



(51) МПК
C01B 33/037 (2006.01)
C01B 33/02 (2006.01)
C30B 11/00 (2006.01)
C30B 29/06 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014147958/05, 27.11.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 27.11.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 27.11.2014

(45) Опубликовано: 20.10.2015 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: US 2007077191 A1, 05.04.2007. RU
 2415080 C2, 27.03.2011. RU 2159213 C2,
 20.11.2000. RU 2127707 C1, 20.03.1999

Адрес для переписки:

660111, г. Красноярск, ул. Пограничников, 37,
 стр. 1, ООО "РУСАЛ ИТЦ", начальнику ПИО
 С.А. Пановой

(72) Автор(ы):

Ёлкин Дмитрий Константинович (RU),
 Кошкин Сергей Валентинович (RU),
 Голосеев Сергей Иванович (RU),
 Пеганов Михаил Владиславович (RU),
 Дресвянский Дмитрий Викторович (RU),
 Молякко Антон Алексеевич (RU),
 Ёлкин Константин Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью
 "Объединенная Компания РУСАЛ
 Инженерно-технологический центр" (RU)

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ТЕХНИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии, а именно к получению металлов и сплавов в руднотермических электропечах, и может быть использовано в производстве технического кремния при его очистке от примесей. Для очистки технического кремния от примесей, в частности от железа, производят расплавление шихты в тигле, разливку кремния и направленную кристаллизацию расплава для оттеснения примесей, при этом перед разливкой

кремния определяют содержание в нем железа, а разливку и кристаллизацию кремния ведут в предварительно прогретых до температуры 400-600°C наклонных изложницах, угол наклона которых относительно горизонта в интервале 0-90° определяют по формуле: $\Phi=400 \cdot Fe$, где Φ - угол наклона изложницы, град., Fe - содержание железа в кремнии перед разливкой, мас. %. Изобретение позволяет получить кремний с содержанием железа менее 0,20 мас. %. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 33/037 (2006.01)
C01B 33/02 (2006.01)
C30B 11/00 (2006.01)
C30B 29/06 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2014147958/05, 27.11.2014**

(24) Effective date for property rights:
27.11.2014

Priority:

(22) Date of filing: **27.11.2014**

(45) Date of publication: **20.10.2015** Bull. № **29**

Mail address:

660111, g. Krasnojarsk, ul. Pogranichnikov, 37, str. 1, OOO "RUSAL ITTs", nachal'niku PIO S.A. Panovoj

(72) Inventor(s):

**Elkin Dmitrij Konstantinovich (RU),
Koshkin Sergej Valentinovich (RU),
Goloseev Sergej Ivanovich (RU),
Peganov Mikhail Vladislavovich (RU),
Dresvjanskij Dmitrij Viktorovich (RU),
Moljavko Anton Alekseevich (RU),
Elkin Konstantin Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju
"Ob"edinennaja Kompanija RUSAL Inzhenerno-
tekhnologicheskij tsentr" (RU)**

(54) **PURIFICATION OF INDUSTRIAL SILICON**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: removal of impurities from industrial silicon, in particular, of iron comprises fusing the charge in the crucible, silicon teeming and melt crystallization for pushing off of impurities. Prior to teeming iron content in silicon is defined. Teeming and crystallization are performed in inclined crucibles preheated to 400-600°C. The inclination angle of said crucibles relative

to horizon in the range of 0-90 degrees is defined by the formula $\Phi = 400 \cdot Fe$, where Φ is said inclination angle, degrees, Fe is iron content in silicon before teeming, wt %. Invention allows the production of silicon with iron content lower than 0.20 wt %.

EFFECT: higher purification degree.

2 tbl

RU 2 565 198 C1

RU 2 565 198 C1

Изобретение относится к области металлургии, а именно к получению металлов и сплавов в руднотермических электропечах, и может быть использовано в производстве технического кремния.

5 Известен способ получения технического кремния, включающий в себя дозирование кварца или кварцита, углеродистых восстановителей, загрузку их в электрическую печь, карботермическое восстановление кремния, выпуск расплава из печи и окислительное рафинирование (очистка) от примесей (алюминия, кальция) и разливку кремний на слитки (Елкин К.С., Зельберг Б.И. и др. Производство кремния. Справочник металлурга. СПб.: МАНЭБ, 2013, 364 с.).

10 В процессе производства технического кремния часть оксидов металлов (железа, алюминия, кальция), вносимых кварцитом и золой восстановителей, восстанавливается и переходит в расплав. Наличие в расплаве кремния посторонних металлов ухудшает его качество и потребительские свойства. Такие металлы, как алюминий и кальций, удаляются из расплава при окислительном рафинировании, но менее активные металлы, такие как железо, титан, окислительным рафинированием не удаляются.

Наиболее близким аналогом к предлагаемому изобретению является способ вакуумной очистки кремния, известный из заявки US 2007077191 A1, опубл. 05.04.2007.

Способ включает расплавление шихты в тигле с использованием электронно-лучевого нагрева и выдержку расплава для удаления примесей, при этом процесс осуществляют в три стадии. На первой стадии в вакуумную камеру вводят окислители, например пары воды, для удаления примесей, упругость паров которых ниже упругости паров кремния. В результате эти примеси образуют соединения с высокой упругостью паров, удаляемые на этом этапе процесса. Затем в глубоком вакууме удаляют примеси, имеющие упругость паров выше, чем упругость паров кремния, а на третьей стадии проводят направленную кристаллизацию расплава для отгеснения примесей, например металлов, в последнюю часть кристаллизуемого объема, которую затем удаляют.

Недостатком данного способа являются высокие энергозатраты на проведение процесса очистки кремния от примесей.

В основу изобретения положена задача повышения качества кремния.

30 При этом техническим результатом является получения кремния с содержанием железа менее 0,20 мас. %.

Технический результат достигается за счет того, что в способе, включающем расплавление шихты в тигле, разливку кремния и направленную кристаллизацию расплава для отгеснения примесей, перед разливкой кремния определяют содержание в нем железа, а разливку и кристаллизацию кремния ведут в предварительно прогретых наклонных изложницах, угол наклона которых относительно горизонта в интервале 0-90° определяют по формуле:

$$\Phi = 400 \cdot Fe,$$

где:

40 Φ - угол наклона изложницы, град.;

Fe - содержание железа в кремнии перед разливкой, мас. %.

Для увеличения выхода кремния с минимальным содержанием железа, изложницы перед разливкой кремния прогревают до температуры 400-600°C.

Способ осуществляется следующим образом.

45 В собранную из огнеупорных блоков изложницу после завершения процесса рафинирования и определения содержания железа заливают жидкий кремний, по окончании кристаллизации слиток извлекают из изложницы, определяют содержание железа по высоте слитка и сортируют по маркам.

Для предотвращения получения кремния с высоким содержанием железа в кремнии, более 0,5 мас. %, за счет ликвации в слитке, изменяли величину столба жидкого кремния в изложнице за счет наклона изложницы. Угол наклона определяли по формуле:

$\Phi = k \cdot Fe$, где:

Φ - угол наклона изложницы, град.;

$k=400$ - коэффициент пропорциональности, определенный статистическими методами;

Fe - содержание железа в кремнии перед разливкой, мас. %.

Полученные результаты разливки кремния в наклонные изложницы приведены в таблице 1.

Таблица 1

Показатели	Значения показателей					
Fe, перед разливкой , мас. %	0,22	0,25	0,28	0,30	0,35	0,38
Угол наклона изложницы, град.	88	80	68	60	50	28
Выход кремния с содержанием железа менее 0,2 мас. %, мас. %	28,2	26,7	24,8	23,6	21,8	20,9

Для увеличения выхода целевой марки кремния с минимальным содержанием железа предварительно перед разливкой кремния изложницы прогревали. Результаты испытаний представлены в таблице 2.

Таблица 2

Варианты	Содержание железа в кремнии до разливки, масс. %	Выход кремния с содержанием железа менее 0,2 мас. %, мас. %			
		Без прогрева изложницы	Температура прогрева изложницы, °С		
			200	400	600
1	0,40	10,4	-	-	-
2	0,42	9,2	-	-	-
3	0,40		11,7		
4	0,38		13,1		
5	0,42			30,4	
6	0,34			35,1	
7	0,38				36,4
8	0,40				32,3

При прогреве изложницы ниже 400°С наблюдается незначительное увеличение количества кремния марки до 0,20 мас. % железа, при прогреве выше 400°С выход кремния высшей марки увеличивается. Оптимальной температурой прогрева изложницы перед разливкой является температура 400-600°С, что соответствует максимальному получению марки кремния с минимальным содержанием железа. При температуре больше 600°С стальное обрамление футеровки изложниц теряет прочность, что приводит к выходу изложницы из строя.

Формула изобретения

Способ очистки технического кремния, включающий расплавление шихты в тигле, разливку кремния и направленную кристаллизацию расплава для оттеснения примесей, отличающийся тем, что перед разливкой кремния определяют содержание в нем железа, а разливку и кристаллизацию кремния ведут в предварительно прогретых до температуры 400-600°C наклонных изложницах, угол наклона которых относительно горизонта в интервале 0-90° определяют по формуле:

$\Phi = 400 \cdot Fe$, где:

Φ - угол наклона изложницы, град.;

Fe - содержание железа в кремнии перед разливкой, мас. %.