO 2007/148988 A1).

[0008] In letzter Zeit werden besonders in metallurgischen Prozessen Magnetfelder zunehmend auch zur Fernhaltung von Schwimmpartikeln von der kristallisierenden Phasengrenze und Anhäufung in weniger kritischen Gebieten, wie an der Schmelzoberfläche oder Containerwandung verwendet (Proceedings 6th Int. Conf. an Electromagnetic Processing of Materials, EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf, 2009). Seit kurzem wird auch der Einsatz von TMF zur SiC- und Si₃N₄-Partikelseparation bei der Kristallisation von Silizium diskutiert (K. Dadzis et al., in Proc. EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf 2009, p. 887). Nachteilig ist jedoch, dass bei Verwendung eines üblichen seitlich einkoppelnden Wanderfeldes ein Strömungstoroid entsteht, der je nach Feldrichtung entweder an der Wand oder im Zentrum abwärts verlaufende Strömungen ausbildet, die die Partikel zur Phasengrenze hin mitnehmen können. Außerdem häufen sich bekanntlich im zentralen Ruhegebiet („Totwasserzone“) zwischen den Konvektionsrollen die Schwimmpartikel an (M. Kirpo et al., in Proc. EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf 2009, p. 553), weshalb sie nach unten sinken und somit im Zentrum der Phasengrenze nach wie vor sedimentieren können. Eine Übersicht über die aktuellen Möglichkeiten zur Beeinflussung des Fremdstoffeinbaus durch Durchmischung der Schmelzvolumina mittels Rotation, Vibration oder mittels um den Kristallisationscontainer außen herum erzeugter instationärer Magnetfelder liefert der Artikel von P. Rudolph, K. Kakimoto, MRS Bulletin Vol. 34, No. 4 (2009) 251. Die bisherigen Methoden beschränken sich auf eine homogenere Durchmischung der Schmelze, bieten jedoch keine Möglichkeit Gasbläschen genügend lange an der Schmelzoberfläche verweilen zu lassen und dort zu verdampfen. Ferner besteht bisher keine Möglichkeit Schwimmpartikel im Deckenbereich der Schmelze festzuhalten.

[0009] Es besteht daher der Bedarf nach einem Kristallisationsverfahren, bei dem mit Hilfe von magnetischen Wanderfeldern, die in Heizer-Magnet-Modulen in unmittelbarer Nähe der Schmelze erzeugt werden, eine intensive homogene Durchmischung entsteht, um die Diffusionsgrenzschicht an der festflüssig-Phasengrenze gleichmäßig abzubauen. Gleichzeitig soll die Lösung eine solche Strömungsform erzeugen, mit der Fremdpartikel von der wandernden Kristallisationsfront bis hin zur finalen Erstarrung der Restschmelze stabil ferngehalten werden. Ziel eines

solchen Kristallisationsverfahrens ist die Fernhaltung und damit Verhinderung des Einbaus von Fremdpartikeln an der fest/flüssig-Phasengrenze, wie Präzipitaten und Einschlüssen aus Fremdphasen, sowie Gasbläschen, um dadurch eine hohe Materialhomogenität und -ausbeute frei von Quellen für Versetzungsbildung und elektrischen Kurzschlüssen zu erzielen.

Zusammenfassung der Erfindung

[0010] Eines oder mehrere der angesprochenen Probleme lassen sich mit Hilfe des erfindungsgemäßen Kristallisationsverfahrens beziehungsweise der erfindungsgemäßen Kristallisationsanlage beheben oder zumindest mindern.

[0011] Ein erster Aspekt der Erfindung liegt in der Bereitstellung eines verbesserten Kristallisationsverfahrens zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist. Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst die Verfahrensschritte:

- (i) Bereitstellen einer Kristallisationsanlage mit
 - einem Container zur Aufnahme einer Schmelze des Materials;
 - einem Heizer-Magnet-Modul, das den Container umschließt, drei oder mehr spulenförmige Seitenabschnitte sowie zwei oder mehr spiralförmige Deckenabschnitte aufweist; und
 - einer Steuer- und Stromversorgungseinheit, mit der jeder Seiten- und Deckenabschnitt separat mit einer vorgebbaren Stromstärke und Phasenverschiebung belegbar ist;
- (ii) Beschicken des Containers mit dem zu verarbeitendem Material und Schmelzen des Materials mit Hilfe des Heizer-Magnet-Moduls;
- (iii) Nach Erreichen des Schmelzzustandes, Einleiten der Kristallisation vom Boden des Containers durch Abkühlen der Schmelze; und
- (iv) Während der Kristallisation, Erzeugen eines von unten nach oben laufenden magnetischen Wanderfelds in den Seitenabschnitten und eines von außen nach innen laufenden magnetischen Wanderfelds in den Deckenabschnitten, derart, dass eine kreisförmige Wirbelströmung an der Schmelzoberfläche erzeugt wird.

[0012] In den Seitenabschnitten wird demnach ein aufwärts laufendes Wanderfeld eingestellt, wobei der Phasenwinkel nach oben hin abnimmt, um eine Umlenkung der vertikalen Lorentzkraft in die horizontale zu erzeugen. Eine solche Richtung der Lorentzkraft ist vorteilhaft, um die Partikel von der Phasengrenze nach oben hin abzutransportieren. In den Spiralabschnitten des Deckenheizermagnets wird die Wanderfeldrichtung von außen zum Zentrum hin verlaufend eingestellt. Dadurch richten sich die hier erzeugten Lorentzkraft orthogonal vom Containerrand zum Zentrum hin. Im Ergebnis ergibt sich eine kreis-

förmige Wirbelströmung in der Mitte der Schmelzoberfläche und die Partikel werden in diese Kreisbahn geleitet. Wenn die Lorentzkraftdichte hinreichend stark ist ($F_L \sim F_{\text{Auftrieb}}$ in Wandnähe, $F_L \gg F_{\text{Auftrieb}}$ im Kontaktbereich der Schmelzoberfläche und Tiegel), was durch die Nähe des Heizer-Magneten insbesondere im Deckenbereich garantiert ist, werden alle Schwimmpartikel mit Dichten größer als die der Schmelze durch die wirkenden Zentrifugalkräfte in Richtung des oberen Containerinnenrandes getrieben, ohne dass die Form der Phasengrenze festflüssig durch die angelegten Lorentzkräfte gefährdet wird. Wegen der hier existierenden Aufwärtsströmung verbleiben sie während des Kristallisationsprozesses in diesem Bereich und damit weit von der Phasengrenze entfernt. Auch Gasbläschen verbleiben genügend lange in diesem Wirbel und können dadurch effektiv an der freien Schmelzoberfläche verdampfen. Das vorliegende Verfahren bietet somit neben der Beeinflussung der Durchmischung den Vorteil, Schwimmpartikel und/oder Gasbläschen gezielt in eine kontrollierte Verweilbahn an der Schmelzoberfläche, also in einem für den Züchtungsprozess unkritischen Bereich zu transportieren und dort in einem Gebiet geringer Höhe festzuhalten beziehungsweise im Falle der Gasbläschen für ein langfristig effektives Verdampfen zu sorgen.

[0013] Es hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn die Seiten- und Deckenabschnitte mit Wanderfeldfrequenzen im Bereich von 10 bis 30 Hz gespeist werden.

[0014] Weiterhin ist vorteilhaft, insbesondere in Kombination mit vorgenannter bevorzugter Ausführungsform, wenn ein Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten von unten nach oben abnimmt. Insbesondere weist der Phasenwinkel zwischen den beiden obersten Seitenabschnitten einen Wert im Bereich von 10° bis 30° auf und alle weiteren Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten weisen einen Wert im Bereich von 80° bis 100° auf. Bis auf den Phasenwinkel zwischen den beiden obersten Seitenabschnitten weisen alle Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten vorzugsweise einen konstanten Wert auf.

[0015] Ferner ist bevorzugt, insbesondere in Kombination mit vorgenannten bevorzugten Ausführungsformen, wenn die Phasenwinkel zwischen den Deckenabschnitten konstant sind. Insbesondere weisen die Phasenwinkel zwischen den Deckenabschnitten einen Wert im Bereich von 70° bis 120° auf.

[0016] Schließlich ist vorteilhaft, insbesondere in Kombination mit vorgenannten bevorzugten Ausführungsformen, wenn die Stromstärken in den Seitenabschnitten um 50% oder mehr oberhalb der Stromstärken in den Deckenabschnitten liegen.

[0017] Ein weiterer Aspekt der Erfindung liegt in der Bereitstellung einer Kristallisationsanlage zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist, mit der das vorangehend beschriebene Kristallisationsverfahren durchführbar ist. Die Kristallisationsanlage umfasst:

- einem Container zur Aufnahme einer Schmelze des Materials;
- einem Heizer-Magnet-Modul, das den Container umschließt, drei oder mehr spulenförmige Seitenabschnitte sowie zwei oder mehr spiralförmige Deckenabschnitte aufweist; und
- einer Steuer- und Stromversorgungseinheit, mit der jeder Seiten- und Deckenabschnitt separat mit einer vorgebbaren Stromstärke und Phasenverschiebung belegbar ist, wobei die Steuer- und Stromversorgungseinheit ausgelegt ist, ein von unten nach oben laufendes magnetisches Wanderfeld in den Seitenabschnitten und ein von außen nach innen laufendes magnetisches Wanderfeld in den Deckenabschnitten zu erzeugen.

[0018] Der Container und das Heizer-Magnet-Modul weisen vorzugsweise eine rechteckige Grundform auf. Der Heizer kann beispielsweise als Bodenheizer und/oder Deckenspiralheizer ausgelegt sein. Die Kristallisationsanlage kann einen über dem Bodenheizer angeordneten Kühler umfassen, mit dem nach Erreichen des Schmelzzustandes die Kristallisation vom Boden des Containers einleitbar ist. Das Einleiten der Kristallisation kann jedoch auch durch eine geeignete Temperaturregelung der Seitenabschnitte und/oder des Bodenheizers realisiert werden.

[0019] Ferner ist vorteilhaft, wenn die Deckenabschnitte auf gleicher Höhe mit dem obersten Seitenabschnitt im Heizer-Magnet-Modul angeordnet sind.

[0020] Schließlich ist bevorzugt, wenn das Heizer-Magnet-Modul drei bis sechs spulenförmige Seitenabschnitte sowie zwei bis 4 spiralförmige Deckenabschnitte aufweist.

Kurzbeschreibung der Figuren

[0021] Die Erfindung wird im Folgenden anhand von Zeichnungen und eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

[0022] Fig. 1 eine schematische Darstellung des gerichteten Kristallisationsvorganges einer Schmelze in einem rechteckigen Container innerhalb eines Heizer-Magnet-Moduls;

[0023] Fig. 2 eine dreidimensionale numerische Berechnung der Verteilung der Lorentzkraftvektoren in einer Schmelze mit einem quadratischem Querschnitt von $80 \times 80 \text{ cm}^2$ bei aufwärts wanderndem TMF; und

[0024] Fig. 3 eine dreidimensionale numerische Berechnung der Strömung mit Wirbelbildung im oberen Gebiet der Schmelze.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

[0025] Für das Verfahren wird ein den Züchtungscontainer 5 umschließendes Heizer-Magnet-Modul entsprechend Fig. 1 benutzt, das aus einer Seitenspule aus Graphit mit vier Spulenabschnitten 1a...1d und einer Deckenspirale aus Graphit mit drei Abschnitten 2a...2c besteht. Die Position der Deckenspirale 2a...2c ist derart über der Schmelzoberfläche gewählt, dass sie sich wie die Schmelzoberfläche auf der Höhe des oberen Spulenabschnitts 1a befindet.

[0026] Die Abschnitte 1a...1d und 2a...2c sind jeweils miteinander elektrisch in Sternschaltung kontaktiert, so dass jeder Spulen- bzw. Spiralenabschnitt separat mit einer bestimmten Stromstärke und Phasenverschiebung belegt werden kann. Außerdem existiert ein Bodenheizer 3 aus Graphit mit einem darüber befindlichen Kühler 4, der von einem Kühlmedium durchflossen ist und nach Erreichen des Schmelzzustandes (Schmelze 6) die Abkühlung und damit die Kristallisation der festen Phase 7 mit einer wandernden fest/flüssig-Phasengrenze 8 vom Boden her einleitet. Für die Erzeugung der Joule'schen Wärme und Aufrechterhaltung eines konstanten vertikalen Temperaturgradienten während des gesamten Erstarrungsvorganges werden Bodenheizer, Seiten- und Deckenspulen mit aufeinander abgestimmten zeitlich programmierbaren Gleichströmen gespeist.

[0027] Die magnetische Wanderfelder werden in den Seiten- und Deckenabschnitten 1a...1d, 2a...2c mittels ebenfalls programmierbaren Wechselströmen mit Phasenversätzen generiert, wobei die dafür benötigte Leistung unter den für die Joule'sche Wärme erforderlichen Leistung bleibt, um keine zusätzliche Überwärme zu produzieren. In den Seitenabschnitten 1a...1d wird ein aufwärts laufendes Wanderfeld eingestellt, wobei der Phasenwinkel nach oben hin abnimmt, um eine Umlenkung der vertikalen Lorentzkraft in die horizontale zu erzeugen. Eine solche Richtung der Lorentzkräfte ist vorteilhaft, um die Partikel von der Phasengrenze 8 nach oben hin abzutransportieren. In den Deckenabschnitten 2a...2c des Heizer-Magnet-Moduls wird die Wanderfeldrichtung von außen zum Zentrum hin verlaufend eingestellt. Dadurch richten sich die hier erzeugten Lorentzkräfte orthogonal vom Containerrand zum Zentrum hin.

[0028] Fig. 2 illustriert eine dreidimensionale numerische Berechnung der Verteilung der Lorentzkraftvektoren in einer Schmelze mit einem quadratischem Querschnitt von $80 \times 80 \text{ cm}^2$ bei aufwärts wanderndem TMF in den vier Seitenabschnitten 1a...d mit einem Phasenwinkel von 20° zwischen den Sektionen 1a und 1b und 90° zwischen den Abschnitten 1b, 1c

und 1d sowie nach innen wanderndem TMF in den Deckenabschnitten 2a...2c mit einem Phasenwinkel von 80° zwischen den Abschnitten 2a, 2b und 2c.

[0029] Im Ergebnis ergibt sich eine kreisförmige Wirbelströmung in der Mitte der Schmelzoberfläche (Fig. 3: eine dreidimensionale numerische Berechnung der Strömung mit Wirbelbildung im oberen Gebiet der Schmelze für die Wanderfeldparameter: Frequenz 20 Hz, Phasenwinkel wie zuvor angeführt) und die Partikel werden in diese Kreisbahn geleitet. Wenn die Lorentzkraftdichte hinreichend stark ist ($F_L \sim F_{\text{Auftrieb}}$ in Wandnähe, $F_L \gg F_{\text{Auftrieb}}$ im Kontaktbereich der Schmelzoberfläche und Tiegel), was durch die Nähe des Heizer-Magneten, insbesondere im Deckenbereich garantiert ist, werden alle Schwimmpartikel durch die wirkenden Zentrifugalkräfte an in Richtung des oberen Containerinnenrandes getrieben, ohne dass die Form der Phasengrenze fest/flüssig durch die angelegten Lorentzkräfte gefährdet wird. Wegen der hier existierenden Aufwärtsströmung verbleiben sie während des Kristallisationsprozesses in diesem Bereich und damit weit von der Phasengrenze entfernt. Auch Gasbläschen verbleiben genügend lange in diesem Wirbel und können dadurch effektiv an der freien Schmelzoberfläche verdampfen.

[0030] Eine optimale Parameterwahl der Wechselfelder wurde mit Hilfe der globalen numerischen 3D-Modellierung gefunden. Zunächst wurden die Stromstärken in den Seitenabschnitten um wenigstens 50% höher als in den Deckenspiralen eingestellt, um eine starke vertikal gerichtete Lorentzkraft an der Containerinnenwand zu erzielen. Mit dem Ziel der Erzeugung einer relativ weit in die Schmelze reichenden Skintiefe und einer vertikal ausgerichteten Lorentzkraft entlang der Tiegelwände wurde die Feldfrequenz in Seiten- und Deckenabschnitten 1a...1d, 2a...2c auf 10 bis 30 Hz, insbesondere 20 Hz eingestellt. Der Phasenwinkel zwischen den Abschnitten 1a und 1b wurde auf 10° bis 30° , insbesondere 20° , festgelegt, jener zwischen den Abschnitten 1b-1c-1d auf 80° bis 100° , insbesondere 90° . Zwischen den Deckenabschnitten 2a-2c wurde ein Phasenwinkel von 70° bis 120° , insbesondere 80° , gewählt. Als Resultat ergibt sich der sehr günstige Strömungszustand eines Kreiswirbels in Nähe der Schmelzoberfläche (Fig. 3), der zudem eine sehr effektive Durchmischung speziell der mit Verunreinigungen angereicherten finalen Schmelzvolumina garantiert.

ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 10349339 [0006]
- DE 102007020239 [0006]
- DE 102007028547 [0006]
- DE 102007028548 [0006]
- WO 2007/148988 A1 [0007]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- K. Nakajima, N. Usami (Eds.), Crystal Growth of Si for Solar Cells, Springer, Berlin, Heidelberg 2009 [0003]
- J. C. Brice, P. Rudolph, Crystal Growth in: Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. 10, Wiley-VCH, Weinheim 2003 and 2007, p. 47–98 [0003]
- K. -Th. Wilke, J. Bohm, Kristallzüchtung, Vlg. Harri Deutsch-Thun, Frankfurt/M., 1988 [0004]
- T. Buonassisi et al., J. Crystal Growth 287 (2006) 402; Liu et al., J. Crystal Growth 310 (2008) 2192 [0004]
- F. Rosenberger, Fundamentals of Crystal Growth I, Springer, Berlin 1979 [0005]
- S. Eckert et al., Int. J. Cast Metals Res. 22 (2009) 78 [0005]
- R. Lantzsch et al., J. Crystal Growth 305 (2007) 249 [0006]
- Ch. Frank-Rutsch, P. Rudolph, J. Crystal Growth 311 (2009) 2294 [0006]
- P. Rudolph, J. Crystal Growth 310 (2008) 1298 [0006]
- N. Dropka, J. Crystal Growth 312 (2010) 1407 [0006]
- M. Zschorsch et al., 3rd Intern. Workshop an Crystalline Silicon Solar Cells, Sintef/NTNU, Trondheim 2009, p. 1; [0006]
- Proceedings 6th Int. Conf. an Electromagnetic Processing of Materials, EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf, 2009 [0008]
- K. Dadzis et al., in Proc. EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf 2009, p. 887 [0008]
- M. Kirpo et al., in Proc. EPM 2009, FZ Dresden-Rossendorf 2009, p. 553 [0008]
- P. Rudolph, K. Kakimoto, MRS Bulletin Vol. 34, No. 4 (2009) 251 [0008]

Patentansprüche

1. Kristallisationsverfahren zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist, umfassend die Verfahrensschritte:

- (i) Bereitstellen einer Kristallisationsanlage mit
 - einem Container (5) zur Aufnahme einer Schmelze des Materials;
 - einem Heizer-Magnet-Modul, das den Container umschließt, drei oder mehr spulenförmige Seitenabschnitte (1a...1d) sowie zwei oder mehr spiralförmige Deckenabschnitte (2a...2c) aufweist; und
 - einer Steuer- und Stromversorgungseinheit, mit der jeder Seiten- und Deckenabschnitt (1a...1d, 2a...2c) separat mit einer vorgebbaren Stromstärke und Phasenverschiebung belegbar ist;
- (ii) Beschicken des Containers (5) mit dem zu verarbeitendem Material und Schmelzen des Materials mit Hilfe des Heizer-Magnet-Moduls;
- (iii) Nach Erreichen des Schmelzzustandes, Einleiten der Kristallisation vom Boden des Containers (5) durch Abkühlen der Schmelze; und
- (iv) Während der Kristallisation, Erzeugen eines von unten nach oben laufenden magnetischen Wanderfelds in den Seitenabschnitten (1a...1d) und eines von außen nach innen laufenden magnetischen Wanderfelds in den Deckenabschnitten (2a...2c), derart, dass eine kreisförmige Wirbelströmung an der Schmelzoberfläche erzeugt wird.

2. Kristallisationsverfahren nach Anspruch 1, bei dem die Seiten- und Deckenabschnitte (1a...1d, 2a...2c) mit Wanderfeldfrequenzen im Bereich von 10 bis 30 Hz gespeist werden.

3. Kristallisationsverfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem ein Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten (1a...1d) von unten nach oben abnimmt.

4. Kristallisationsverfahren nach Anspruch 3, bei dem der Phasenwinkel zwischen den beiden obersten Seitenabschnitten (1a, 1b) einen Wert im Bereich von 10° bis 30° aufweist und alle weiteren Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten (1b...1d) einen Wert im Bereich von 80° bis 100° aufweisen.

5. Kristallisationsverfahren nach Anspruch 4, bei dem bis auf den Phasenwinkel zwischen den beiden obersten Seitenabschnitten (1a, 1b) alle Phasenwinkel zwischen den Seitenabschnitten (1b...1d) einen konstanten Wert aufweisen.

6. Kristallisationsverfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Phasenwinkel zwischen den Deckenabschnitten (2a...2c) konstant sind.

7. Kristallisationsverfahren nach Anspruch 6, bei dem die Phasenwinkel zwischen den Deckenab-

schnitten (2a...2c) einen Wert im Bereich von 70° bis 120° aufweisen.

8. Kristallisationsverfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Stromstärken in den Seitenabschnitten (1a...1d) um 50% oder mehr oberhalb der Stromstärken in den Deckenabschnitten (2a...2c) liegen.

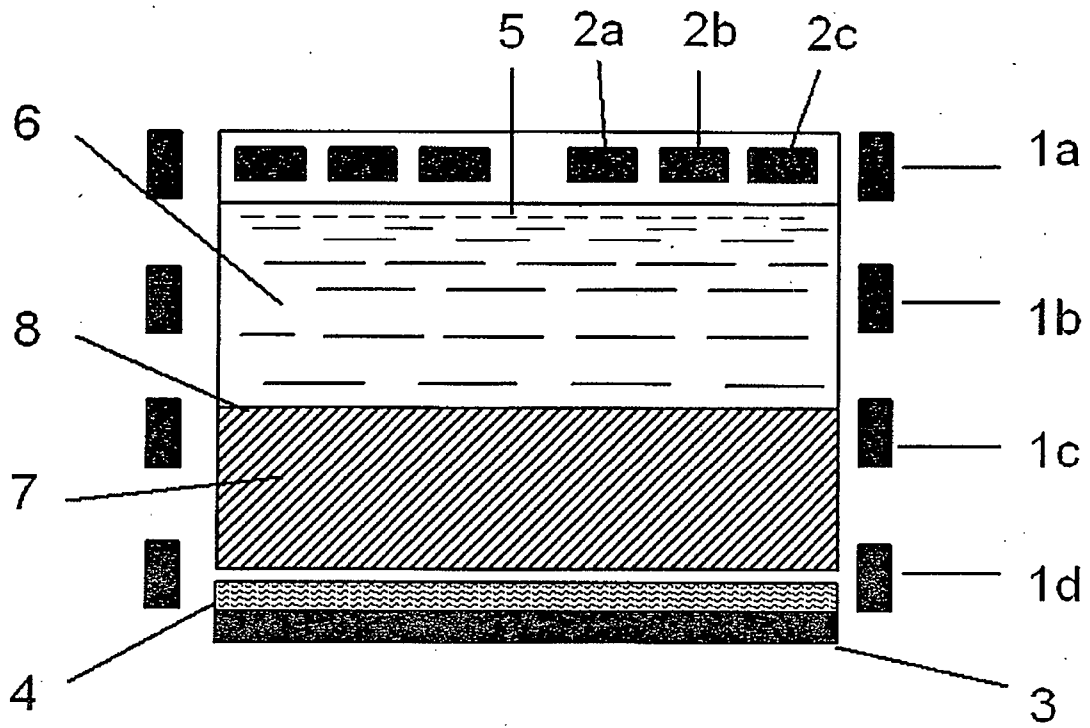
9. Kristallisationsanlage zur Herstellung eines Blocks aus einem Material, dessen Schmelze elektrisch leitend ist, umfassend:

- einem Container (5) zur Aufnahme einer Schmelze des Materials;
- einem Heizer-Magnet-Modul, das den Container umschließt, drei oder mehr spulenförmige Seitenabschnitte (1a...1d) sowie zwei oder mehr spiralförmige Deckenabschnitte (2a...2c) aufweist; und
- einer Steuer- und Stromversorgungseinheit, mit der jeder Seiten- und Deckenabschnitt (1a...1d, 2a...2c) separat mit einer vorgebbaren Stromstärke und Phasenverschiebung belegbar ist, wobei die Steuer- und Stromversorgungseinheit ausgelegt ist, ein von unten nach oben laufendes magnetisches Wanderfeld in den Seitenabschnitten (1a...1d) und ein von außen nach innen laufendes magnetisches Wanderfeld in den Deckenabschnitten (2a...2c) zu erzeugen.

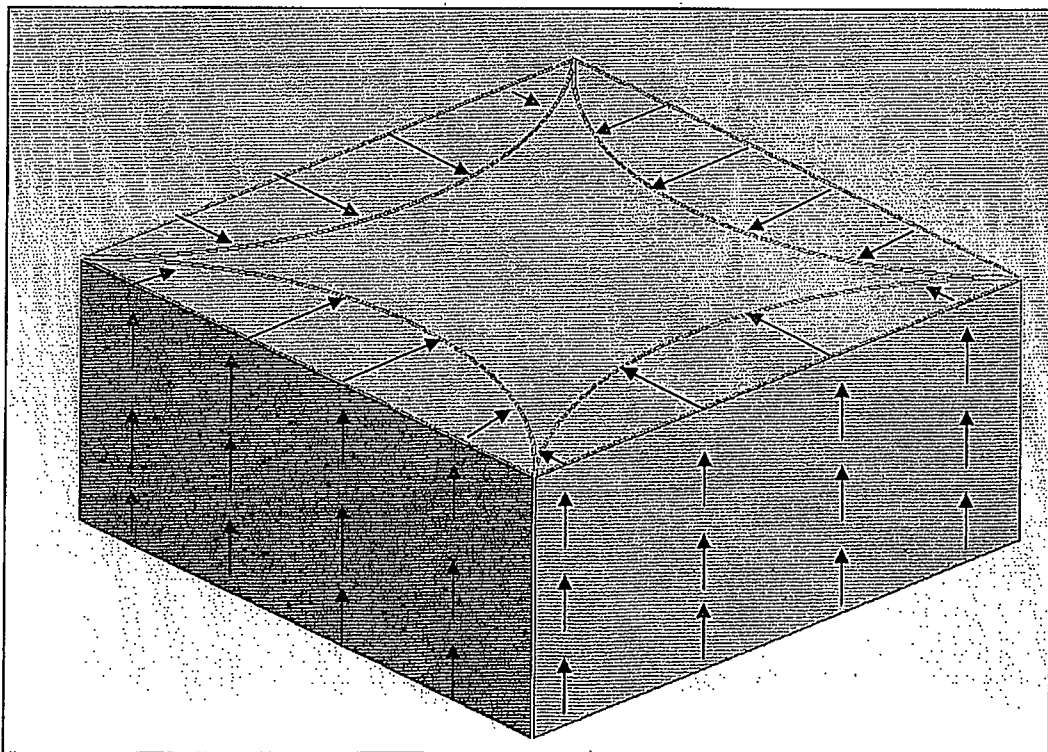
10. Kristallisationsanlage nach Anspruch 9, bei der die Deckenabschnitte (2a...2c) auf gleicher Höhe mit dem obersten Seitenabschnitt (1a) im Heizer-Magnet-Modul angeordnet sind.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

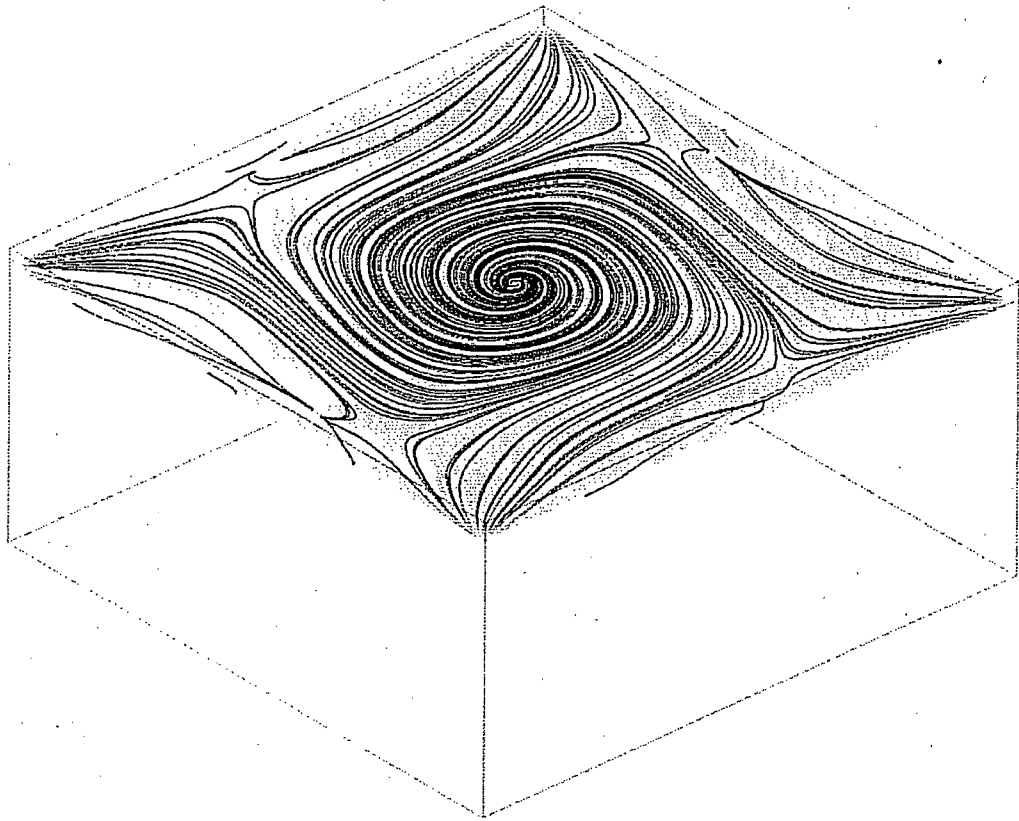
Anhängende Zeichnungen



Figur 1



Figur 2



Figur 3