



Università degli Studi di Padova  
Facoltà di Ingegneria Industriale

---

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria  
dell'Energia Elettrica

Tesi di laurea magistrale

# Forno iDSS sperimentale: test sperimentali e aggiornamento del design termico

Candidato:  
Luca Borasca  
Matricola 1066165

Relatore:  
Prof. Ing Michele Forzan

Correlatore:  
Ing. Nicola Sempreboni

Anno Accademico 2015–2016



# Indice

<b>1</b>	<b>Introduzione</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Mercato del fotovoltaico</b>	<b>3</b>
2.1	Europa . . . . .	5
2.2	Italia . . . . .	6
<b>3</b>	<b>Celle fotovoltaiche</b>	<b>9</b>
3.1	Silicio cristallino . . . . .	10
3.2	Silicio amorfo . . . . .	11
3.3	Celle fotovoltaiche a film sottile . . . . .	12
3.3.1	Tellururo di cadmio . . . . .	13
3.3.2	CIGS . . . . .	13
3.4	Semiconduttori organici . . . . .	14
<b>4</b>	<b>Produzione del silicio</b>	<b>17</b>
4.1	Produzione del Silicio di grado metallico . . . . .	18
4.2	Produzione del poli-silicio . . . . .	19
4.2.1	Processo Siemens . . . . .	19
4.2.2	Processo Union Carbide Komatsu . . . . .	21
4.2.3	Processo Ethyl Corporation . . . . .	21
4.3	Crescita del cristallo . . . . .	22
4.3.1	Metodo Czochralski . . . . .	22
4.3.2	Metodo Floating zone . . . . .	24
4.3.3	Solidificazione Direzionale (DS) . . . . .	24
<b>5</b>	<b>Forno iDSS</b>	<b>27</b>
5.1	Sistema di raffreddamento . . . . .	29
5.2	Sistema per il vuoto . . . . .	30
5.3	Sistema di misura . . . . .	31
5.4	Interfaccia uomo-macchina HMI . . . . .	32
5.4.1	Sistema meccanico . . . . .	32
5.4.2	Fase di pulizia della camera . . . . .	33
5.4.3	Fase di riscaldamento . . . . .	34
5.5	Processo DS . . . . .	35

<b>6</b>	<b>Prove sperimentali</b>	<b>37</b>
6.1	TEST 1: Obiettivo 700°C . . . . .	37
6.2	TEST 2: Obiettivo 900°C . . . . .	41
6.3	TEST 3: Obiettivo 1500°C . . . . .	44
6.4	TEST 4: Obiettivo 1500 °C con rampa di 300 °C/h . . . . .	51
6.5	TEST 5: Obiettivo fondere 2 kg di Silicio . . . . .	53
<b>7</b>	<b>Aggiornamento del design termico</b>	<b>63</b>
7.1	Descrizione del nuovo sistema G1 . . . . .	64
7.2	Geometria . . . . .	67
	7.2.1 Componenti esistenti . . . . .	67
	7.2.2 Componenti progettati per il forno G1 . . . . .	68
7.3	Materiali . . . . .	71
7.4	Simulazione con sistema a freddo . . . . .	75
	7.4.1 STUDIO A . . . . .	76
	7.4.2 STUDIO B . . . . .	78
	7.4.3 STUDIO C . . . . .	80
	7.4.4 STUDIO D . . . . .	82
7.5	Simulazione con sistema a caldo . . . . .	84
7.6	Conclusioni . . . . .	87
<b>8</b>	<b>Conclusioni</b>	<b>89</b>

# Elenco delle figure

2.1	Evoluzione della capacità globale cumulativa installata dal 2000 al 2014 [Fonte: EPIA] . . . . .	3
2.2	Scenari futuri del mercato fotovoltaico fino al 2019 [Fonte: EPIA] . . . . .	4
2.3	Evoluzione della capacità di fotovoltaico installata dal 2000 al 2014 [Fonte: EPIA] . . . . .	5
2.4	Contributo fotovoltaico alla domanda di energia elettrica [Fonte: IEA PVPS] . . . . .	5
2.5	L'irraggiamento solare in Italia nel 2014 [Fonte: GSE] . . . . .	6
2.6	Potenza e numerosità degli impianti fotovoltaici in Italia [Fonte: GSE] . . . . .	6
2.7	Potenza per tipologia dei pannelli solari a fine 2014 [Fonte: GSE] . . . . .	7
3.1	Andamento delle efficienze sperimentali delle varie tipologia di celle [NREL] . . . . .	9
3.2	Cella in Silicio monocristallino . . . . .	10
3.3	Cella in Silicio policristallino . . . . .	10
3.4	Struttura degli atomi di silicio monocristallino (a) e di silicio amorfo idrogenato (b) . . . . .	11
3.5	Pannelli in silicio amorfo . . . . .	12
3.6	Struttura della cella CIGS . . . . .	14
3.7	Schema di una cella di Grätzel . . . . .	15
4.1	Sequenza delle fasi di lavorazione del silicio . . . . .	17
4.2	Forno per la produzione di silicio metallurgico . . . . .	18
4.3	Schema reattore Siemens . . . . .	20
4.4	Schema processo Ethyl corporation . . . . .	22
4.5	Schema di un forno per la produzione di silicio con il metodo Czochralski . . . . .	23
4.6	Fasi del processo Czochralski . . . . .	24
4.7	Schema per la crescita di un lingotto monocristallino con metodo floating zone . . . . .	25
4.8	Sistemi DS per la produzione di Silicio multi-cristallino . . . . .	25
5.2	Induttori laterale e superiore installati nel forno iDSS . . . . .	28
5.3	Pressione durante la fase di pulizia . . . . .	30
5.4	Schermata grafica con i comandi per il movimento della parte inferiore della camera . . . . .	32
5.5	Schermata grafica con i comandi per attivare le pompe e le elettrovalvole e controllare le pressioni e le temperature della camera . . . . .	33

5.6	Schermata grafica con i comandi per il controllo del convertitore . . .	34
5.7	Ciclo di un processo DS . . . . .	35
6.1	TEST 1-Temperatura dei suscettori superiore e inferiore durante il test	38
6.2	TEST 1-Potenza erogata dal convertitore superiore . . . . .	39
6.3	TEST 1-Potenza erogata dal convertitore laterale . . . . .	39
6.4	TEST 1-Potenza erogata dai convertitori e Temperature dei suscettori	40
6.5	TEST 1-Temperatura dell'acqua all'interno della vasca . . . . .	41
6.6	TEST 2-Tensione e potenza erogata dal convertitore superiore . . . .	42
6.7	TEST 2-Tensione e potenza erogata dal convertitore superiore . . . .	42
6.8	TEST 2-Temperatura dei suscettori . . . . .	43
6.9	TEST 2-Temperature all'interno della camera . . . . .	43
6.10	TEST 2-Temperature all'interno della camera . . . . .	44
6.11	Pirometro . . . . .	45
6.12	Allineamento del laser del pirometro . . . . .	45
6.13	TEST 3-Tensione e Potenza in uscita al convertitore laterale . . . . .	46
6.14	TEST 3-Tensione e Potenza in uscita al convertitore superiore . . . .	47
6.15	TEST 3-Temperatura dei suscettori in grafite . . . . .	48
6.16	TEST 3-Potenza asportata dall'induttore inferiore . . . . .	48
6.17	TEST 3-Temperatura della vasca . . . . .	49
6.18	TEST 3-Temperatura del Silicio misurata dal pirometro . . . . .	49
6.19	Silicio prima del test . . . . .	50
6.20	Silicio dopo il test . . . . .	50
6.21	TEST 4-Tensione in uscita ai convertitori . . . . .	51
6.22	TEST 4-Potenza erogata dai convertitori . . . . .	52
6.23	TEST 4-Temperatura dei suscettori e misura del pirometro . . . . .	52
6.24	TEST 4-Potenza erogata dal convertitore inferiore e potenza asportata dall'acqua circolante nell'induttore inferiore . . . . .	53
6.25	TEST 5-Tensione in uscita al convertitore . . . . .	55
6.26	TEST 5-Potenza erogata dai convertitori . . . . .	56
6.27	TEST 5-Temperatura dei suscettori . . . . .	56
6.28	TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, tem- peratura del suscettore inferiore e potenza erogata dal convertitore inferiore durante la fase di riscaldamento . . . . .	57
6.29	TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, tem- peratura del suscettore laterale e potenza erogata dal convertitore laterale durante la fase di riscaldamento . . . . .	57
6.30	TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, tem- peratura del suscettore superiore e potenza erogata dal convertitore superiore durante la fase di riscaldamento . . . . .	58
6.31	TEST 5-Potenza uscente dal convertitore inferiore e potenza asportata dal flusso di acqua circolante nell'induttore inferiore . . . . .	58
6.32	TEST 5-Frequenza di lavoro dei convertitore superiore e inferiore . .	59
6.33	TEST 5-Frequenza di lavoro del convertitore laterale . . . . .	59
6.34	TEST 5-Temperatura del Silicio ottenuta con la misurazione del pirometro . . . . .	60
6.35	TEST 5-Temperatura dell'acqua nella vasca . . . . .	60

6.36	Silicio inserito nel crogiolo per il test . . . . .	61
6.37	Silicio fuso e solidificato al termine del test . . . . .	61
7.1	Modello forno G1 con sostegno in allumina . . . . .	65
7.2	Modello forno G1 con sostegno in bekafix e tungsteno . . . . .	66
7.3	Modello forno G1 con sostegno in bekafix e grafite . . . . .	66
7.4	Modello forno G1 con sostegno in grafite . . . . .	67
7.5	Conducibilità termica al variare della temperatura della grafite . . . . .	71
7.6	Conducibilità termica al variare della temperatura del quarzo . . . . .	72
7.7	Conducibilità termica al variare della temperatura del feltro in allumina . . . . .	73
7.8	Conducibilità termica al variare della temperatura del silicio . . . . .	74
7.9	STUDIO A: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento . . . . .	77
7.10	STUDIO A: Flusso termico totale fase di riscaldamento . . . . .	77
7.11	STUDIO B: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento . . . . .	79
7.12	STUDIO B: Flusso termico totale fase di riscaldamento . . . . .	79
7.13	STUDIO C: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento . . . . .	81
7.14	STUDIO C: Flusso termico totale fase di riscaldamento . . . . .	81
7.15	STUDIO D: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento . . . . .	83
7.16	STUDIO D: Flusso termico totale fase di riscaldamento . . . . .	83
7.17	STUDIO A: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.001) . . . . .	85
7.18	STUDIO B: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.002) . . . . .	85
7.19	STUDIO C: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.002) . . . . .	86
7.20	STUDIO D: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.0008) . . . . .	86



# Elenco delle tabelle

6.1	Temperature impostate nel controllore PID del convertitore superiore e temperatura misurata nella termocoppia R7 a fine transitorio di riscaldamento . . . . .	38
6.2	Temperature impostate nel controllore PID dei convertitori . . . . .	54
7.1	Emissività dei materiali . . . . .	75
7.2	STUDIO A- Potenze indotte nei suscettori . . . . .	76
7.3	STUDIO A- Temperatura del Silicio . . . . .	76
7.4	STUDIO A-Temperatura dei suscettori . . . . .	76
7.5	STUDIO B- Potenze indotte nei suscettori . . . . .	78
7.6	STUDIO B- Temperatura del Silicio . . . . .	78
7.7	STUDIO B-Temperatura dei suscettori . . . . .	78
7.8	STUDIO C- Potenze indotte nei suscettori . . . . .	80
7.9	STUDIO C- Temperatura del Silicio . . . . .	80
7.10	STUDIO C-Temperatura dei suscettori . . . . .	80
7.11	STUDIO D- Potenze indotte nei suscettori . . . . .	82
7.12	STUDIO D- Temperatura del Silicio . . . . .	82
7.13	STUDIO D-Temperatura dei suscettori . . . . .	82
7.14	Risultati delle simulazioni con il sistema a caldo . . . . .	84



# Capitolo 1

## Introduzione

La produzione di pannelli fotovoltaici rappresenta un mercato fortemente competitivo, che ha visto negli ultimi anni una continua diminuzione dei prezzi con prodotti sempre più performanti. L'iDSS è un sistema che sfrutta l'induzione magnetica offrendo la possibilità di avere un sistema di riscaldamento rapido ed efficiente in confronto al classico sistema DSS con i resistori. Infatti l'induzione elettromagnetica permette di riscaldare direttamente i suscettori in grafite isostatica disposti intorno al crogiolo in quarzo dove avviene la fusione. Con un isolamento termico adeguato è possibile limitare le temperature del processo salvaguardando così la vita dei componenti ed ottenendo un'elevata efficienza.

L'Università di Padova partecipa al progetto Sikelor (Silicon kerf loss recycling) con la collaborazione di aziende e altre università europee. La percentuale di silicio persa nello slurry di taglio è circa il 50% e l'obiettivo del progetto è di utilizzare il silicio scartato dopo il taglio del lingotto in brick e dei brick in wafer in un modo industrialmente valido.

Il materiale da riciclare è composto da particelle di Silicio erose dal filo di taglio, particelle di carburo di silicio e un'elevata quantità di ossigeno.

Le fasi di questo progetto sono:

- Miglioramento della densificazione della polvere di silicio secca senza introdurre contaminazione;
- Fusione e solidificazione del silicio utilizzando la separazione elettromagnetica e lo stirring;
- Produzione di lingotti di silicio policristallino ottenuti con il metodo di solidificazione direzionale.

Sikelor dovrà fornire metodi per riciclare il silicio dimostrando come i costi di riciclaggio cumulativi non superi i 10 \$/kg.

Con il riscaldamento ad induzione è possibile sfruttare le forze generate dallo stirring elettromagnetico. Quando il silicio è fuso ha un valore di resistività elettrica simile a quello dell'acciaio ( $70 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ ) e il campo magnetico variabile creerà delle correnti indotte sia nel silicio solido che in quello liquido. Le correnti indotte nel fuso interagiscono con il campo magnetico variabile generando un campo di forze di indotte. Queste forze create con opportuni valori del campo magnetico e della

frequenza di lavoro causano dei moti di rimescolamento(stirring) nel materiale che miglioreranno la qualità del lingotto.

Nell'ambito delle attività svolte durante la tesi sono stati effettuati diversi test del forno iDSS. Durante le prove sono state registrate le principali grandezze elettriche e termiche e sono riportate in questo lavoro.

Infine sono state studiate alcune configurazioni dal punto di vista termico del sistema G1, valutando materiali e geometrie adatte alla tipologia di processo.

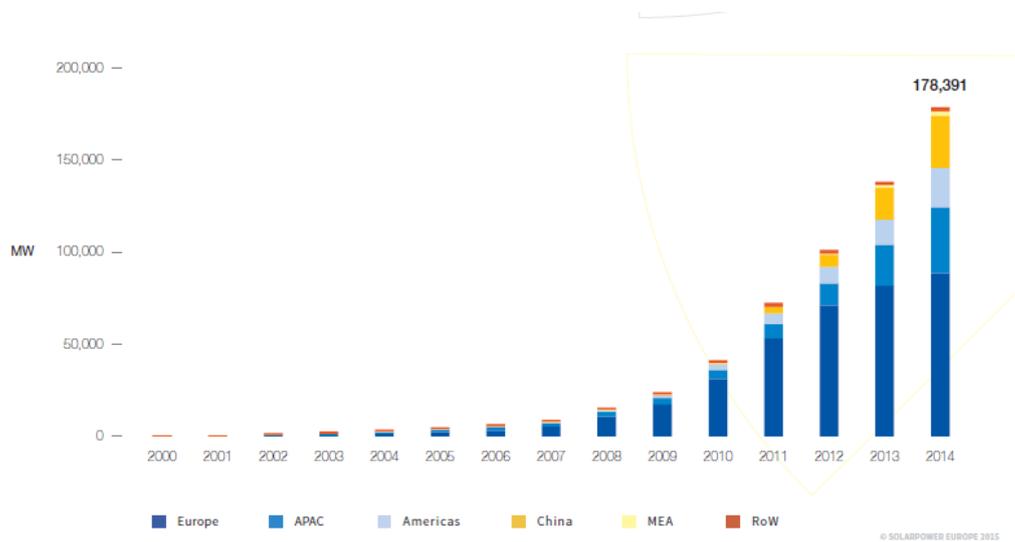
## Capitolo 2

# Mercato del fotovoltaico

Il settore del fotovoltaico ha registrato nel 2014 un ulteriore anno di crescita nonostante la crisi mondiale. In 14 anni la capacità installata si è moltiplicata di un fattore 100 raggiungendo quota 178 GW. Grazie alle massicce riduzioni dei prezzi negli ultimi anni, l'energia solare è ormai ampiamente riconosciuta come una fonte di energia affidabile, sostenibile e cost-competitive. Infatti, sulla base delle sue caratteristiche tecniche, il fotovoltaico può essere considerato un investimento a basso rischio per la comunità finanziaria oggi.

Il costo dei sistemi fotovoltaici ha continuato a diminuire anche nel 2014 grazie ai prezzi in calo sia dei moduli che degli inverter.

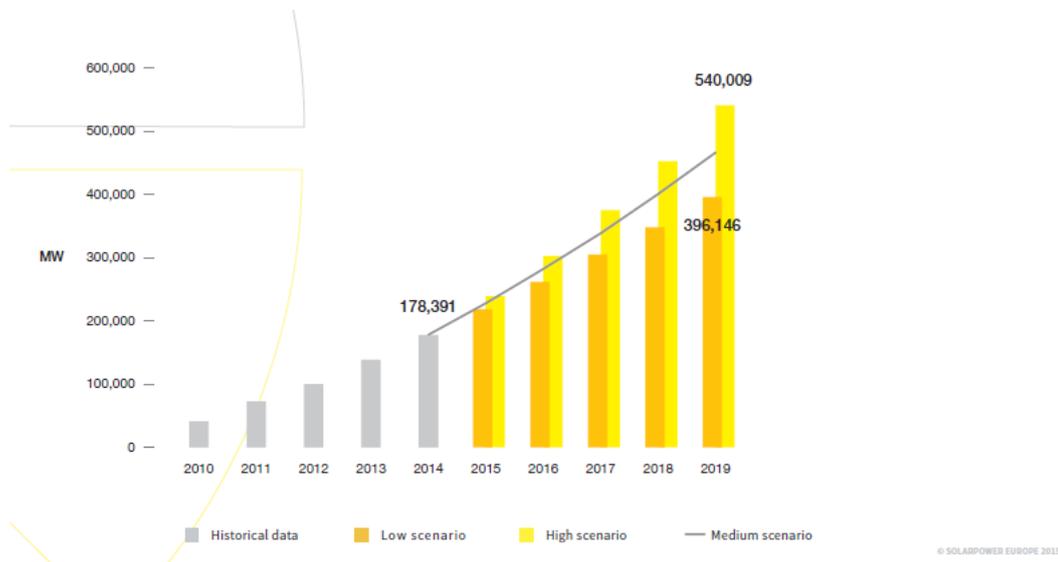
Da un punto di vista tecnologico, i moduli a base di silicio cristallino hanno continuato a dominare il mercato, mentre la quota di film sottile è rimasta stabile, grazie al tellururo di cadmio (CdTe) e il boom del mercato giapponese per i CIGS.



**Figura 2.1:** Evoluzione della capacità globale cumulativa installata dal 2000 al 2014 [Fonte: EPIA]

Nonostante la crescita del mercato in tutto il mondo, l'Europa rimane il leader in termini di capacità. Dopo aver raggiunto circa i 37 GW nel 2013, il mercato solare

fotovoltaico ha raggiunto i 40 GW per la prima volta nel 2014. La Cina ha installato ufficialmente 10,6 GW nel 2014, di cui 2 GW di installazione distribuita, con un forte sostegno politico basato sulle feed-in tariff. Il mercato del solare fotovoltaico statunitense ha continuato la sua crescita con 6,5 GW installati nel 2014, mentre in Giappone sono stati installati 9,7 GW.

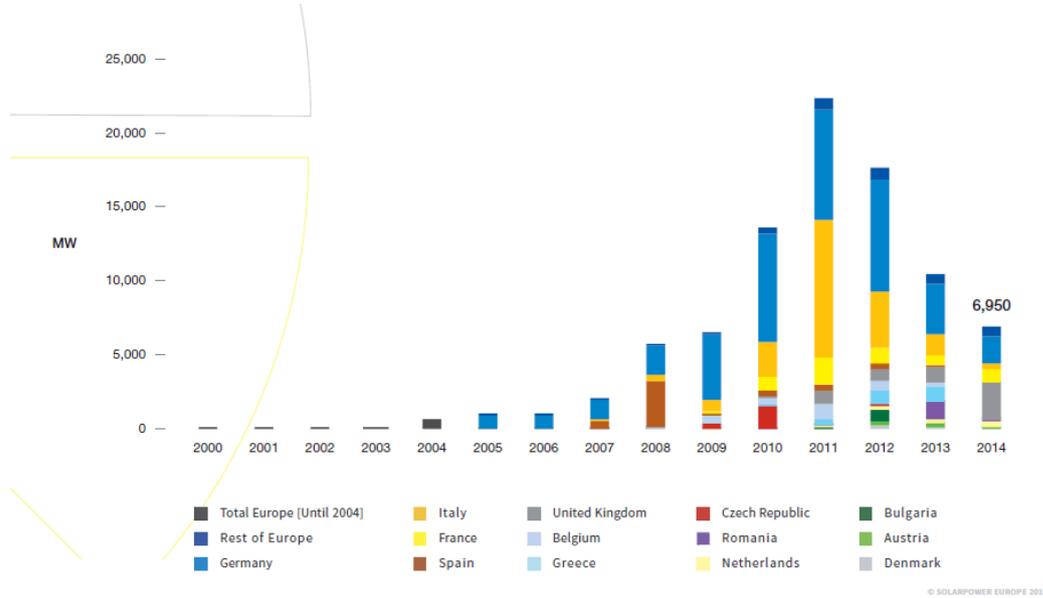


**Figura 2.2:** Scenari futuri del mercato fotovoltaico fino al 2019 [Fonte: EPIA]

A seconda dell'evoluzione dei mercati del solare nei prossimi anni, la capacità totale installata nel 2019 potrebbe raggiungere tra i 396 e 540 GW come in Figura 2.2.

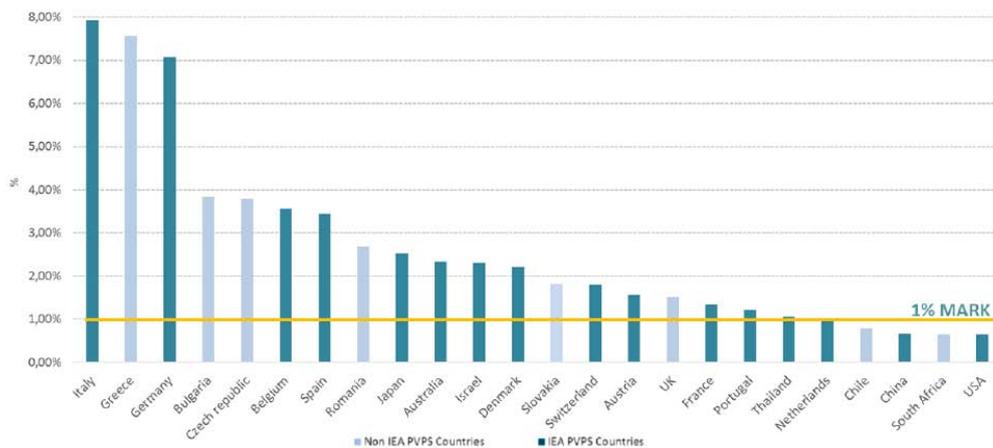
## 2.1 Europa

La potenza fotovoltaica installata in Europa nel 2014 è stata pressochè la stessa del 2009.



**Figura 2.3:** Evoluzione della capacità di fotovoltaico installata dal 2000 al 2014 [Fonte: EPIA]

In Europa, il Regno Unito e Germania sono stati i due mercati più attivi nel 2014(Figura 2.3); Il mercato britannico è stato guidato da una combinazione di incentivi, e sono stati installati 2,4 GW, mentre in Germania 1.9 GW. La figura 2.3 illustra l’evoluzione della capacità installata annua dal 2000. La rampa degli anni dal 2006 al 2011 è dovuto al sostegno politico, dal 2012 è in corso un periodo di transizione.

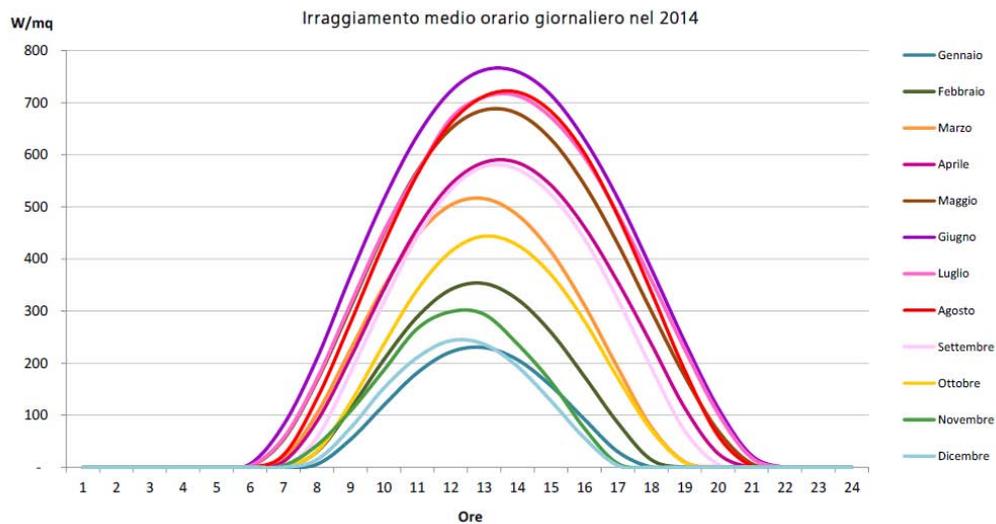


**Figura 2.4:** Contributo fotovoltaico alla domanda di energia elettrica [Fonte: IEA PVPS]

Il contributo PV alla domanda di energia elettrica (Figura 2.4) ha visto l'Italia al primo posto con il 7,92% e mentre è pari a circa il 3,5% della domanda di energia elettrica in Europa. In Figura 2.4 è possibile notare come 19 paesi hanno abbastanza potenza fotovoltaica per la produzione di almeno l'1% del loro fabbisogno di energia elettrica con il fotovoltaico.

## 2.2 Italia

A fine 2014 in Italia risultano in esercizio 18.609 MW di impianti fotovoltaici che nel corso dell'anno hanno generato 22.306 GWh.



**Figura 2.5:** L'irraggiamento solare in Italia nel 2014 [Fonte: GSE]

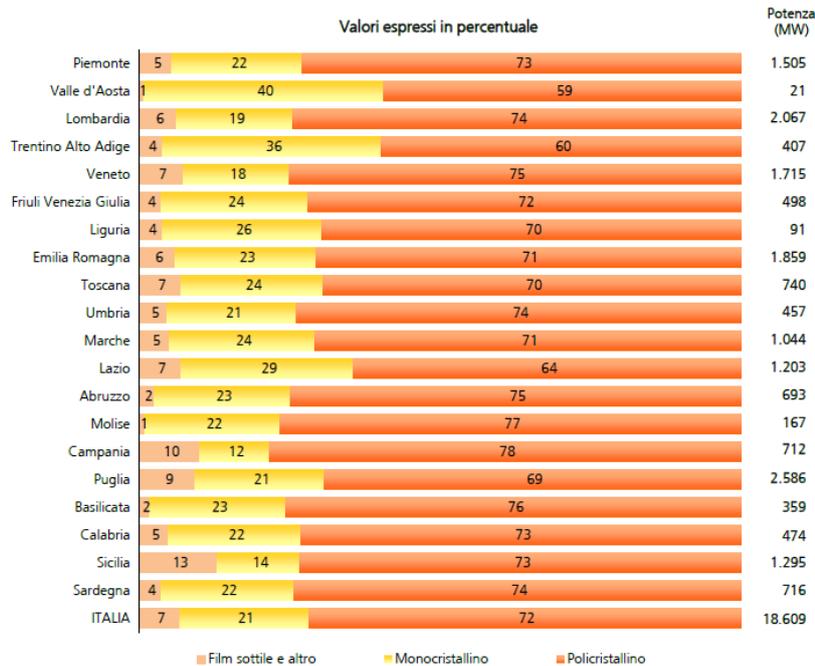
Il grafico rappresenta l'irraggiamento medio orario giornaliero in Italia nel 2014 (Figura 2.5). Il mese più soleggiato del 2014 è stato Giugno; nello stesso mese si è raggiunto anche il picco massimo di irraggiamento medio (763 W/mq). Luglio e Agosto sono i mesi con irraggiamenti più alti, con andamenti orari molto simili. I mesi di Novembre, Dicembre e Gennaio sono invece quelli con il minore irraggiamento.

Classi di potenza (kW)	2013		2014		Var % 2014/2013	
	n°	MW	n°	MW	n°	MW
1<=P<=3	193.988	535,4	213.157	586,8	+9,9	+9,6
3<P<=20	343.098	2.608,7	374.474	2.794,0	+9,1	+7,1
20<P<=200	47.756	3.752,0	49.158	3.857,7	+2,9	+2,8
200<P<=1.000	10.396	7.183,5	10.503	7.241,2	+1,0	+0,8
1.000<P<=5.000	934	2.292,0	943	2.315,8	+1,0	+1,0
P>5.000	183	1.813,8	183	1.813,8	+0,0	+0,0
Totale	596.355	18.185,5	648.418	18.609,4	+8,7	+2,3

**Figura 2.6:** Potenza e numerosità degli impianti fotovoltaici in Italia [Fonte: GSE]

Secondo le elaborazioni del GSE(Figura 2.6), al 31 dicembre 2014 gli impianti fotovoltaici installati in Italia risultano 648.418, cui corrisponde una potenza pari a 18.609 MW. Gli impianti di piccola taglia (potenza inferiore o uguale a 20 kW) costituiscono oltre il 90% degli impianti totali installati in Italia e concentrano il 18% della potenza complessiva nazionale.

La maggior parte degli impianti installati nel 2014 hanno aderito al meccanismo di Scambio sul Posto e goduto delle agevolazioni fiscali previste da legge. La taglia media degli impianti installati in Italia alla fine del 2014 è pari a 28,7 kW.



**Figura 2.7:** Potenza per tipologia dei pannelli solari a fine 2014 [Fonte: GSE]

Il grafico a barre (Figura 2.7) mostra la distribuzione dei pannelli fotovoltaici installati per tipologia di cella, per ciascuna Regione. In tutte le Regioni prevalgono i pannelli a silicio policristallino, seguiti dai pannelli monocristallini, mentre il film sottile e le altre tipologie di pannelli sono utilizzate in quantità ancora modesta. A livello nazionale il 72% della potenza installata è realizzato in silicio policristallino, il 21% in silicio monocristallino e il 7% in film sottile o in materiali diversi.



# Capitolo 3

## Celle fotovoltaiche

I semiconduttori inorganici, soprattutto il Silicio cristallino, dominano il mercato delle celle solari ormai da molti anni.

Infatti le celle al silicio, monocristallino e policristallino, hanno raggiunto un'evoluta maturità tecnologica e sono le migliori per efficienza e durata nel tempo.

Hanno acquisito una quota di mercato sia le tecnologia a film sottile che i moduli con semiconduttori organici; entrambi presentano vantaggi e svantaggi se messi in confronto con la tecnologia con il Silicio cristallino.

Dalla Figura 3.1 è possibile notare i vari valori di efficienze delle celle nei test in laboratorio.

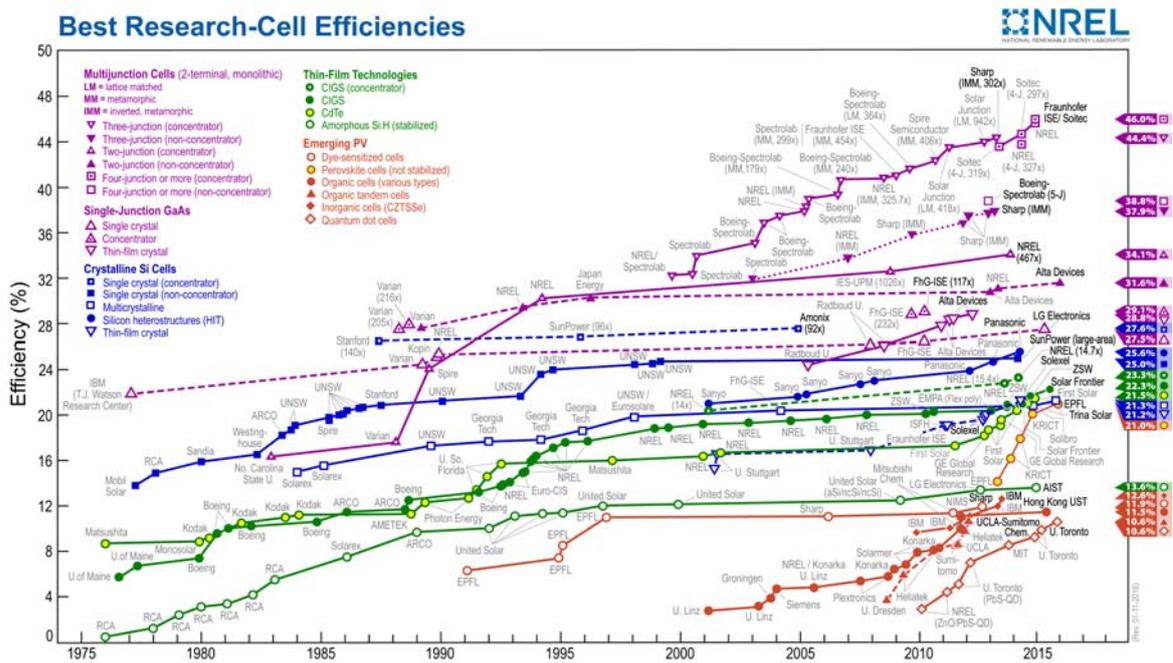


Figura 3.1: Andamento delle efficienze sperimentali delle varie tipologia di celle [NREL]

In seguito sono brevemente descritte le principali tipologie di celle solari presenti nel mercato, con i rispettivi vantaggi e svantaggi.

### 3.1 Silicio cristallino

Sono le celle più diffuse per lo sfruttamento dell'energia solare, e si possono distinguere in:

- Silicio monocristallino (Figura 3.2)
- Silicio policristallino (Figura 3.3)

Il silicio cristallino ha parecchi vantaggi come un'affermata tecnologia e materiale di alta qualità e stabilità. Gli svantaggi principali sono l'elevato energy gap indiretto e gli elevati costi di produzione del materiale.

Il Silicio monocristallino è il materiale di base dell'industria elettronica. E' formato da un unico cristallo di Silicio, formato da un unico reticolo continuo e ininterrotto nell'intero cristallo, senza bordi di grano. In commercio i moduli di silicio monocristallino hanno un'efficienza media attorno al 18-20%, mentre per una cella in laboratorio l'efficienza massima è il 25%.

I wafer di Silicio monocristallino si producono con il metodo Czochralsky e floating zone, che saranno trattati nei capitoli successivi.

Il silicio policristallino è costituito da cristalli disallineati, cioè è un materiale composto da molti piccoli cristalli di varie dimensioni e orientazioni. La variazione nella direzione può essere casuale o direzionale, e può essere dovuta alla crescita e alle condizioni di lavorazione.

In commercio le celle di Silicio policristallino hanno un'efficienza che va dal 16-18 %, con un massimo di efficienza nei test in laboratorio di 21.3%.



**Figura 3.2:** Cella in Silicio monocristallino



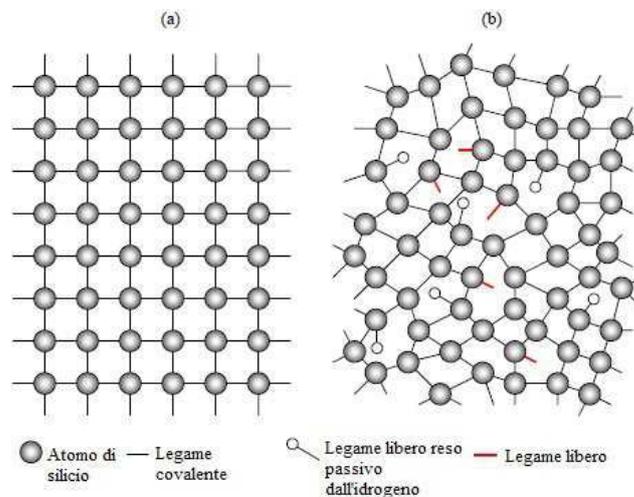
**Figura 3.3:** Cella in Silicio policristallino

I pannelli monocristallini hanno la più elevata potenza di produzione, richiedono anche una minore quantità di spazio per ottenere una capacità desiderata rispetto agli altri tipi. Inoltre tendono a durare più a lungo e la maggior parte dei produttori da una garanzia di 25 anni su di loro. Funzionano meglio di un pannello solare policristallino classificato nella stessa categoria a condizioni di minor intensità solare e a temperature inferiori, ma quando la temperatura aumenta, il tasso di conversione elettrica diminuisce.

I pannelli solari policristallini costano meno visto il processo più semplice, meno costoso e con il minor spreco di materiali. Hanno una tolleranza al calore superiore a quelli realizzati in silicio monocristallino, e tendono ad aver risultati migliori se confrontati ad alte temperature. Però vista la minor purezza del Silicio utilizzato hanno un'efficienza inferiore, quindi è necessario coprire una superficie maggiore per produrre la stessa potenza elettrica in confronto con i pannelli monocristallini.

### 3.2 Silicio amorfo

Si tratta di deposizioni di silicio (appunto allo stato amorfo) su superfici che possono anche essere ampie, quindi non sono vere e proprie celle. In un materiale amorfo è presente la stessa struttura chimica del cristallo ma con la differenza che il reticolo è del tutto disordinato. Gli atomi nel silicio amorfo formano tre legami con altri tre atomi di silicio mentre il quarto si lega con un atomo di idrogeno permettendo la formazione di un reticolo disordinato.



**Figura 3.4:** Struttura degli atomi di silicio monocristallino (a) e di silicio amorfo idrogenato (b)

Uno dei principali vantaggi del silicio amorfo rispetto a quello cristallino sta nella tecnica di produzione, dato che è possibile depositare film sottili di silicio amorfo su grandi superfici mediante plasma enhanced chemical vapor deposition (PE-CVD). Tale tecnica risulta vantaggiosa rispetto alla produzione di wafer di silicio cristallino, ottenuti dal taglio di sbarre di silicio monocristallino. Il silicio amorfo può essere drogato in modo analogo al silicio cristallino, così da formare strati drogati tipo-p o tipo-n e permetterne l'uso per dispositivi elettronici.

Il silicio amorfo idrogenato ha un coefficiente di assorbimento diverso rispetto a quello del silicio cristallino, molto più simile a quello di un semiconduttore a gap diretto. Assorbe la luce più in superficie e per ottenere la stessa energia, una cella costituita da silicio amorfo sarà quindi più sottile rispetto ad una di silicio cristallino con conseguente risparmio di materiale.

A causa dell'alto coefficiente di assorbimento del silicio amorfo idrogenato nel campo del visibile dello spettro solare, 1 micrometro di spessore è sufficiente ad assorbire il 90% dell'energia solare utilizzabile.

Uno dei problemi delle celle solari costruite con silicio amorfo è il significativo declino dell'efficienza anche del 30% in seguito alle prime 200-300 ore di esposizione alla luce.

Le celle solari amorphe hanno solo un tasso di conversione del 6-12 per cento, sono quindi molto meno efficienti però questa tipologia di pannelli trova impiego grazie alla possibilità di essere installati su superfici curve e flessibili.



**Figura 3.5:** Pannelli in silicio amorfo

### 3.3 Celle fotovoltaiche a film sottile

Il film sottile utilizzando al contrario strati molto sottili di materiale, riducono in tal modo i costi. Lo spessore della pellicola di materiale attivo varia da 1 micrometro a 100 micrometri. Il principale svantaggio di queste nuove tecnologie è che i pannelli solari realizzati con film sottili sono in media meno efficienti di quelli che utilizzano celle solari tradizionali. Ciò significa che un'area più ampia è necessaria per produrre

la stessa quantità di energia solare. Però il film sottile fotovoltaico ha due principali vantaggi: prezzo contenuto di produzione e vasta gamma di applicazioni.

Nella tecnologia del film sottile solare i singoli semiconduttori sono semplicemente evaporati e depositati in strati sopra un supporto di vetro o di metallo, ma anche su supporti flessibili che possono essere opportunamente piegati secondo le esigenze applicative.

I principali materiali utilizzati per la realizzazione dei moduli a film sottile sono:

- Tellururo di cadmio (CdTe)
- Diseleniuro di indio rame (CIS)
- Diseleniuro di indio rame gallio (CIGS)

Le celle fotovoltaiche basate su questi materiali assorbono anche l'energia della radiazione solare a bassa intensità ed in condizione di luce diffusa, cioè sono in grado di produrre corrente elettrica anche in condizioni di nuvolosità e nelle ore di alba e tramonto. Queste celle subiscono meno l'aumento di temperatura e producono più corrente con le temperature più calde dei mesi estivi.

Rispetto ad una cella cristallina occorre meno energia per produrre una cella a film sottile visti i processi di produzione meno dispendiosi.

### 3.3.1 Tellururo di cadmio

Il tellururo di cadmio è un materiale semiconduttore, composto da elementi del secondo e sesto gruppo della tavola periodica. E' molto meno costoso in quanto sia il cadmio che il tellurio sono considerati materiali di scarto nei processi di estrazione dei minerali non ferrosi.

I moduli commerciali hanno un'efficienza che si stabilizza attorno al 10 %, con massimo valore raggiunto di 21.5% nei test in laboratorio.

Uno svantaggio di questa tipologia è che il cadmio è un materiale estremamente tossico, soprattutto nella forma di solfuro di cadmio. Quindi l'unico grande problema di queste celle non è solo l'uso del cadmio, ma soprattutto il riciclo. Nonostante la quantità di cadmio utilizzata nelle celle CdTe è bassa, ciò non basta a non far allarmare le persone.

Le celle al tellururo di cadmio hanno avuto un gran successo nel mercato perché sono basate su una tecnologia a basso costo che comunque offre un'adeguata efficienza di conversione dell'energia solare in energia elettrica.

### 3.3.2 CIGS

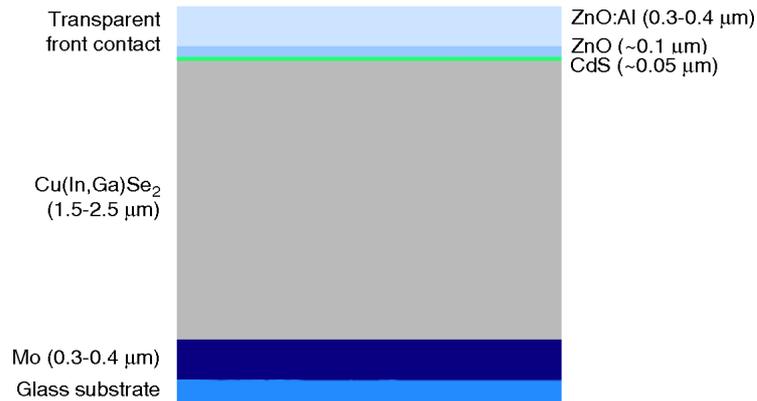
CIGS sta per Copper Indium Gallium (di)Selenide, cioè (di)seleniuro di rame, indio e gallio. Questi quattro materiali rendono le potenziali prestazioni delle celle CIGS più alte di ogni altro film. Infatti queste celle producono più corrente dalla stessa quantità di luce rispetto agli altri film sottili e perciò hanno un'alta efficienza, che è anche molto stabile nel tempo.

Le celle CIGS derivano dalle CIS, che hanno un'alta capacità di assorbire le radiazioni in un ampio intervallo dello spettro solare e lavorano in modo ottimale anche in condizioni di poca illuminazione. L'efficienza delle celle CIS è intorno al

15 %, però aggiungendo del gallio al diseleniuro di rame e indio l'efficienza aumenta perché aumenta l'intervallo dello spettro solare che questo materiale può assorbire.

Il semiconduttore CIGS possiede un alto coefficiente d'assorbimento e l'energy gap diretto e le celle di questo materiale possono essere estremamente sottili. Inoltre il costo di produzione è molto basso a confronto delle celle cristalline dovuto all'uso di materiali meno costosi e a tecnologie di produzione economiche.

Le celle CIS e CIGS hanno buona stabilità nel lungo periodo e possono essere costruite su supporti leggeri e flessibili.



**Figura 3.6:** Struttura della cella CIGS

Il substrato più comune è in vetro ed è rivestito da un lato da molibdeno che funge da contatto posteriore ed ha anche la funzione di riflettere la luce che non è ancora stata assorbita verso il CIGS. La parte fotoattiva della cella è un'eterogiunzione tra il semiconduttore CIGS e l'ossido di zinco. Sopra al molibdeno è depositato uno strato di CIGS drogato di tipo-p. Sopra al CIGS viene aggiunto un sottile strato di CdS drogato di tipo-n. L'ossido di zinco serve per prevenire il contatto tra lo strato conduttore superiore e il CIGS, invece la lega di ossido di zinco e alluminio è il contatto superiore della cella che serve a raccogliere gli elettroni foto-generati.

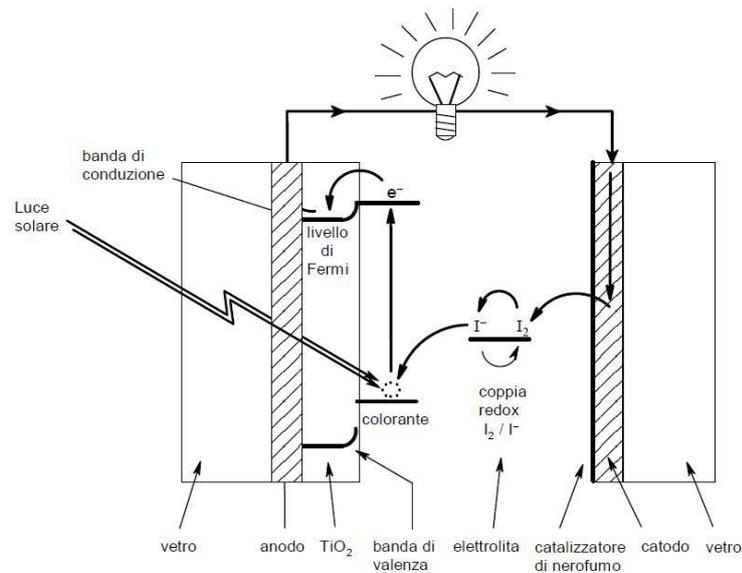
### 3.4 Semiconduttori organici

Sono formati per esempio da ossidi inorganici nanocristallini, liquidi ionici, conduttori organici o dispositivi di polimeri conduttori, i quali offrono le prospettive di costi di fabbricazione molto bassi senza costosi processi ad alta tensione, ad alta temperatura e ad alta intensità energetica.

Il prototipo di questa nuova famiglia di dispositivi è una cella fotovoltaica dye-sensitized (DSC), cioè sensibilizzata con un colorante.

La cella di Grätzel è costituita da un elettrodo di vetro conduttore (anodo) sul quale è disposto uno strato semiconduttore di nanoparticelle di  $TiO_2$ . Questo strato è coperto con un colorante organico fotosensibile, le cui molecole sono disposte sulla superficie dei grani del semiconduttore.

La soluzione elettrolitica, in genere a base di iodio ( $I_2$ ) e ioduro di potassio (KI), ha il compito di permettere il trasporto della lacuna elettronica formatasi contemporaneamente all'emissione dell'elettrone quando la molecola di colorante



**Figura 3.7:** Schema di una cella di Grätzel

viene colpita da un fotone, in direzione del controelettrodo. In questo modo viene restituito al colorante l'elettrone perso attraverso l'ossidazione e il ciclo si può quindi ripetere indefinitamente.

L'efficienza è circa il 10%, però visto il basso costo e la facilità di realizzazione può diventare una valida alternativa se alcuni problemi verranno risolti. Il limite principale è l'instabilità nel tempo con variazioni ad elevate di temperatura.



## Capitolo 4

# Produzione del silicio

Ad oggi il materiale più usato, come visto nel capitolo precedente, per i moduli fotovoltaici è il Silicio e soprattutto quello cristallino. Abbonda in natura, è uno dei semiconduttori più usati ed è l'unico materiale che raggiunge rendimenti superiori al 20 %, ma è penalizzato da elevati costi di produzione.

Il Silicio è il secondo elemento per abbondanza dopo l'ossigeno, esso costituisce circa il 28 % in peso della crosta terrestre ed è presente in natura sotto forma di composti, data la forte tendenza ad ossidarsi principalmente in biossido di Silicio. Per ottenere silicio di grado solare sono necessarie varie fasi per purificarlo e trasformarlo dopo vari processi in celle fotovoltaiche.



**Figura 4.1:** Sequenza delle fasi di lavorazione del silicio

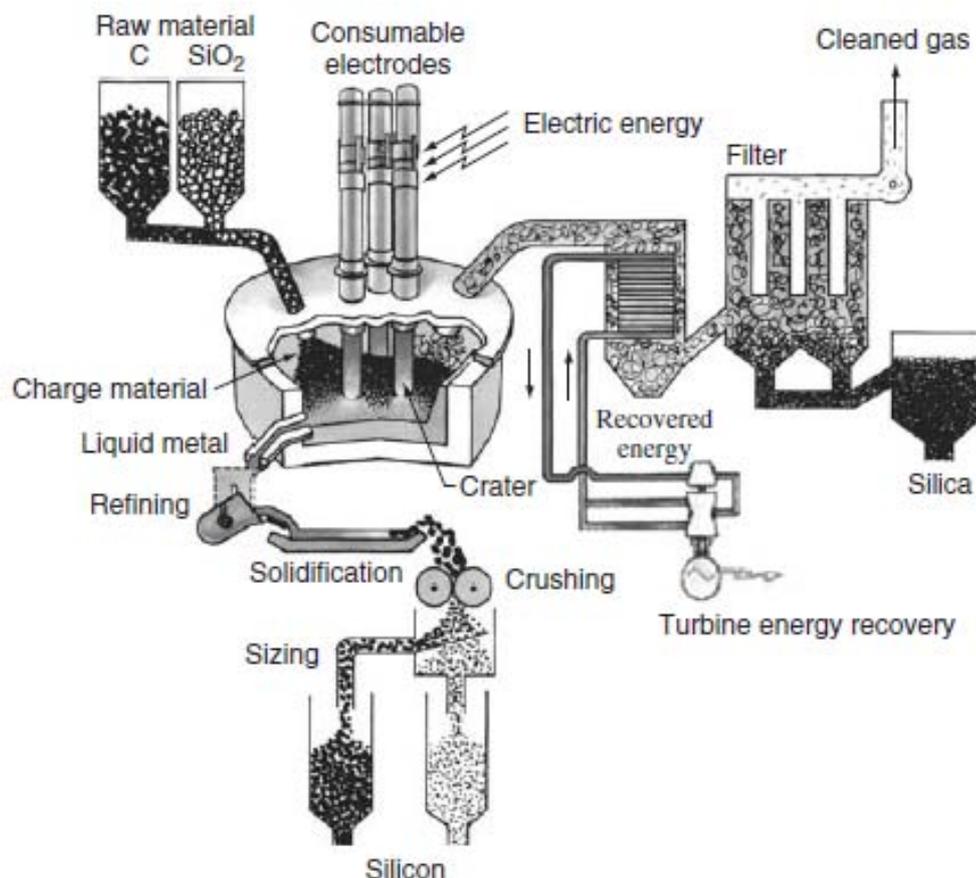
### 4.1 Produzione del Silicio di grado metallico

Per ottenere il silicio si parte da sabbia di rocce silicee e di quarzo. La tecnica per ottenere silicio dalla silice è la carboriduzione. Con il processo di riduzione carbo-termica del quarzo in un forno ad arco elettrico si ottiene il silicio metallurgico. Il silicio metallurgico ha una purezza compresa tra il 96% e il 98.5% ed è il prodotto di partenza per le successive fasi di raffinazione.

La temperatura del processo varia tra i 1900 e i 2100 °C e il biossido di silicio viene fatto reagire secondo la seguente reazione:



La sabbia e i cristalli vengono sistemati in un crogiolo, il quale viene inserito in una camera dove all'interno vengono immersi due elettrodi di grafite. Durante il funzionamento si crea un arco elettrico sommerso che produce silicio liquido. Esso viene poi fatto colare attraverso un becco in una lingottiera dove solidifica. In questo modo si ottiene silicio di grado metallurgico con una purezza dell'ordine del 98grado di purezza ottenuto è ancora insufficiente per l'impiego nel campo dei semiconduttori e nel campo fotovoltaico.



**Figura 4.2:** Forno per la produzione di silicio metallurgico

Gli elettrodi in grafite lavorano con correnti trifase e sopportano un carico compreso tra i 10 e i 30kW. Fornendo potenza agli elettrodi si crea un arco elettrico che trasferisce potenza al carico sia per effetto Joule ma anche per irraggiamento e convezione. la temperatura raggiungono rapidamente valori superiori ai 2000°C in prossimità degli stessi elettrodi.

Viste le alte temperature del processo è necessaria un'alta continuità delle fasi del processo e quindi a intervalli regolari la carica è inserita dall' alto e dal basso del crogiolo viene prelevato il silicio metallico. Durante il processo vengono prodotti gas, tra cui i principali sono monossido di carbonio e fumi di silice. Questi gas vengono filtrati e ritrasformati.

La resa del processo è di circa 80-90%.

Nel corso dello spillamento è presente uno stadio di raffinazione; viene eseguito un trattamento con gas ossidativi e additivi formatori di scoria come  $SiO_2$ , calce e carbonato di calce. Questa operazione però oltre che a rimuovere Al, Ca o Mg porta ad uno svantaggio; parte del Silicio finisce come scoria sotto forma di ossido. La scoria che contiene parte delle impurità viene rimossa meccanicamente o per gravità.

Il silicio fuso viene versato in una lingottiera e fatto solidificare. Il solido è in forma multicristallina con le impurezze allocate a bordo grano, a meno che la solidificazione non sia stata fatta avvenire velocemente per ottenere un materiale chimicamente omogeneo.

## 4.2 Produzione del poli-silicio

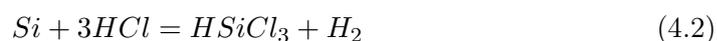
Con la riduzione carbo-termica viene prodotto il Silicio metallurgico che deve essere purificato attraverso lo stadio di raffinazione per via chimica o per via metallurgica. Sono due tecniche differenti aventi i loro pro e contro; con il processo chimico si ottiene un'elevata purezza ma con un costo elevato, mentre il processo metallurgico è più economico ma produce Silicio con più scarsa purezza. Il processo di raffinazione metallurgico è più efficiente e ha consumi energetici inferiori (25-30 kWh/kg), mentre il processo chimico richiede dai 120 ai 300 kWh/kg. Inoltre vengono usate sostanze chimiche che possono portare a pericoli ambientali.

Con il trattamento con cloro-silani si ottiene un silicio di elevata purezza nonostante gli elevati costi di processo; questo silicio può essere direttamente usato nei forni Czochralski.

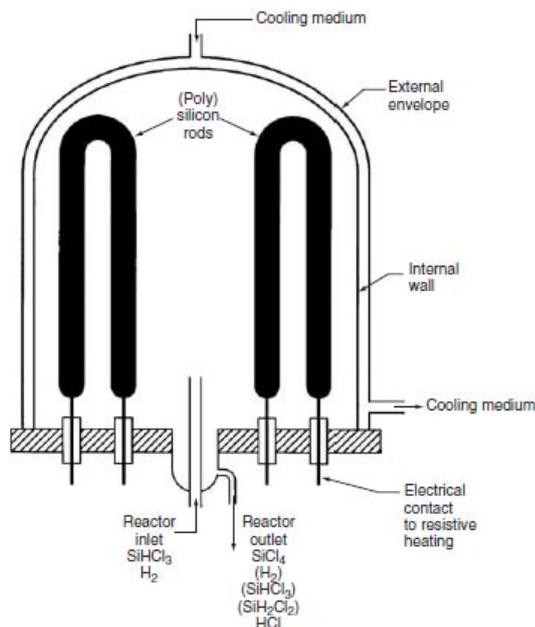
Da questi processi viene prodotto il poli-silicio, cioè silicio di elevatissima purezza usato per usi elettronici e per la produzione di celle fotovoltaiche. Il poli-silicio è ottenuto attraverso 3 principali metodologie di seguito descritte.

### 4.2.1 Processo Siemens

È il più affermato e si basa sulla decomposizione termica del  $HSiCl_3$  (tri-cloro-silano). È prodotto attraverso l'idroclorinazione del Silicio di grado metallurgico in un reattore a letto fluido secondo la seguente reazione:



Questa reazione è condotta a 350 °C senza alcun bisogno di catalizzatori e con un rendimento del 90%.



**Figura 4.3:** Schema reattore Siemens

Il triclorosilano è sottoposto ad un processo di doppia purificazione attraverso una distillazione frazionata, per rimuovere prima i composti pesanti e successivamente quelli più volatili.

$HSiCl_3$  è stato scelto rispetto ad altri composti per il suo alto tasso di deposizione, basso punto di ebollizione e per la sua elevata volatilità rispetto a boro e fosforo sotto il ppm.

A questo punto il triclorosilano di elevata purezza deve essere decomposto, viene introdotto nel reattore diluito con idrogeno. La tecnologia del reattore (Figura 4.3) si basa sulla tecnica di deposizione chimica da vapore (chemical vapor deposition CVD). Vengono usate delle campane di contenimento e all'interno vi vengono poste barre di silicio ad elevata purezza. Queste barre sono connesse a due a due all'estremità superiore e sono poste verticalmente all'interno della campana. Quando il processo inizia le barre vengono riscaldate elettricamente fino a una temperatura di 1100 °C. Il triclorosilano diluito con idrogeno viene inserito nel reattore e viene decomposto a contatto con le barre di silicio.

Le barre vengono ricoperte di silicio policristallino aumentandone lo spessore. Quando le barre raggiungono lo spessore voluto si termina il processo e se ne introducono di nuove. Si raggiungono spessori di 20 cm partendo da 1cm.

Nonostante l'elevata purezza raggiunta questo processo ha come svantaggio la produzione di un'elevata quantità di sottoprodotti tossici o corrosivi da smaltire o riconvertire, tra cui  $H_2$ ,  $HCl$ ,  $HSiCl_3$ ,  $SiCl_4$ , e  $H_2SiCl_2$ . Gli ultimi 3 prodotti rappresentano una perdita di materiale e quindi di efficienza che raggiunge solamente il 10%.

Questo è un processo altamente energivoro e una buona parte di energia viene dispersa e perduta, infatti la parete deve essere raffreddata ad acqua. Un altro svantaggio è che a causa della bassa conducibilità termica del silicio a bassa temperatura

le barre devono essere preriscaldate prima di essere inserite nel reattore. Inoltre è necessario avere sotto controllo il flusso di gas e la potenza dei generatori per ottenere un buon tasso di deposito. Lo svataggio più importante è che il processo è di tipo batch e quindi al termine del processo si deve aprire la camera sprestando una grande quantità di energia.

#### 4.2.2 Processo Union Carbide Komatsu

Il processo è simile al precedente; nella parte di decomposizione il reagente è una miscela di mono-silani ( $SiH_4$ ) che viene ottenuta dall'idrogenazione del triclorosilano. Le fasi principali del processo sono:

- Idrogenazione del tetraclorosilano secondo la seguente reazione:

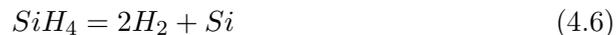


- Il triclorosilano viene separato per distillazione mentre il tetraclorosilano viene riusato nel processo precedente.

- Il triclorosilano viene fatto reagire in 2 step per produrre  $SiCl_4$  e successivamente  $SiH_4$



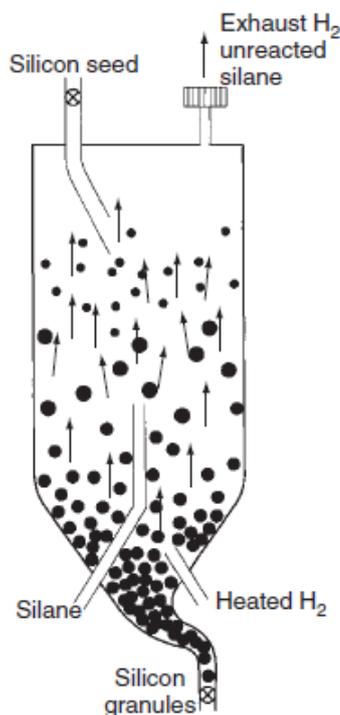
- Il tetraclorosilano e il triclorosilano vengono riciclati. Mentre la miscela di mono-silani è introdotta nel reattore dove a contatto con le barre di Silicio riscaldato avviene la seguente reazione per produrre polysilicon.



In questo processo i reagenti  $H$  e  $Cl$  possono essere riciclati, mentre deve essere inserito nuovo Silicio metallurgico. Le temperature alle quali viene svolta la pirolisi sono sensibilmente minori e consentono di ridurre le perdite termiche e i costi energetici.

#### 4.2.3 Processo Ethyl Corporation

A differenza dei due processi precedenti in cui si utilizza come materia prima il Silicio metallurgico, in questo processo viene usato Fluoruro di Silicio, uno scarto dell'industria fertilizzante.



h

**Figura 4.4:** Schema processo Ethyl corporation

Il fluoruro di silicio viene idrogenato in monosilano attraverso idruri metallici (tra cui Al, Li, Na). Dopo la distillazione il monosilano  $SiH_4$  viene decomposto in polysilicon come nella reazione finale del processo Union Carbide.

Questa tipologia di reattore ha molti vantaggi: la decomposizione avviene a temperature molto più basse quindi le perdite termiche e il consumo di energia è molto inferiore. Inoltre il processo può essere sviluppato in modo continuo e non come i due precedenti. Il prodotto finale è in forma di granuli e non in chunks, ciò consente un notevole vantaggio nella fase di riempimento dei crogioli. Uno svantaggio è la formazione di polveri nello spazio del reattore e la contaminazione con idrogeno della superficie dei granuli.

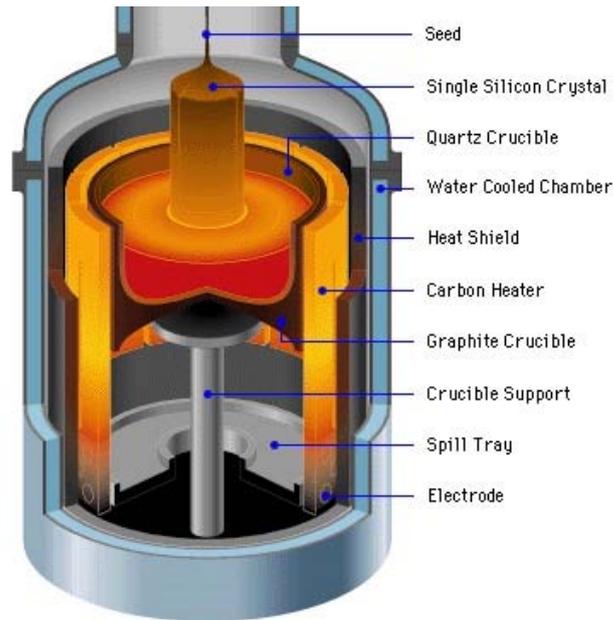
### 4.3 Crescita del cristallo

Con i passaggi precedenti si è ottenuto silicio policristallino di adeguata purezza adatto alla produzione di celle fotovoltaiche. Le barre uscenti dai reattori vengono rotte in ciottoli per essere disponibili per il successivo processo.

I ciottoli vengono inseriti in un crogiolo e vengono fusi per poter ottenere solidificando il liquido lingotti di silicio monocristallino o policristallino. A seconda del tipo di cella vengono usate diverse tecniche.

#### 4.3.1 Metodo Czochralski

Il processo prende il nome dal ricercatore polacco Jan Czochralski, che lo sviluppò nel 1916 mentre stava studiando la cristallizzazione dei metalli. È una tecnica



h

**Figura 4.5:** Schema di un forno per la produzione di silicio con il metodo Czochralski

introdotta nei sistemi produttivi industriali agli inizi degli anni cinquanta, che permette di ottenere la crescita di monocristalli di estrema purezza.

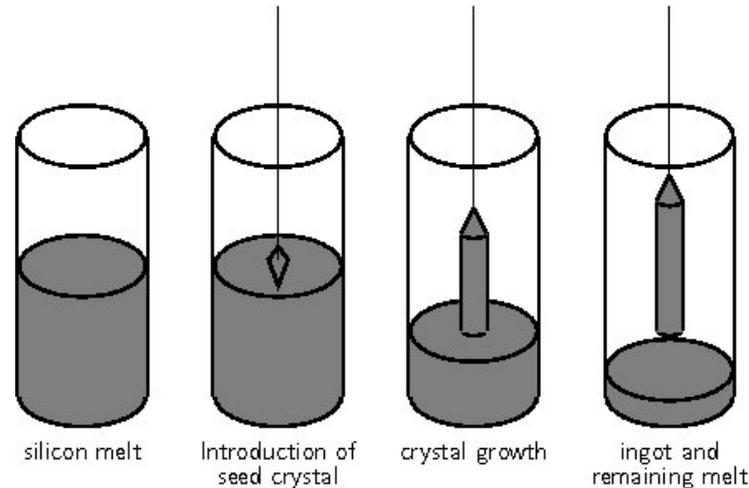
In questo processo il polysilicon viene fuso dentro ad un crogiolo di quarzo ricoperto di  $SiN_3$  (nitruro di silicio). Il nitruro di silicio serve perché non si vuole che le impurezze nel crogiolo vadano nel Silicio. Il silicio viene riscaldato fino ad una temperatura leggermente superiore a quella di fusione.

Quando tutto il materiale è fuso si porta a contatto con la superficie del fuso un seme di monocristallino purissimo che costituisce il nucleo di partenza per il lingotto. Il processo consiste nello spostamento verticale e contemporaneamente in una rotazione antioraria dell'ordine dei millimetri al minuto, del seme monocristallino di silicio introdotto nel silicio fuso. Il crogiolo e il seme vengono fatti ruotare lentamente in versi opposti con velocità del seme di  $10 - 20 \text{ giri/min}$  e del crogiolo di  $5 - 10 \text{ giri/min}$ . La parte del seme immersa nel fluido viene fusa ma la parte restante rimane inalterata. Durante il procedimento di sollevamento/rotazione avviene la solidificazione nel contatto tra seme e il silicio fuso generando un monocristallino di grandi dimensioni. Il silicio fuso a contatto con il seme si solidifica molto rapidamente e si orientano secondo il reticolo del silicio.

Durante il processo deve essere controllata la temperatura in tutte le zone del forno CZ e tutte le operazioni devono essere eseguite in atmosfera controllata in argon per evitare che il Silicio venga contaminato da altri elementi. Il cristallo ottenuto ha un diametro che può arrivare a 30 cm.

Il processo dura molte ore ed è molto energivoro ma permette di ottenere un monocristallo di elevata purezza e con poche dislocazioni.

MCz o magnetic Czochralski method è un processo che permette anche il controllo della fluidodinamica del fluido. Deve essere creato un campo magnetico costante e con direzione assiale. Devono essere disponibili alti valori di corrente (DC) e questo



**Figura 4.6:** Fasi del processo Czochralski

comporta un notevole dispendio energetico.

### 4.3.2 Metodo Floating zone

Il metodo Float zone è un'alternativa al metodo Czochralski che permette di ottenere Silicio di elevata purezza. Si basa sul principio di fusione di zona infatti viene eseguita una fase di riscaldamento localizzato utilizzando un induttore attraversato da corrente alternata.

Viene usato un riscaldatore ad induzione a radio frequenze (5-8 MHz) che genera un campo tale da rendere parzialmente fusi sia la barra che il seme. Il seme è posto inferiormente ed è messo in contatto con la goccia che si genera nella barra di polysilicon. All'inizio viene eseguita una operazione di restringimento; poi viene consentito di aumentare il diametro fino ad arrivare alla dimensione voluta nello stato stazionario di crescita. La zona fusa si sposta lungo la barra di polysilicon purificando il materiale e ottenendo Silicio monocristallino.

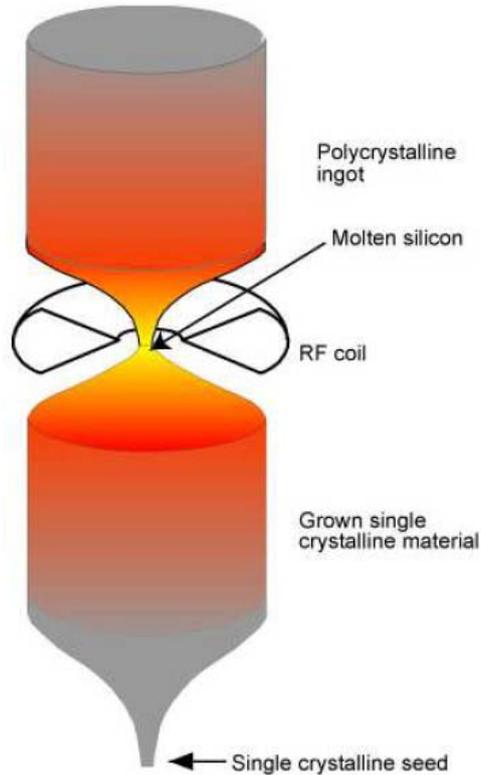
Le impurità tendono a rimanere nella zona fusa così da purificare il Silicio.

Come nel metodo Czochralski il processo avviene in atmosfera di argon; il gas può essere dopato con gas di fosfina ( $PH_3$ ) o diborano ( $B_2H_6$ ) per ottenere rispettivamente Silicio Tipo-n o Tipo-p.

L'assenza del crogiolo è un vantaggio di questo processo perchè vengono limitate le impurezze. Grazie a queste caratteristiche l'efficienza delle celle prodotte con questo processo risulta essere tra le più elevate.

### 4.3.3 Solidificazione Direzionale (DS)

Con il metodo di solidificazione direzionale si ottiene silicio multi-cristallino che ha alcuni vantaggi; i costi di produzione sono minori e può essere utilizzata una materia prima con purezza minore. Le celle di Silicio multi-cristallino ottenute hanno però un'efficienza minore a quelle in Silicio mono-cristallino, dovute alla ricombinazione

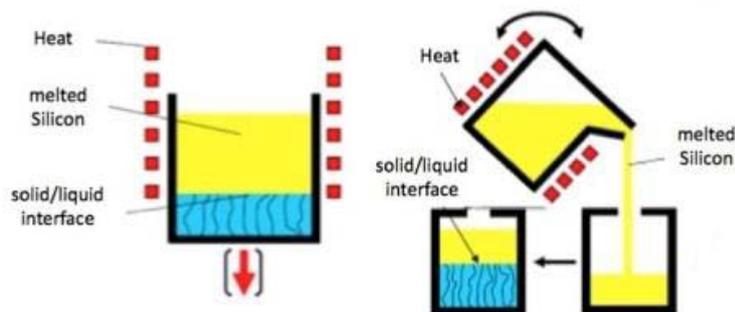


**Figura 4.7:** Schema per la crescita di un lingotto monocristallino con metodo floating zone

dovuta alla presenza di atomi di impurità e di difetti estesi come bordi di grano e dislocazioni.

Il Silicio viene caricato in un crogiolo di quarzo rivestito di nitrato di Silicio ( $Si_3N_4$ ), che previene all'adesione del lingotto con le pareti del crogiolo. Il materiale viene riscaldato fino ad essere portato tutto a fusione. Successivamente durante la fase di solidificazione il calore viene asportato prevalentemente dal basso in modo di far crescere i fronte di cristallizzazione dal basso verso l'alto.

Sono presenti svariati sistemi DS che differiscono nella taglia del lingotto, nella tecnologia di riscaldatori usati o in base alla metodologia di fabbricazione. Secondo quest'ultima è possibile distinguere:



**Figura 4.8:** Sistemi DS per la produzione di Silicio multi-cristallino

- DS Bridgman

Le fasi di fusione e solidificazione avvengono nello stesso crogiolo; la fase di solidificazione è realizzata attraverso lo spostamento del crogiolo o l'apertura della parte isolante inferiore.

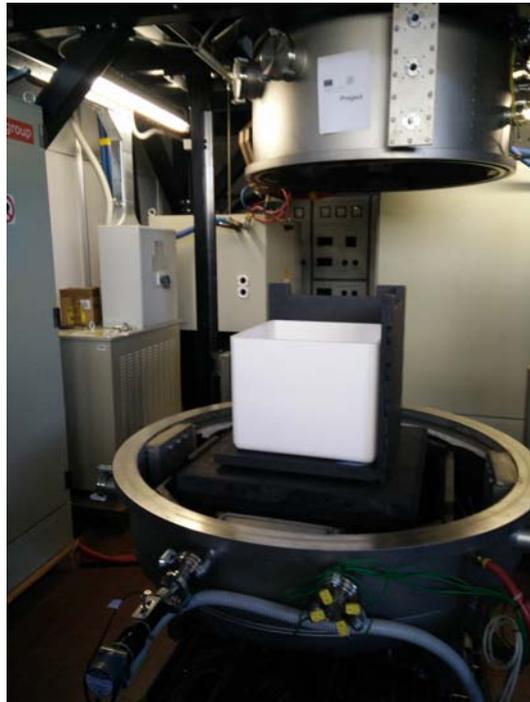
- DS Casting

Vengono utilizzati due crogioli; uno per la fusione e uno per la solidificazione. Vengono progettati due sistemi indipendenti per riscaldamento e raffreddamento che permettono di ottimizzare la produttività.

## Capitolo 5

# Forno iDSS

Nel laboratorio di elettrotermia dell'Università di Padova è stato progettato ed installato un forno per la produzione di Silicio policristallino iDSS di taglia G2.5(Figura 5.1).



**Figura 5.1:** Forno iDSS sperimentale G2.5

G sta per Generazione; cioè la dimensione del lato interno del crogiolo in Quarzo. Il lato è un multiplo delle dimensioni standard di una cella fotovoltaica, cioè 156mmx156mm, maggiorato di circa 30mm che verrà perso nella fase di taglio. Questa tipologia di forni sfrutta il metodo DS, cioè solidificazione direzionale, che permette la crescita direzionale di lingotti.

Ad oggi la maggior parte dei sistemi DS è usata per forni con resistori che forniscono la potenza termica, tecnologia ormai matura e semplice. Con gli anni oltre

a aumentare la capacità dei forni con l'aumento della quantità di silicio trasformato durante un singolo ciclo di processo, si sta cercando di migliorare l'efficienza.

Il forno iDSS(induction Directional Solidification System) è una tipologia innovativa rispetto ai tradizionali forni DS. Il riscaldamento ad induzione porta ad un miglioramento dell'efficienza, ma comporta un aggravio al costo dovuto alla realizzazione e progettazione di vari componenti tra cui trasformatori, convertitori, induttori e di un sistema di refrigerazione. L'impianto di riscaldamento è costituito da 3 gruppi di induttori:

- Induttore superiore
- Induttore laterale
- Induttore inferiore

Ogni induttore è alimentato da un convertitore da 60 kW di potenza nominale in uscita, potenza che può essere variata attraverso il sistema di controllo del PLC. Questa potenza massima può essere erogata solamente se tensione e corrente raggiungono i valori limite di 295 V e 216 A. La frequenza in uscita è compresa tra 1 e 10 kHz e si adatta al circuito risonante formato dal circuito RLC. I tre convertitori sono alimentati da un autotrasformatore trifase, che abbassa la tensione per avere una maggior corrente.



**Figura 5.2:** Induttori laterale e superiore installati nel forno iDSS

Al centro della camera a vuoto è inserito il crogiolo in quarzo, che può contenere al massimo 120 kg di silicio in chunks. Il crogiolo è circondato e sostenuto dai suscettori in grafite collegati tramite incastri. La corrente alternata che circola negli induttori crea un campo magnetico variabile che genera delle correnti parassite negli induttori. Queste correnti generano una potenza termica per effetto Joule.

Uno dei vantaggi principali di questo sistema è che la potenza termica è trasmessa al carico non solo per conduzione e irraggiamento ma anche per generazione di potenza Joule grazie alle correnti indotte. Queste permettono la deposizione localizzata della

potenza termica, hanno tempi di risposta brevi e limitano la quantità di calore dissipata per irraggiamento; quindi il sistema è più efficiente e flessibile. In questo sistema il trasferimento di calore è al cuore del sistema, quindi è possibile lavorare con temperature più basse a confronto dei sistemi DS standard con resistori e i materiali sono sottoposti a minori stress termici.

Attorno a tutti i suscettori, tranne per la parte inferiore, si trova l'isolante termico costituito da feltro rigido in grafite per uno spessore di 60mm.

## 5.1 Sistema di raffreddamento

Tutti gli induttori sono raffreddati con un sistema a liquido, per evitare la fusione del componente realizzato in rame sia per limitare l'aumento di resistività elettrica con l'aumento della temperatura.

Sono raffreddati anche la parte inferiore della camera in acciaio e tutti i componenti dell'elettronica di potenza.

L'induttore inferiore funge da scambiatore di calore per avere la solidificazione direzionale imponendo il corretto campo termico.

Tutta l'acqua che viene utilizzata per il raffreddamento viene raccolta nella vasca di miscelaggio. La vasca è collegata a due chillers per lo smaltimento del calore e si attivano quando l'acqua supera i 27°C.

Sopra la vasca di miscelaggio è installata la pompa che collega tutti i componenti che devono essere raffreddati.

E' presente un circuito di emergenza che immette acqua nel sistema direttamente dall'acquedotto in caso di rottura della pompa.

Per il sistema di raffreddamento sono stati installati vari strumenti di misura per tenere sotto controllo il corretto funzionamento. La condotta che raffredda l'induttore inferiore ha due sensori di temperatura e un flussometro che permettono di misurare la potenza termica scambiata con il DS-Block. Inoltre é presente un sensore di temperatura all'interno della vasca di miscelaggio per poter controllare il funzionamento dei chiller.

## 5.2 Sistema per il vuoto

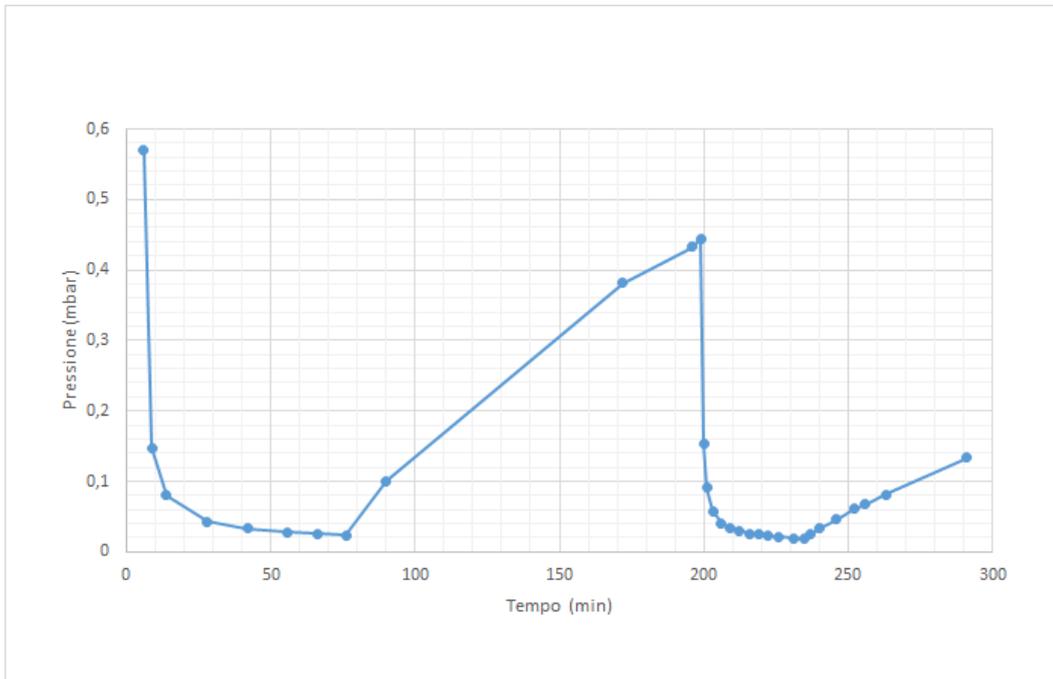
A causa dell'alta reattività del Silicio con l'aria è necessario avere una camera a vuoto per ottenere una purezza adeguata. Sono presenti varie tenute con guarnizioni, di cui la principale O-ring che permette la chiusura della camera.

Prima di iniziare la fase di riscaldamento è necessario portare la camera a vuoto e successivamente mantenerla in atmosfera controllata in Argon.

Vengono quindi attivate due pompe (una per l'alto vuoto e una per il basso vuoto) che in un ora circa portano la pressione a 0.002 mbar.

Questa fase permette di pulire la camera e degasare i materiali. Infatti durante il processo non deve essere presente ossigeno in camera perchè provocherebbe l'ossidazione dei suscettori in grafite. Dalla Figura 5.3 è possibile osservare l'andamento della pressione in camera. Inoltre nonostante si siano fermate le pompe la camera rimane con un pressione di circa 0.4mbar dopo circa 2 ore, dimostrando la tenuta della camera a vuoto.

A questo punto è possibile riempire la camera con l'Argon con un flusso di 30  $l/min$ .



**Figura 5.3:** Pressione durante la fase di pulizia

### 5.3 Sistema di misura

Al sistema PLC sono collegati tutti gli apparecchi di misurazione e possono essere controllati per tenere sotto controllo lo stato del processo o se ci sono anomalie durante il funzionamento.

Sono presenti 2 pressostati; PIRANI GAUGE è un misuratore di vuoto e permette il controllo della fase di pulizia del sistema, mentre STRAIN GAUGE è usato per tenere sotto controllo la pressione durante il processo.

Nella camera a vuoto sono presenti termocoppie di tipo R e tipo K. Nella zona calda sono posizionate le tipo R e sono:

- R5: misura la temperatura del suscettore inferiore
- R6: misura la temperatura del suscettore laterale
- R7: misura la temperatura del suscettore superiore

All'interno della camera a vuoto sono posizionate le termocoppie di tipo R che controllano le temperature in varie zone del sistema.

Sono posizionate nei seguenti punti:

- T1: nella zona nord dietro il supporto laterale
- T2: nella parte alta della camera a vuoto
- T3: nella zona sud dietro l'induttore laterale
- T4: all'ingresso dell'induttore laterale
- K1: in fondo alla camera
- K2: misura la temperatura del terminale in acciaio della termocoppia R6
- K3: nella zona ovest in fondo al supporto
- K4: nella zona est in fondo al supporto

Sono stata installate termocoppie PT100 per tenere sotto controllo la temperatura dell'acqua della vasca e due in ingresso e in uscita dell'induttore inferiore per calcolare la potenza asportata. Per calcolare quindi la potenza asportata oltre alla differenza di temperatura serve il flusso d'acqua che viene misurato da un flussometro.

Inoltre al PLC vengono riportati i valori di tensione, corrente, potenza e frequenza uscenti dai 3 convertitori.

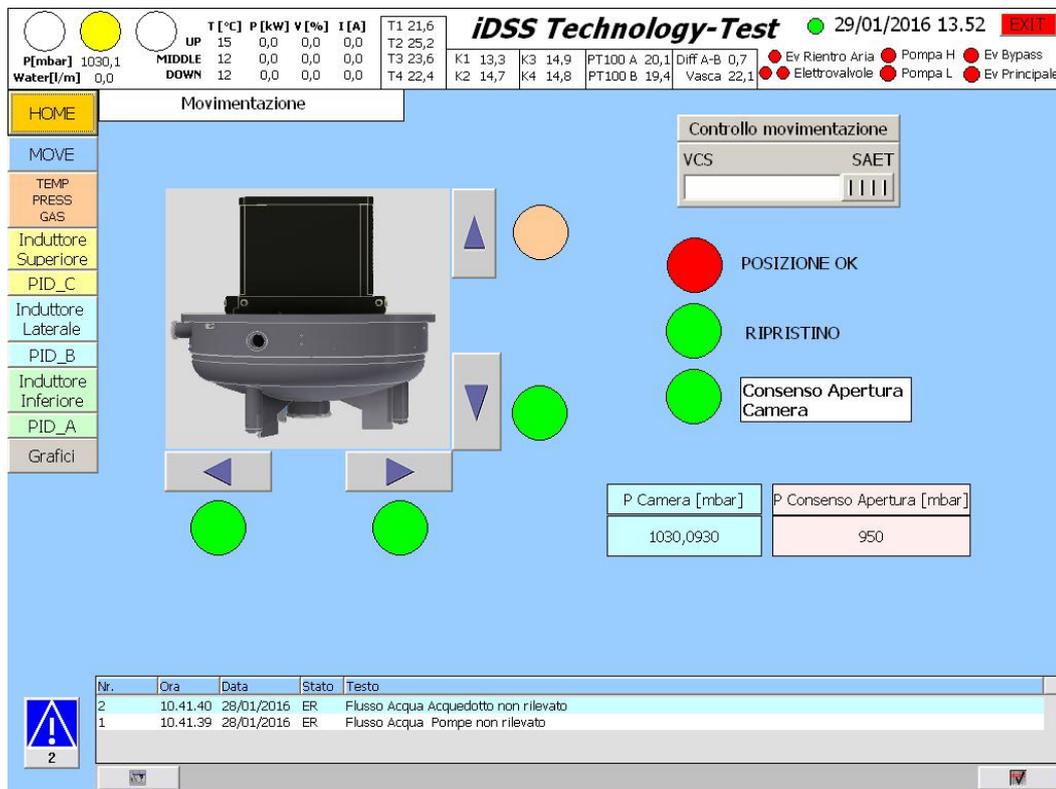
## 5.4 Interfaccia uomo-macchina HMI

Grazie all'interfaccia uomo-macchia HMI(Human-machine interface) è possibile controllare il sistema e comandare le operazioni nelle varie fasi. E' possibile tenere sotto controllo tutte le grandezze necessarie per il corretto funzionamento del sistema visto che tutti i strumenti di misura comunicano con i PLC.

Tramite il PLC è possibile comandare il funzionamento dei 3 convertitori, la fase di pulizia con l'accensione delle pompe e delle elettrovalvole, l'immissione dell'Argon in camera e la movimentazione della parte inferiore della camera a vuoto.

### 5.4.1 Sistema meccanico

Tramite il PLC è possibile comandare l'apertura della camera facendo scendere la parte inferiore lungo l'asse verticale e tramite un carrello farla scorrere verso la zona libera. Questi movimenti sono possibili grazie all'installazione di motori elettrici. E' possibile eseguire il movimento tramite l'interfaccia HMI usando i comandi in Figura 5.4.



**Figura 5.4:** Schermata grafica con i comandi per il movimento della parte inferiore della camera

E' impostata una pressione minima per poter aprire la camera a 950 mbar. E' presente anche un semaforo che indica con il colore verde se il sistema è chiuso completamente, con il giallo la camera è aperta. Durante la movimentazione della parte inferiore della camera è presente un segnale acustico.

### 5.4.2 Fase di pulizia della camera

Per iniziare la fase per portare la camera a vuoto è necessario accendere dal quadro le pompe dell'acqua di raffreddamento e il compressore. Tramite l'HMI è possibile comandare la chiusura dell'elettrovalvola per il rientro dell'aria in camera e si attivano le pompe per l'alto e il basso vuoto.

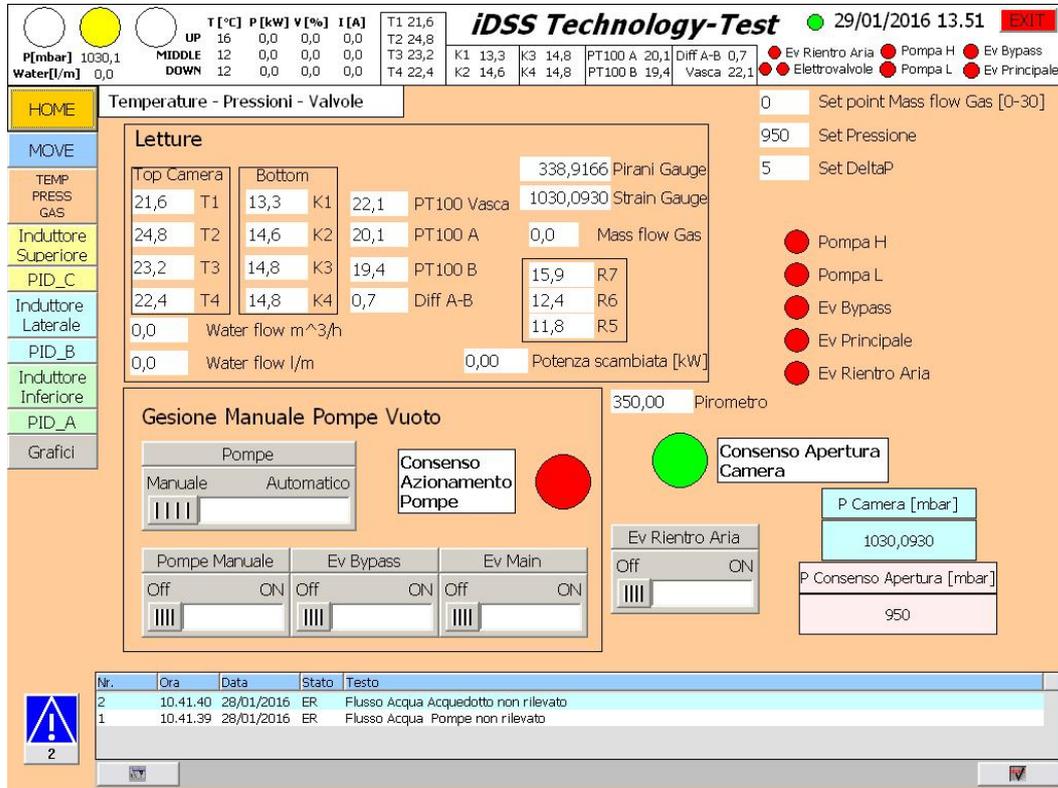


Figura 5.5: Schermata grafica con i comandi per attivare le pompe e le elettrovalvole e controllare le pressioni e le temperature della camera

## 5.4.3 Fase di riscaldamento

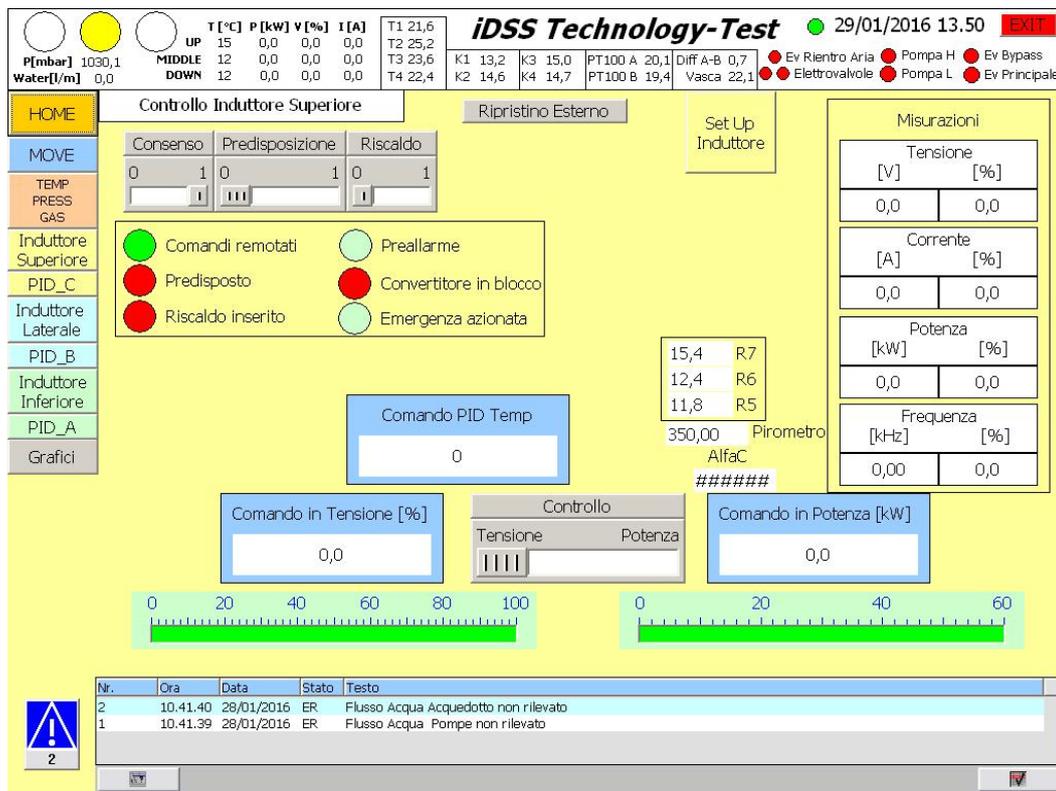


Figura 5.6: Schermata grafica con i comandi per il controllo del convertitore

Il sistema viene acceso grazie a un quadro posto a bordo macchina dove sono presenti gli interruttori per tutti i componenti del sistema.

Per utilizzare i convertitori si devono attivare in seguito i comandi "consenso", "predisposizione" e "riscaldamento" (Figura 5.6). Il convertitore può essere controllato con il comando in tensione, con il comando in potenza o con il comando sul controllo PID sulla temperatura. Se viene utilizzato il controllore PID è possibile limitare il valore di tensione percentuale di lavoro.

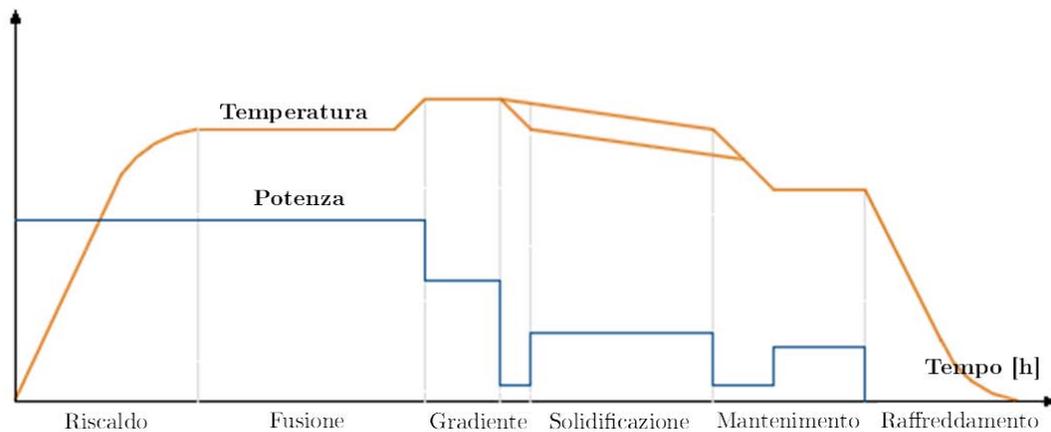
Nella zona misurazioni si controllano i valori di tensione, corrente, potenza erogata e la frequenza di lavoro.

## 5.5 Processo DS

In Figura 5.7 sono riportate le fasi di un processo DS con le relative temperature e potenze del processo.

Le fasi sono le seguenti:

- Riscaldamento del sistema
- Fusione del Silicio
- Imposizione di un gradiente di temperatura nel fuso
- Solidificazione direzionale
- Raffreddamento controllato
- Raffreddamento libero



**Figura 5.7:** Ciclo di un processo DS

La fase di riscaldamento avviene immettendo nel sistema la potenza in modo da avere opportuni gradienti di temperatura e temperature non troppo elevate nelle parti più sensibili. E' importante tenere conto di questi aspetti perchè influenzano la vita dei componenti del forno.

La seconda fase consiste nella fusione del silicio, e la velocità di riscaldamento diminuisce fino a giungere in un stallo all'inizio della fusione. Infatti la temperatura del materiale resterà circa costante nell'intorno della sua temperatura di fusione e l'energia fornita per il riscaldamento verrà assorbita sotto forma di calore latente.

Dopo aver fuso tutta la carica verrà innalzata ancora la temperatura per favorire i fenomeni convettivi per ottenere una migliore omogeneizzazione del fuso.

La fase più critica del processo è il raffreddamento e si inizia a sottrarre calore attraverso una parete fredda, solitamente il fondo del crogiolo, Si vuole ottenere, dissipando il calore nel fondo, un gradiente di temperatura nel fuso per avere la solidificazione direzionale. In questa fase si continuerà a fornire potenza dalla zona superiore.

La solidificazione inizia quando la temperatura del Silicio scende sotto la sua temperatura di fusione e i cristalli inizieranno a crescere dal fondo. Le velocità tipiche di solidificazione sono nell'ordine di 0,6-2,5 cm/h.

Terminata la fase di solidificazione il silicio viene raffreddato fino alla temperatura di mantenimento o annealing per favorire i processi termicamente attivati di diffusione intergranulare e i fenomeni di stress release.

Successivamente la fase di raffreddamento è eseguita prima in modo controllato per evitare eccessivi gradienti termici e successivamente in modo libero.

## Capitolo 6

# Prove sperimentali

In questo capitolo saranno riportati i risultati dei test effettuati nel forno iDSS. E' stato studiato il funzionamento dei convertitori e sono state valutate le fasi di riscaldamento e raffreddamento del sistema controllando le temperature nei suscettori e all'interno della camera.

Prima di effettuare i test descritti successivamente sono state fatte varie prove per ricavare i parametri dei controllori PID. I PID (uno per ogni convertitore) acquisiscono in ingresso la temperatura (misurata dalla termocoppie R) e la confrontano con il valore di temperatura da raggiungere e come variabile in uscita hanno la tensione di uscita dei convertitori.

Sono stati aggiunti alcuni componenti al sistema di misura aggiungendo un pirometro che permetta di controllare la temperatura del silicio e una termocoppia di tipo R per poter utilizzare il controllore PID sul convertitore laterale.

### 6.1 TEST 1: Obiettivo 700°C

Nei test precedenti sono stati ricavati i parametri del PID dell'induttore superiore che verranno utilizzati nelle prove. E' stato fissato come obiettivo di raggiungere 700°C nel suscettore superiore in grafite e mantenere tale temperatura per 20 minuti.

Prima della fase di riscaldamento è stata portata la camera in acciaio ad una pressione di 0.003mbar e poi è stata riempita di argon fino a raggiungere 950mbar.

E' stato fatto un riscaldamento a gradini utilizzando i controllori PID che controllano i convertitori. La tensione in uscita dal convertitore superiore è stata limitata al 40%.

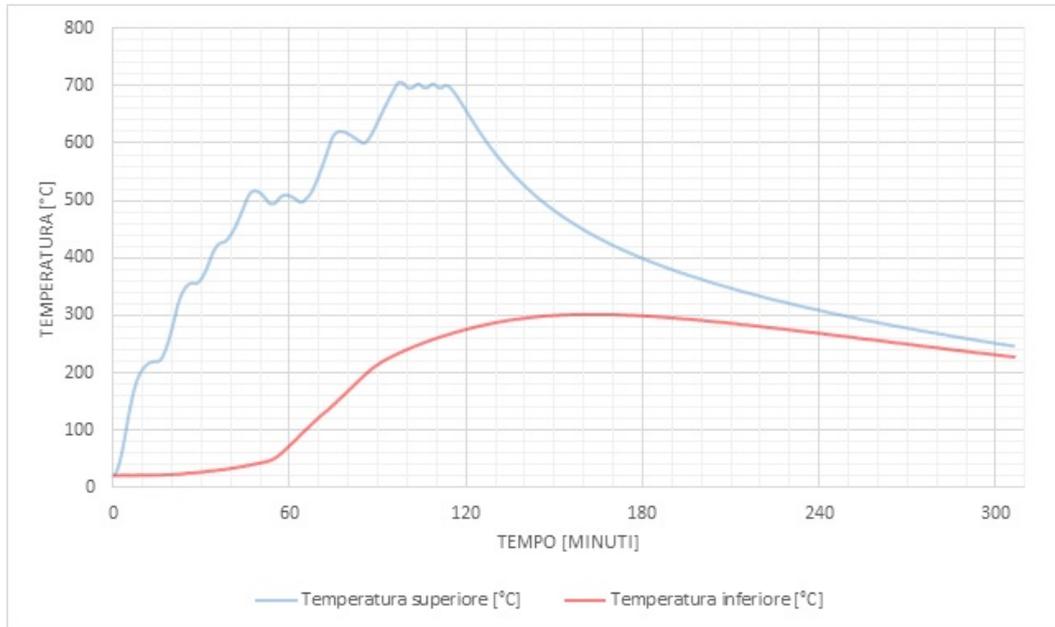
In questo test è stato utilizzato solamente il convertitore superiore per la fase di riscaldamento, mentre quello laterale è stato messo in funzione per fare diminuire la differenza di temperatura tra suscettore superiore e inferiore.

Nella prima fase del test è stata impostata la temperatura del PID e si è voluto osservare la temperatura alla fine di ogni transitorio. A causa dell'inerzia termica la temperatura ottenuta alla fine di ogni transitorio di riscaldamento è sempre maggiore di quella impostata nel PID. Aumentando la temperatura diminuisce la differenza tra quella di fine transitorio e quella impostata come si può notare nella tabella 6.1

Nella 6.1 si possono osservare gli andamenti delle temperature dei suscettori superiore e inferiore.

Numero step	T impostata sul PID [°C]	T fine transitorio [°C]
1	100	220
2	300	356
3	400	426
4	500	515
5	600	620
6	700	704

**Tabella 6.1:** Temperature impostate nel controllore PID del convertitore superiore e temperatura misurata nella termocoppia R7 a fine transitorio di riscaldamento



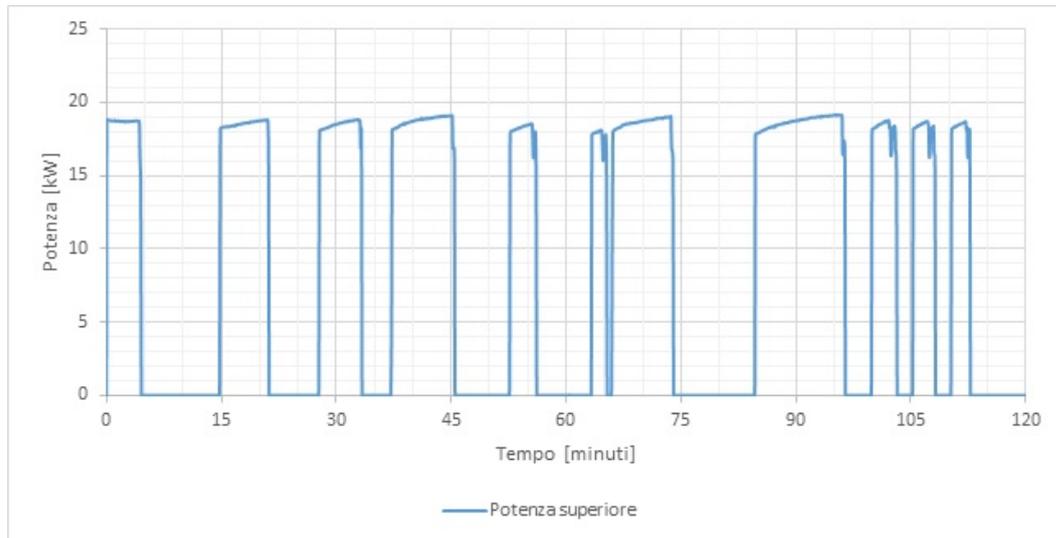
**Figura 6.1:** TEST 1-Temperatura dei suscettori superiore e inferiore durante il test

Come si può notare il suscettore inferiore, non ricevendo potenza dall'induttore inferiore, si scalda molto lentamente ed è stato necessario attivare l'induttore laterale per uniformare la temperatura del sistema e quindi per diminuire il gradiente di temperatura tra il suscettore superiore e quello inferiore.

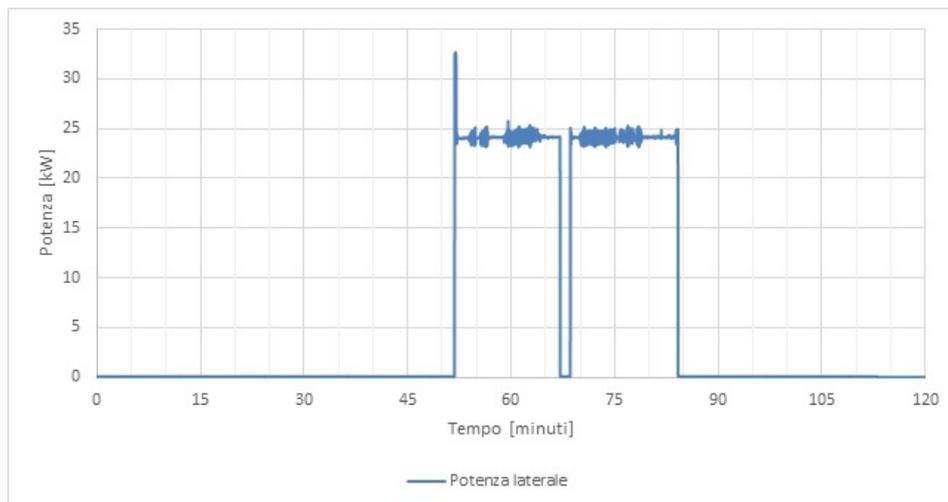
Dalla Figura 6.2 è possibile osservare la potenza uscente dal convertitore superiore. Quando la temperatura impostata sul controllore PID è stata raggiunta la potenza uscente viene annullata e inizia il transitorio termico.

Per abbassare il gradiente termico tra suscettore superiore e inferiore e ridurre i stress termici è stato attivato il convertitore laterale.

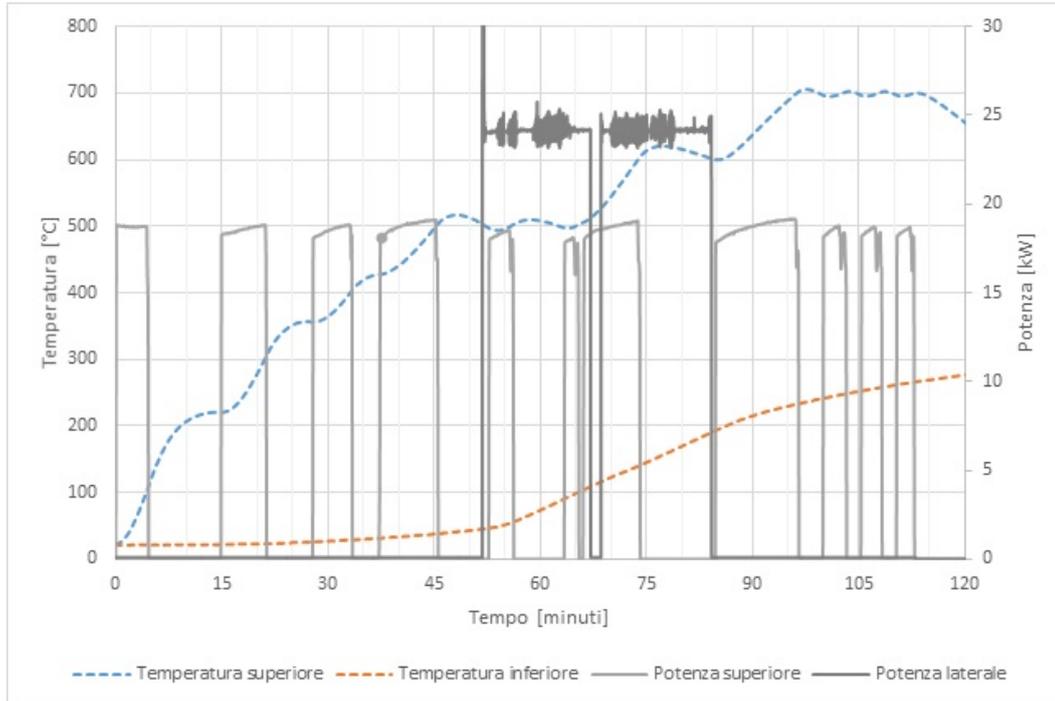
Come si può osservare infatti grazie all'accessione del convertitore laterale la temperatura del suscettore inferiore cresce più rapidamente. Interessante osservare come, soprattutto nei primi gradini di riscaldamento come visto in Tabella 6.1, nonostante il convertitore superiore abbia raggiunto l'obiettivo di temperatura e si sia spento, la temperatura del suscettore superiore continui ad aumentare.



**Figura 6.2:** TEST 1-Potenza erogata dal convertitore superiore

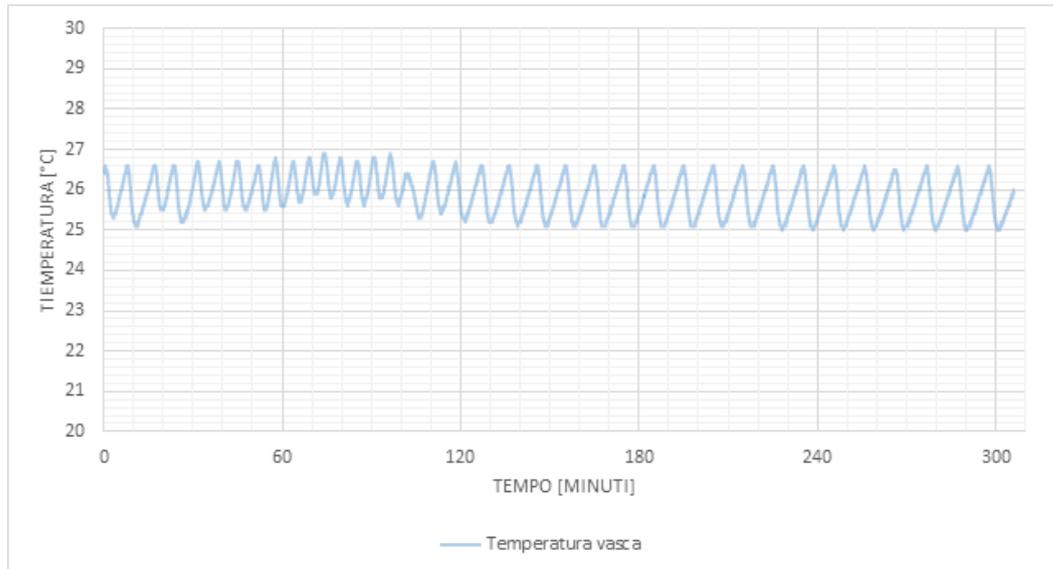


**Figura 6.3:** TEST 1-Potenza erogata dal convertitore laterale



**Figura 6.4:** TEST 1-Potenza erogata dai convertitori e Temperature dei suscettori

Per raffreddare e controllare gli induttori e la camera in acciaio viene fatta fluire una certa portata di acqua che viene raccolta nella vasca. Quando la temperatura dell'acqua contenuta nella vasca supera i  $27^{\circ}\text{C}$  i chiller vengono attivati e la raffreddano. Durante il processo e quindi al variare della temperatura i chiller intervengono con una frequenza diversa, come in Figura 6.5, dove è riportato l'andamento della temperatura dell'acqua della vasca durante il test.



**Figura 6.5:** TEST 1-Temperatura dell'acqua all'interno della vasca

## 6.2 TEST 2: Obiettivo 900°C

Prima di questa prova è stata installata una termocoppia di tipo R (R6), che misura la temperatura della parete laterale che viene utilizzata per il controllo PID del convertitore laterale. Nelle prove precedenti sono stati ricavati i valori dei parametri dei controllori PID del convertitori laterale e superiore che sono stati usati in questo test.

Dopo aver portato la camera a vuoto a 0.02mbar e iniettato l'argon si è passati alla fase di riscaldamento del sistema.

Per questa prova è stato fissato come obiettivo di raggiungere i 900°C nel suscettore superiore tenendo sotto controllo le temperatura degli altri due suscettori e all'interno della camera a vuoto.

Sono stati utilizzati il convertitore laterale e quello superiore. Il convertitore laterale è stato lasciato in funzione per quasi tutto il test mentre quello superiore al raggiungimento della temperatura impostata nel controllore PID viene lasciato spento per non avere un gradiente troppo elevato tra suscettore superiore e inferiore.

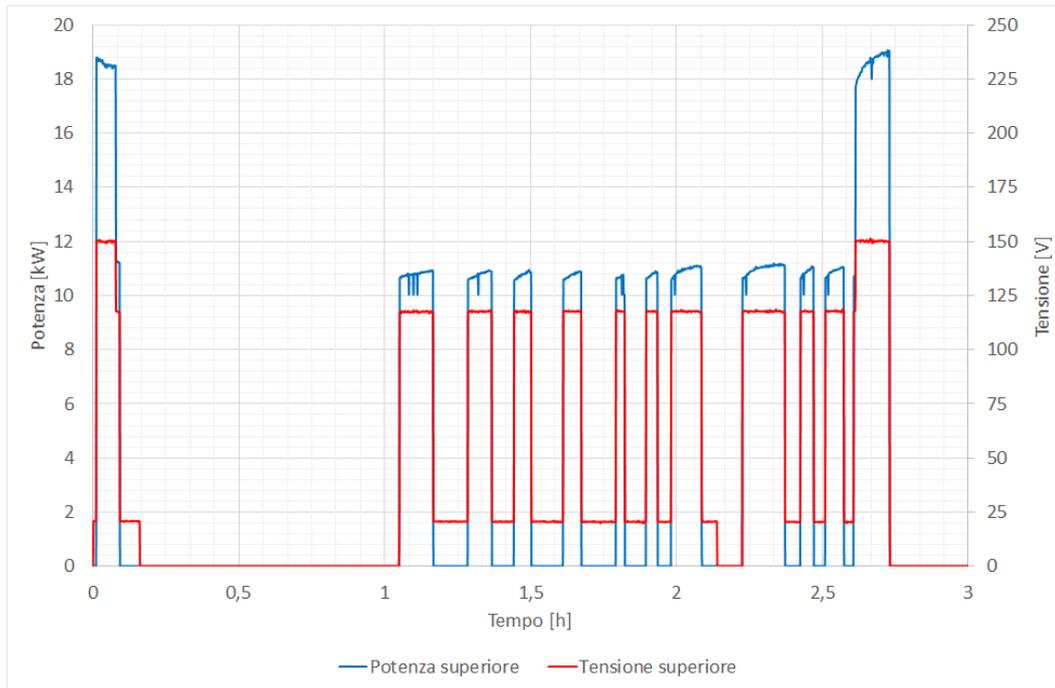
In Figura 6.6 è possibile osservare l'andamento della tensione e della potenza erogata dal convertitore superiore.

Nella Figura 6.7 è possibile osservare il funzionamento del convertitore laterale.

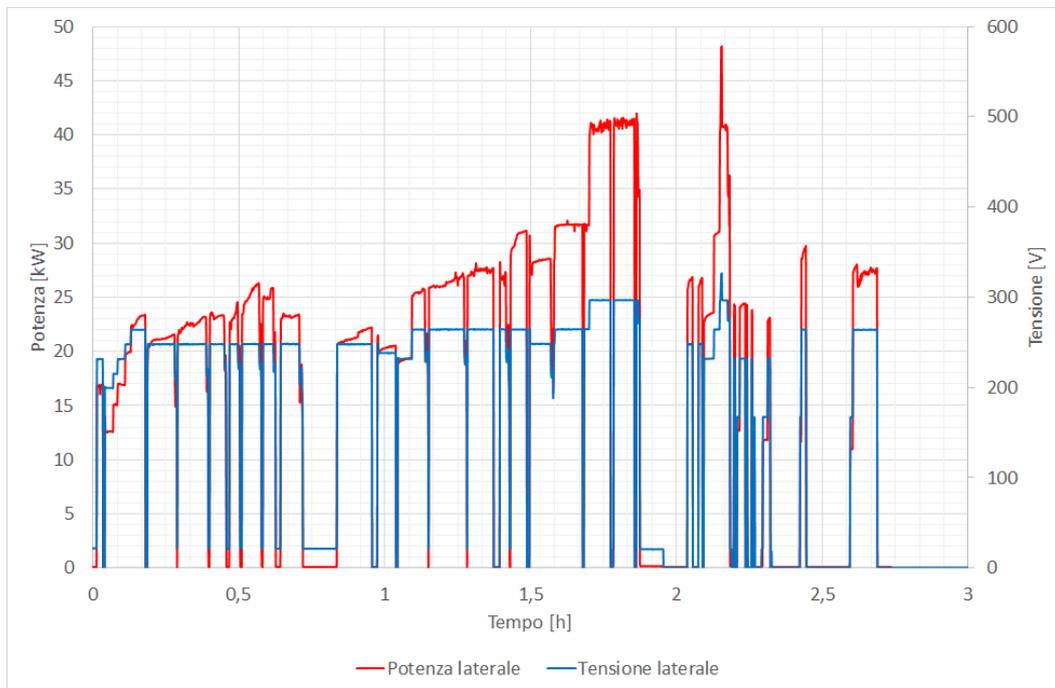
Il convertitore laterale deve fornire più potenza durante il test a causa della maggior area in cui agisce; infatti la potenza erogata media attorno ai 20-25 kW. E' stata erogata un picco di 40 kW per aumentare più velocemente la temperatura.

Sono state tenute sotto controllo le temperature dei suscettori, in figura 6.8, e si è cercato di mantenere un gradiente termico non troppo elevato tra suscettore superiore e inferiore.

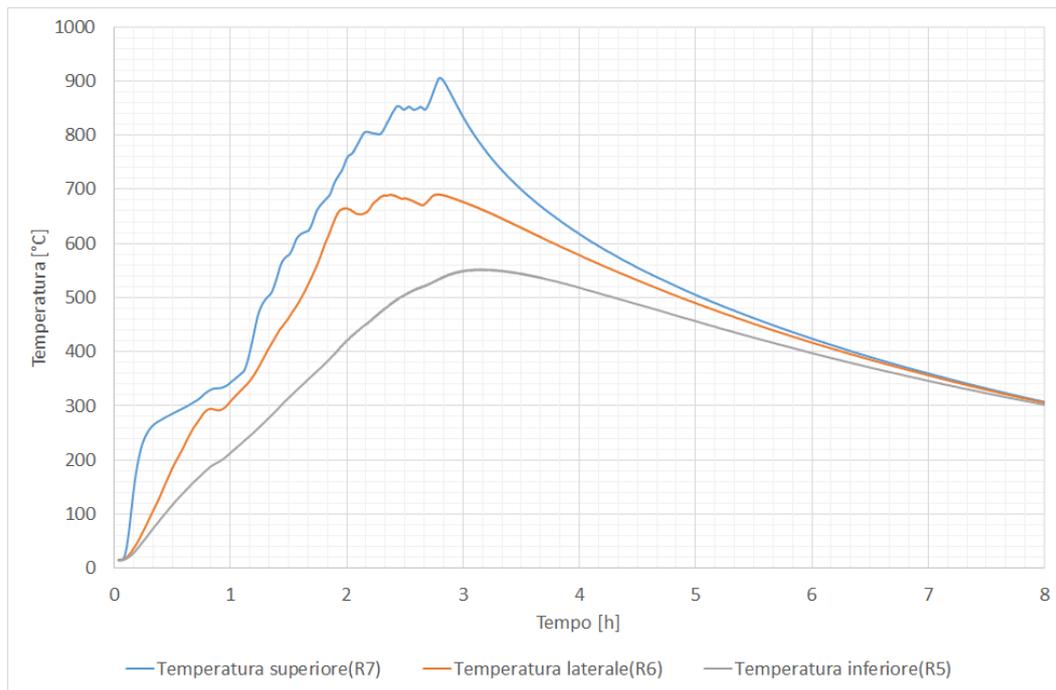
Inoltre attraverso le misure di temperatura all'interno della camera a vuoto ( 6.9 e 6.10) e con una termocamera sono stati controllati i vari componenti del sistema. Temperature troppo alte potrebbero danneggiare le guarnizioni per mantenere il



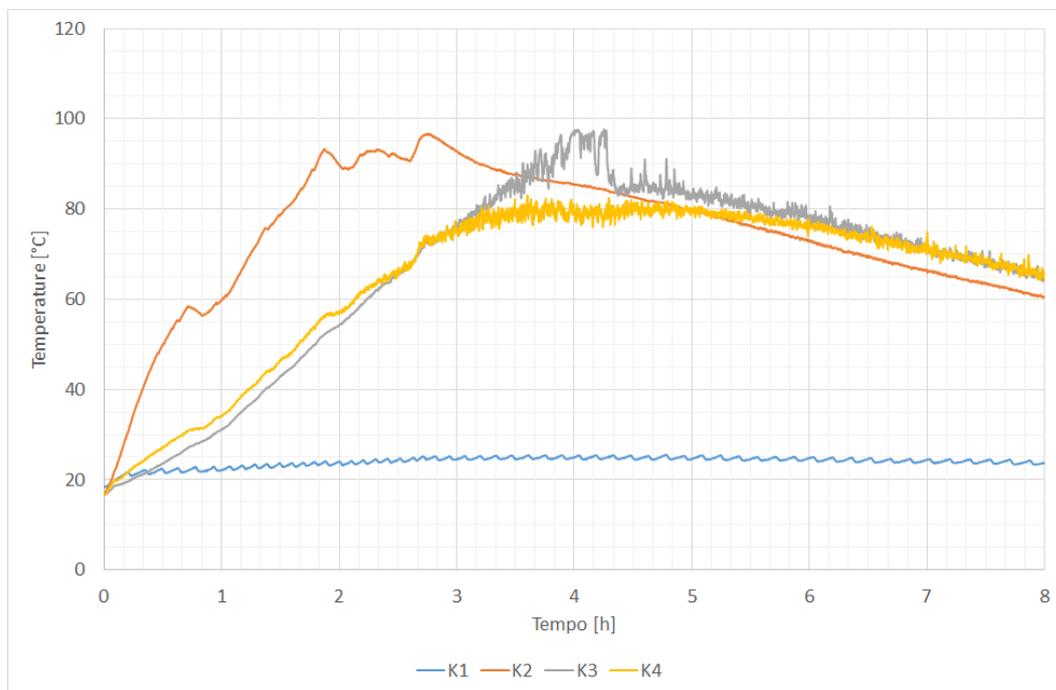
**Figura 6.6:** TEST 2-Tensione e potenza erogata dal convertitore superiore



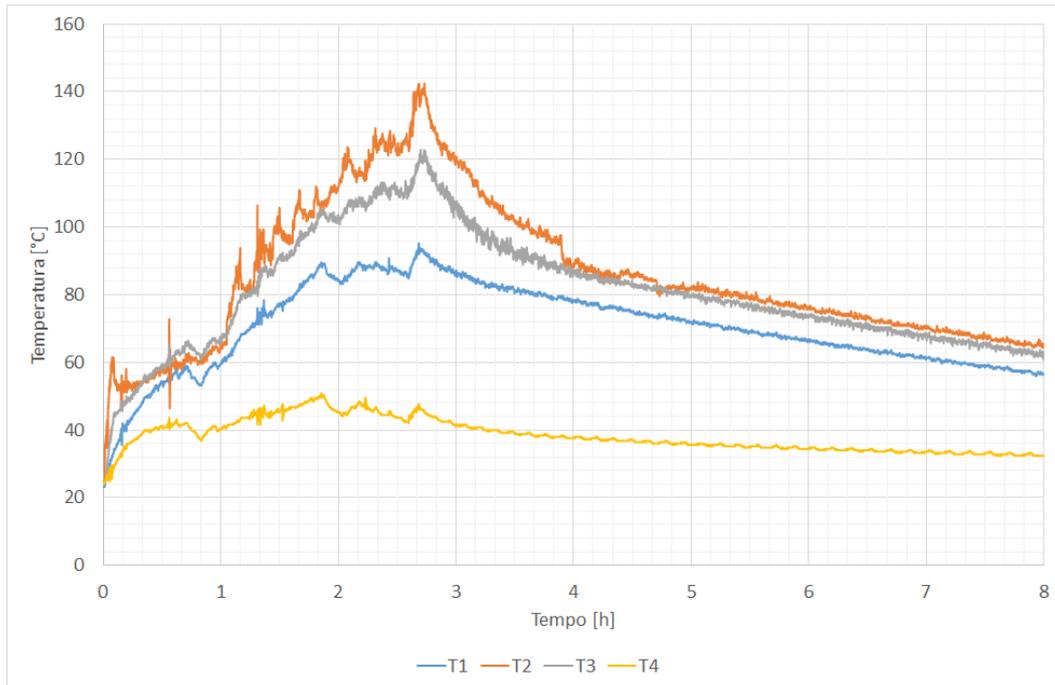
**Figura 6.7:** TEST 2-Tensione e potenza erogata dal convertitore superiore



**Figura 6.8:** TEST 2-Temperatura dei suscettori



**Figura 6.9:** TEST 2-Temperature all'interno della camera



**Figura 6.10:** TEST 2-Temperature all'interno della camera

vuoto. Le temperature più alte sono state raggiunte nella parte superiore della camera e infatti sono state tenute sotto controllo tutte le guarnizioni della parte superiore esterna del sistema.

### 6.3 TEST 3: Obiettivo 1500°C

Dopo le prove precedenti a temperature più basse per testare il funzionamento di tutti i componenti si è deciso di raggiungere la temperatura di 1500°C nel suscettore superiore, temperatura che dovrebbe essere sufficiente per fondere il silicio. Per arrivare alla fusione sono stati utilizzati l'induttore superiore e quello laterale, mentre quello inferiore risulta essere ancora inutilizzabile.

Dopo aver portato la camera a vuoto si è inserito l'argon con una portata di 30 l/min fino a raggiungere la pressione di circa 950 mbar. A questo punto sono stati attivati i convertitori ed è iniziata la fase di riscaldamento del sistema. Attraverso le termocoppie di tipo R sono stati misurati i valori di temperatura delle grafite e con le termocoppie di tipo K sono state misurate le temperatura in vari punti della camera a vuoto ma all'esterno della zona calda.

Durante il test grazie al controllo PID del PLC è stato possibile decidere la rampa della temperatura. Per evitare di avere stress termici che provocherebbero rotture del crogiolo in quarzo è consigliato utilizzare una rampa massima di 300°C/h. In questa prova non è stata seguita la rampa consigliata per poter raggiungere in tempi breve l'obiettivo.

E' stato inserito al centro del crogiolo del silicio per poter osservare il suo stato al termine del test e se in qualche punto ha raggiunto la temperatura di fusione. Durante



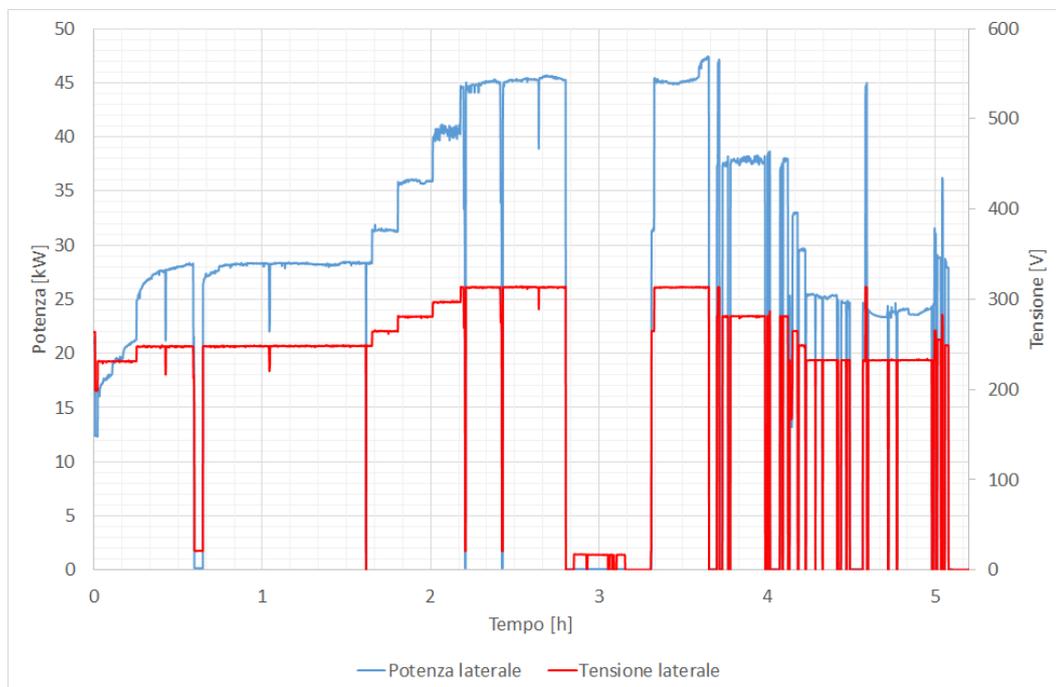
**Figura 6.11:** Pirometro



**Figura 6.12:** Allineamento del laser del pirometro

il processo si è potuto controllare la temperatura del Silicio grazie al pirometro ( Figura 6.11 ) che è stato installato nella parte superiore del sistema all'esterno della camera. Il pirometro misura temperature superiori a 350 °C ed è stato posizionato in maniera accurata per poter misurare la temperatura del silicio (Figura 6.12 ).

Il PLC attraverso il controllo PID sulla temperatura misurata dalle termocoppie di tipo R imposta la tensione in uscita al convertitore e quindi di conseguenza la potenza erogata. Attraverso il controllo è possibile limitare il valore di tensione in uscita e in questa prova è stata variata la percentuale di tensione partendo dal 70% e arrivando al 95% , testando il funzionamento del convertitore laterale come in 6.13 . Come si può osservare dal grafico durante la prova ci sono stati alcuni problemi e si è dovuto interrompere la fase di riscaldamento durante la terza ora e nella parte finale si è dovuto limitare la percentuale massima di tensione in uscita dal convertitore laterale per poter continuare il processo.

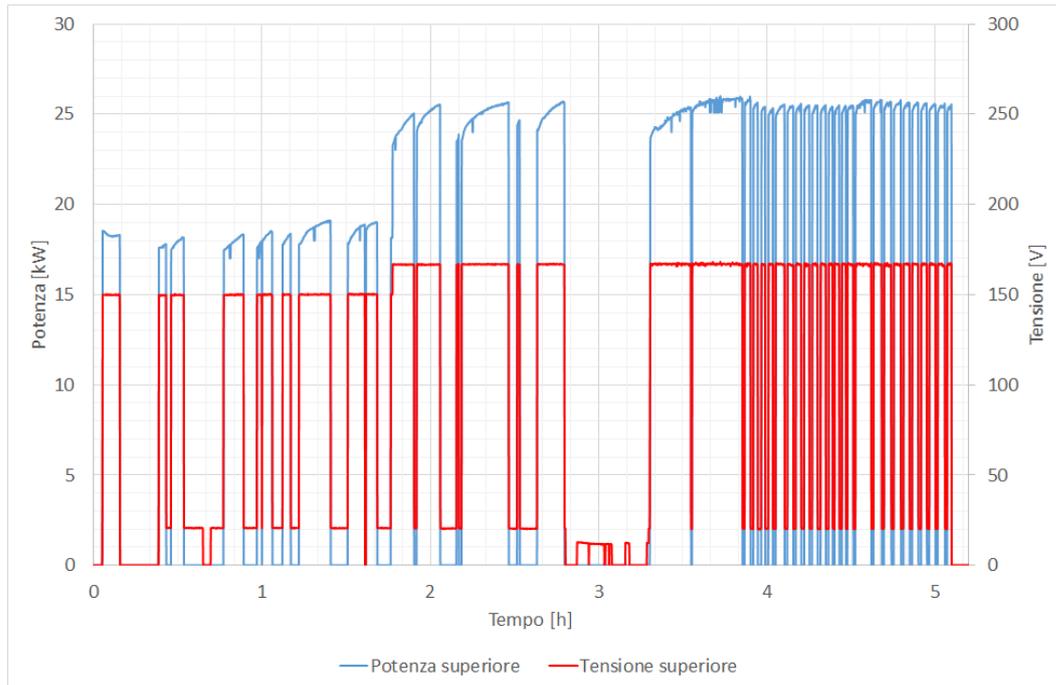


**Figura 6.13:** TEST 3-Tensione e Potenza in uscita al convertitore laterale

La tensione in uscita al convertitore superiore, riportata in Figura 6.14, è stata mantenuta per la maggior parte della prova costante visto che la potenza era sufficiente per far aumentare la temperatura del suscettore superiore.

La potenza uscente dai convertitori viene impostata dal valore percentuale della massima tensione imposta e dal valore della temperatura imposta nel controllo PID, come si può osservare dalle Figure 6.13 e 6.14

I suscettori in grafite si scaldano grazie alle correnti indotte come riportato in Figura 6.15. Si può osservare come aumenta la temperatura durante il processo con una rampa di circa 600 °C/h. L'obiettivo dei 1500 è stato raggiunto nella termocoppia R7 dopo circa 3 ore ed è stata mantenuta per più di un ora. Si può anche osservare come il blocco dei convertitori ha influito sulle temperatura portando



**Figura 6.14:** TEST 3-Tensione e Potenza in uscita al convertitore superiore

ad una riduzione nella R7 e R6, ma permettendo così al sistema di ridurre il gradiente di temperatura tra suscettore induttore e inferiore, cioè tra R7 e R5.

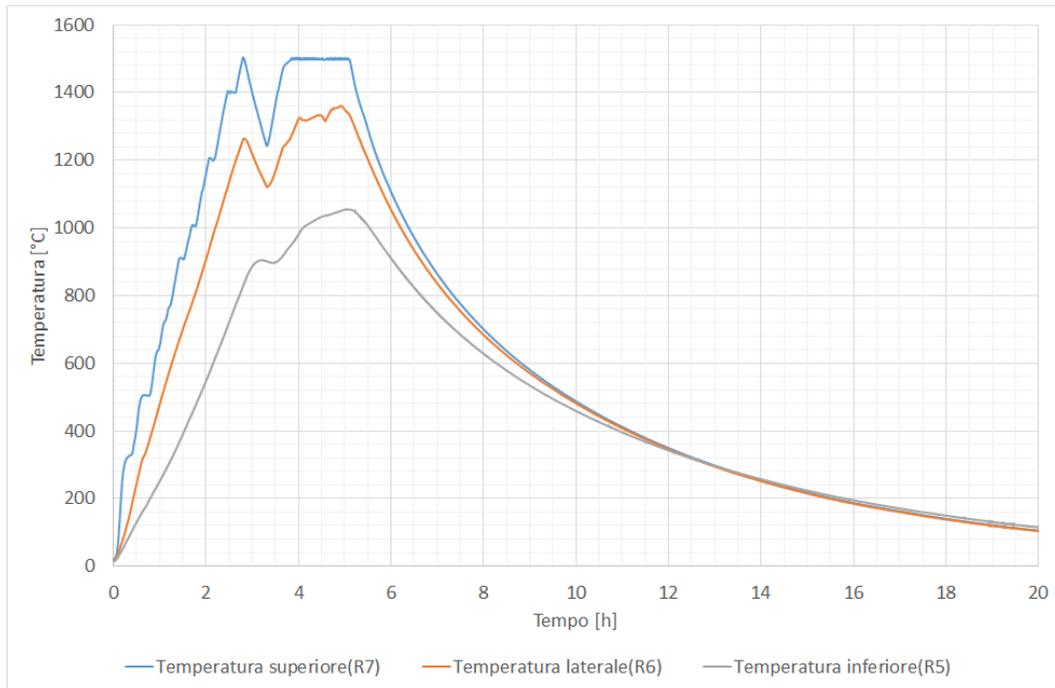
Dopo la fine della fase di riscaldamento, inizia la fase di raffreddamento e la portata d'acqua che circola in tutti gli induttori asporta il calore dal sistema. Dalla Figura 6.15 è possibile osservare come la fase di raffreddamento sia molto lenta; infatti per tornare a temperatura ambiente il sistema ci impiega più di 20 ore.

Per la fase di solidificazione direzionale è necessario asportare il calore dal fondo attraverso l'induttore inferiore che funge da sistema di asportazione del calore. Misurando la differenza di temperatura tra ingresso e uscita della portata dell'acqua circolante nell'induttore inferiore e misurando la portata di fluido circolante è possibile calcolare la potenza asportata. Nella Figura 6.16 è possibile osservare tale potenza e osservare come varia durante il test. E' stata ottenuta una curva media tra i valori per poter osservare l'andamento della potenza uscente dalla parte inferiore del sistema e come varia durante le fasi del test.

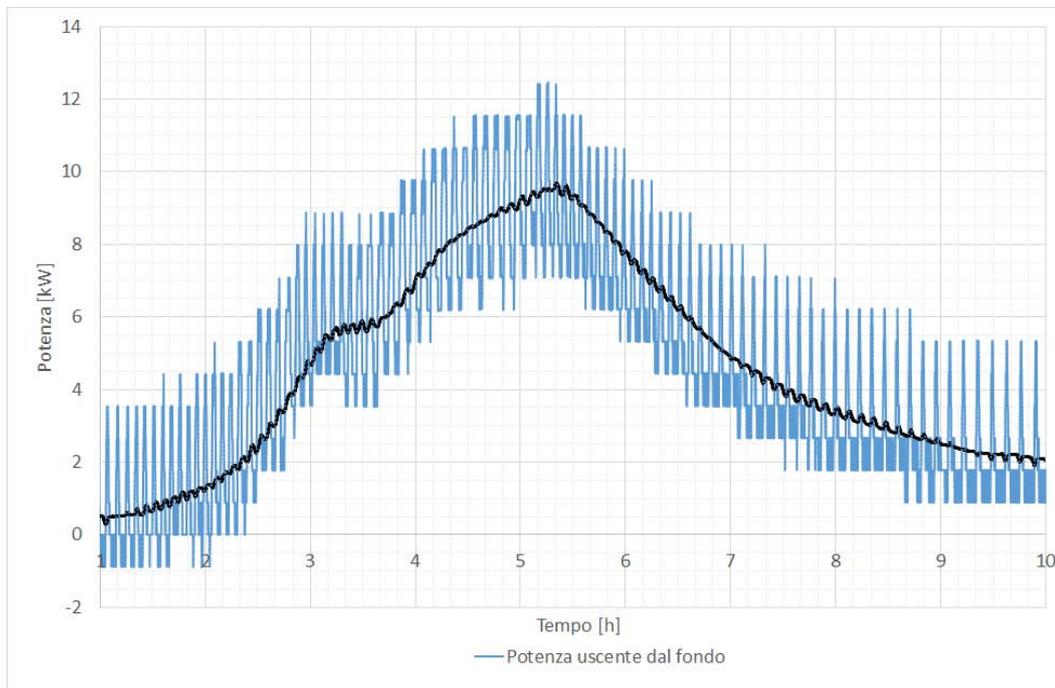
La portata d'acqua che raffredda il sistema viene raccolta nella vasca e viene raffreddata nei chiller quando supera i 27°C. Nella Figura 6.17 è possibile osservare la temperatura della vasca durante il test e come varia la frequenza di accensione dei chiller.

In 6.18 è riportata la misura ottenuta dal pirometro che controlla la temperatura e quindi lo stato del Silicio. La misurazione ottenuta non risulta corretta a causa della rottura del supporto in allumina, che ha causato la perdita dell'allineamento, e del deposito di carburo di silicio nel tratto di tubazione dove è collegato il pirometro.

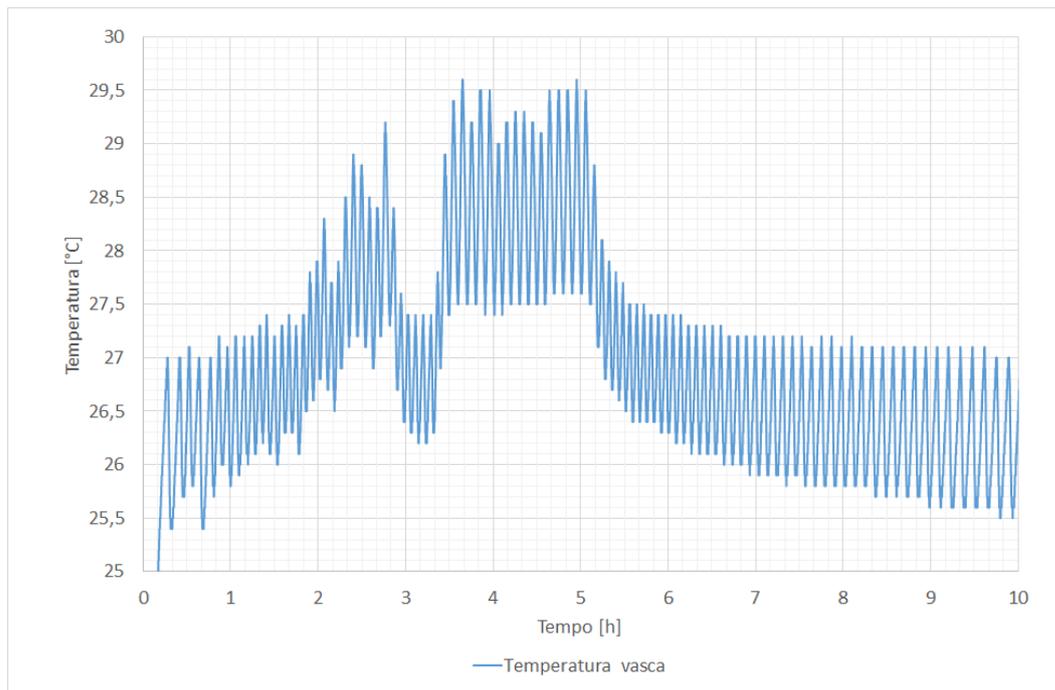
Dopo aver aperto la camera si è notato che il silicio posto dentro il crogiolo si era fuso, anche se non completamente, come si può osservare da Figura 6.19 e Figura 6.20.



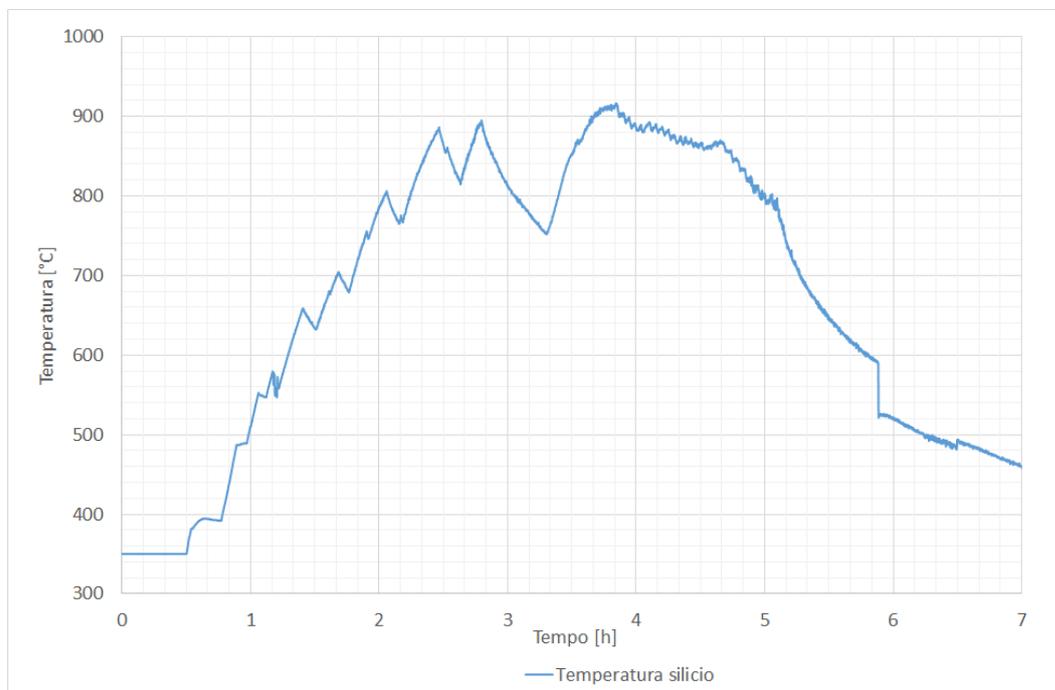
**Figura 6.15:** TEST 3-Temperatura dei suscettori in grafite



**Figura 6.16:** TEST 3-Potenza asportata dall'induttore inferiore



**Figura 6.17:** TEST 3-Temperatura della vasca



**Figura 6.18:** TEST 3-Temperatura del Silicio misurata dal pirometro



**Figura 6.19:** Silicio prima del test



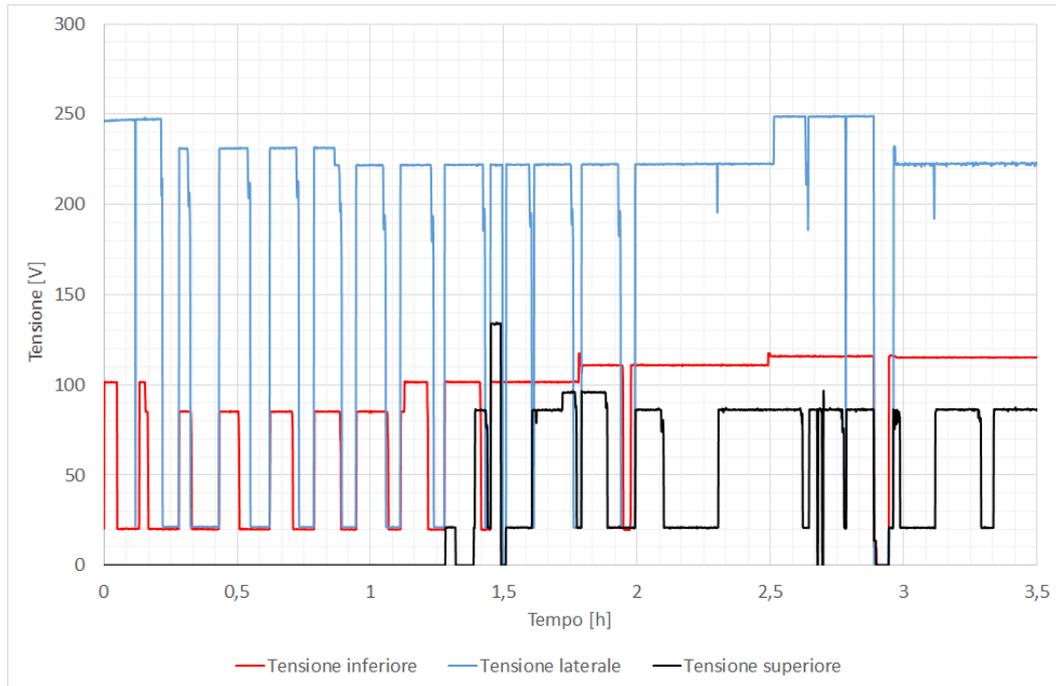
**Figura 6.20:** Silicio dopo il test

## 6.4 TEST 4: Obiettivo 1500 °C con rampa di 300 °C/h

Prima di questo test è stato riparato il convertitore inferiore sostituendo alcuni componenti danneggiati e sono stati calcolati i valori da utilizzare per il controllo PID.

E' stata fatta la fase di pulizia degansando i materiali e portando la pressione in camera a 0.016 mbar; successivamente si è inserito l'Argon.

Per questa prova si è deciso di utilizzare la rampa consigliata di 300 °C/h; quindi è stato effettuato un riscaldamento a gradini utilizzando i controllori PID in tutti i convertitori e aumentando l'input del controllore di 50-60 °C ogni 10 min.



**Figura 6.21:** TEST 4-Tensione in uscita ai convertitori

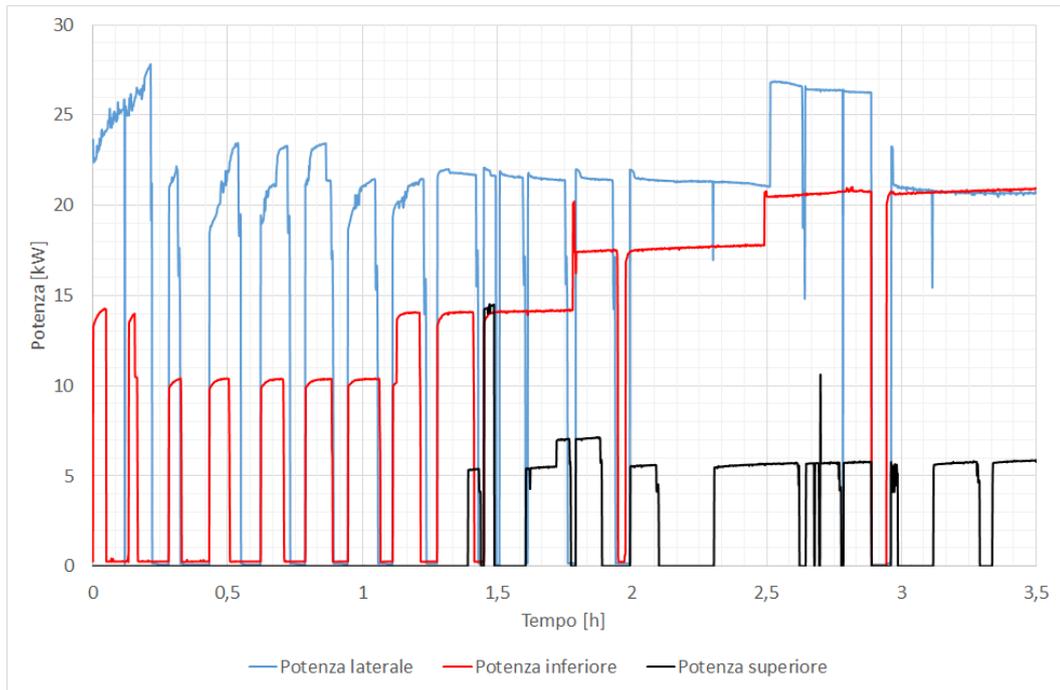
Per le prime fasi del test sono stati utilizzati solamente i convertitori laterale e inferiore, come si può notare dalle Figure 6.22 e 6.21.

Grazie all'induttore inferiore le temperature dei tre suscettori(6.23) sono state tenute circa uguali durante tutta la prova, solamente nella parte finale il suscettore inferiore è rimasto a una temperatura inferiore a causa dell'elevata potenza uscente dal fondo e a causa della scarsa capacità di fornire potenza del convertitore inferiore.

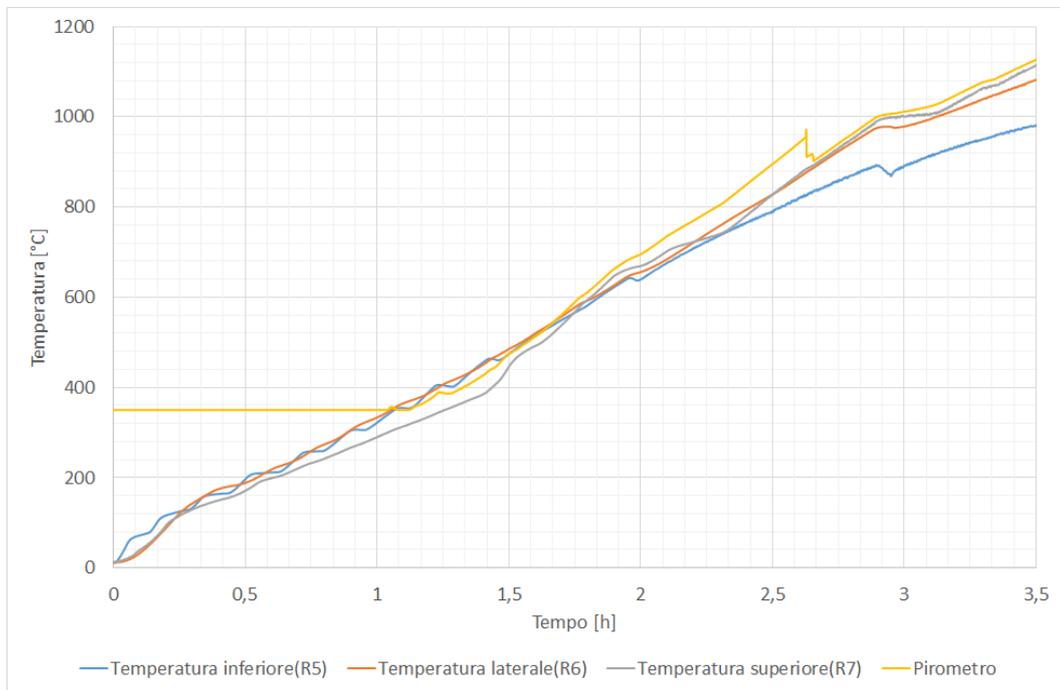
Nella Figura 6.24 si nota la potenza erogata dal convertitore inferiore e quella asportata dal flusso di acqua circolante nell'induttore e come nella parte finale della fase di riscaldamento queste potenze siano molto simili producendo uno scarso aumento di temperatura nel DS-Block.

La prova è stata interrotta per il malfunzionamento della termocoppia R6 dovuto al mancato contatto con il suscettore in conseguenza alla dilatazione dei materiali.

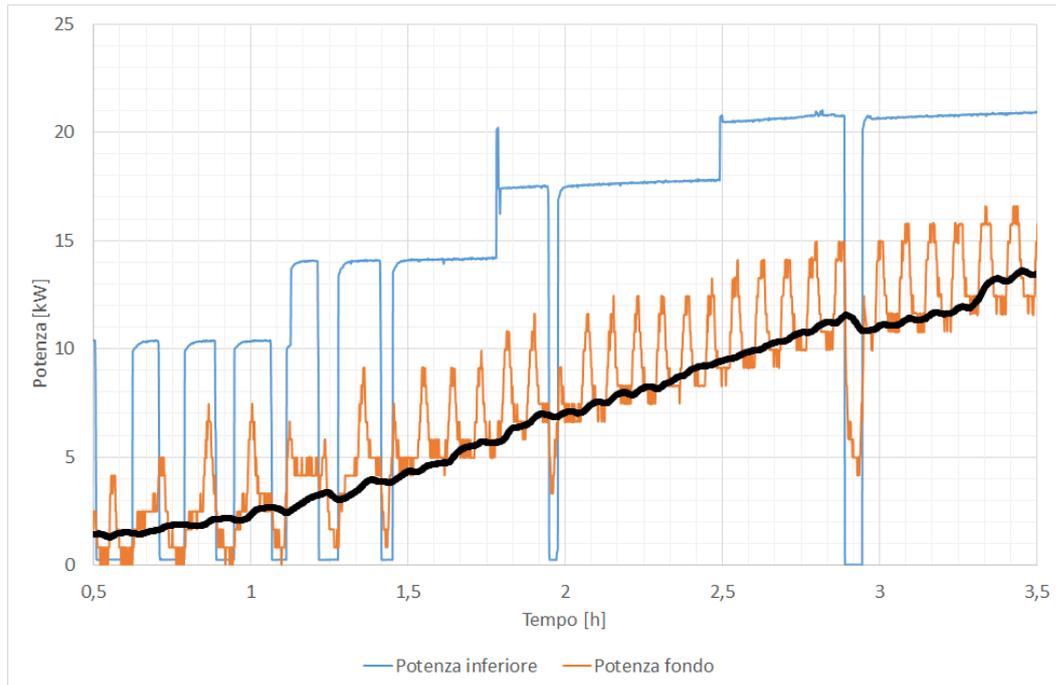
Dopo il problema riscontrato nelle precedente prova con il pirometro si è deciso di utilizzare un maggiore flusso di Argon ( $10 \frac{l}{h}$ ) per poter mantenere pulito il collegamento che permette di ottenere la misura.



**Figura 6.22:** TEST 4-Potenza erogata dai convertitori



**Figura 6.23:** TEST 4-Temperatura dei suscettori e misura del pirometro



**Figura 6.24:** TEST 4-Potenza erogata dal convertitore inferiore e potenza asportata dall'acqua circolante nell'induttore inferiore

## 6.5 TEST 5: Obiettivo fondere 2 kg di Silicio

Nelle prove precedenti è stato testato il funzionamento dei tre convertitori e di tutti i componenti della camera. Sono stati inseriti all'interno del crogiolo 2 kg di polysilicon in chucks(6.36). E' stata portata la camera a vuoto riscaldando i suscettori superiore e inferiore per far degasare i materiali. Successivamente si è inserito Argon in camera fino ad arrivare alla pressione di 600mbar.

La fase di riscaldamento è iniziata attivando i convertitori inferiore e laterale e successivamente quello superiore.

E' stato effettuato un riscaldamento a gradini comandando un incremento all'input dei controllori PID di 60-70 °C ogni 10 minuti.

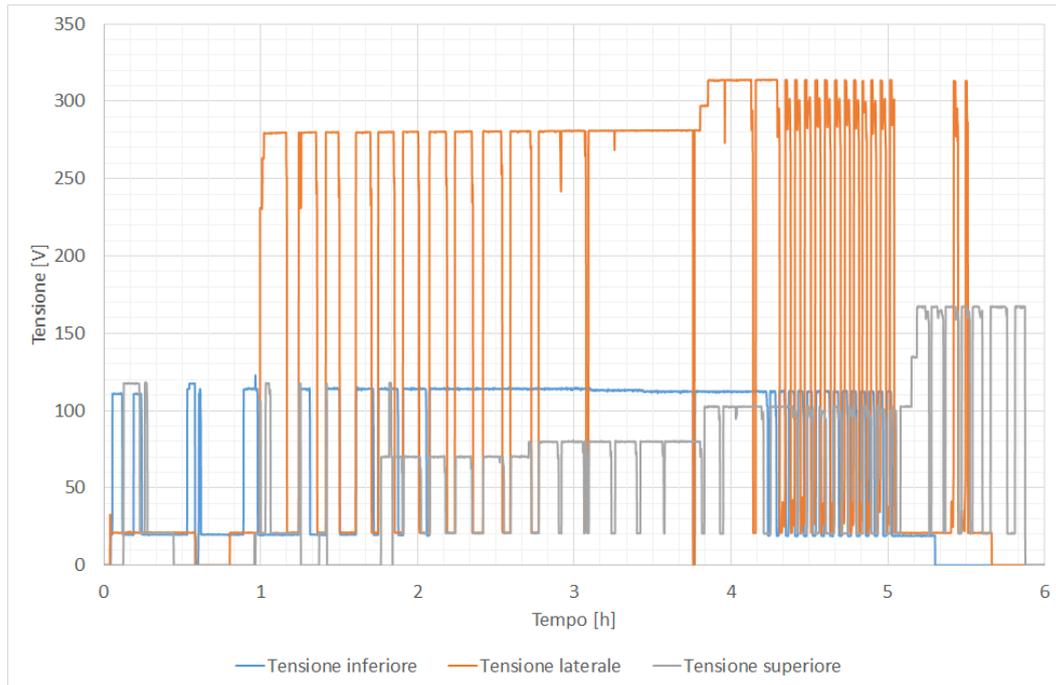
Inserendo nei grafici i valori degli step utilizzati nella fase di riscaldamento (6.2) è possibile notare come si riscaldano i suscettori seguendo l'obiettivo imposto. Nelle prime fasi i convertitori riescono a portare i suscettori alla temperatura voluta e azzerano la potenza fino allo step successivo. A temperature più alte (700 °c per il convertitore inferiore e 900-1000°C per i convertitori laterale e superiore) i convertitori funzionano senza interruzioni.

Come nel test precedente a circa 900°C la temperatura suscettore inferiore, visto l'assenza dell'isolamento nella parte inferiore per facilitare la solidificazione direzionale, aumenta molto lentamente e la maggior parte della potenza viene asportata dall'acqua.

Dai grafici degli andamenti della frequenza di lavoro dei convertitore è possibile notare come le frequenze dei convertitori superiore e inferiore varino molto poco(circa 0,05). Mentre la frequenza di lavoro del convertitore laterale varia molto di più(0,15

Numero step	T PID inferiore [°C]	T PID laterale [°C]	T PID superiore [°C]
Degasaggio			
1	100	0	0
2	150	0	100
3	150	0	150
Fase di riscaldamento			
1	300	300	280
2	370	370	340
3	440	440	410
4	510	510	480
5	580	580	550
6	650	650	620
7	720	720	690
8	790	790	770
9	860	860	840
10	930	930	910
11	1000	1000	1000
12	1070	1070	1070
13	1140	1400	1140
14	1210	1210	1210
15	1050	1280	1300
16	1100	1300	1350
17	1100	1350	1400
18	1100	1360	1450
19	1100	1400	1460
20	1100	1400	1500

**Tabella 6.2:** Temperature impostate nel controllore PID dei convertitori



**Figura 6.25:** TEST 5-Tensione in uscita al convertitore

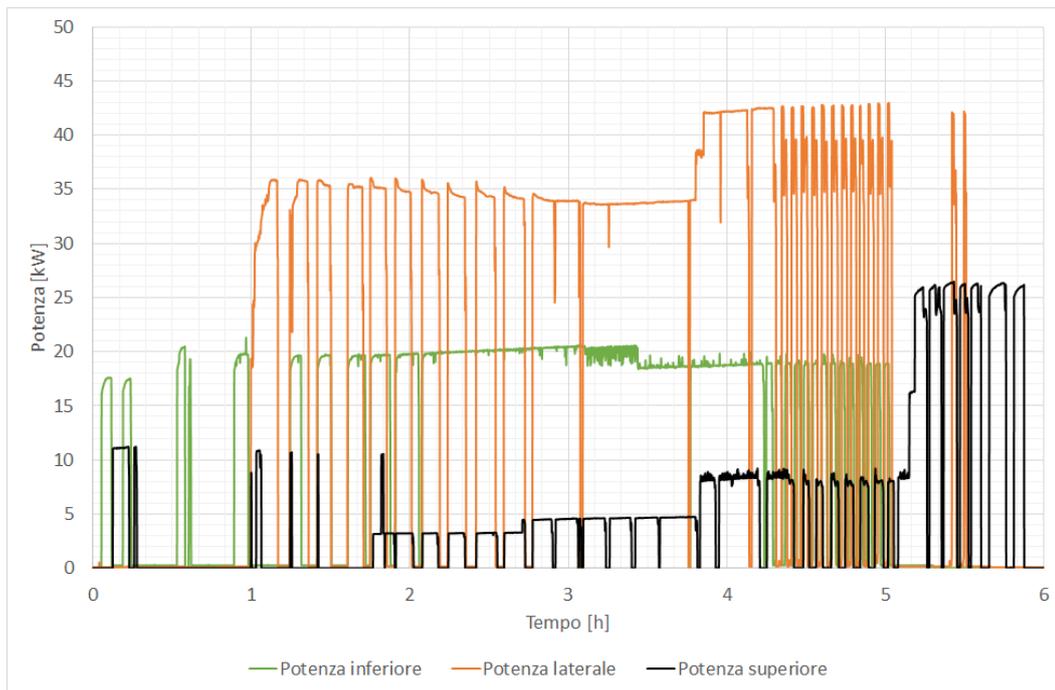
nel processo) a causa dell'espansione dei suscettori laterali che permette un miglior contatto e quindi una maggior circolazione di corrente.

Durante la prova inoltre sono state tenute sotto controllo le temperature all'esterno della camera con una termocamera e una termocoppia.

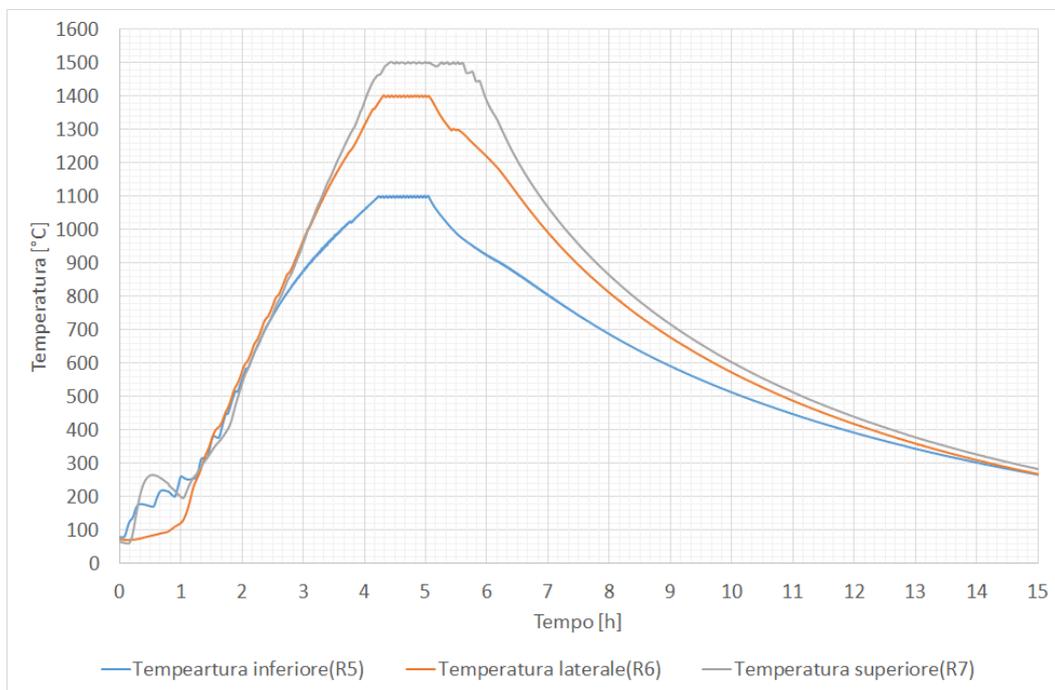
Dalla Figura 6.35 si può notare l'andamento della temperatura dell'acqua nella vasca. Dalla quarta ora alla sesta ora del test l'acqua è rimasta sempre ad una temperatura superiore ai 27 °C e i chillers hanno lavorato in modo continuativo.

Dopo circa 4 ore di funzionamento, tenendo conto anche della fasi di pulizia, si è arrivati alla temperatura di fusione del Silicio. Quando il Silicio ha raggiunto la temperatura di fusione (1414 °C) e questa è rimasta costante per qualche minuto per fornire il calore latente di fusione si è potuto correggere il valore dell'emissività per ottenere la misura corretta della temperatura.

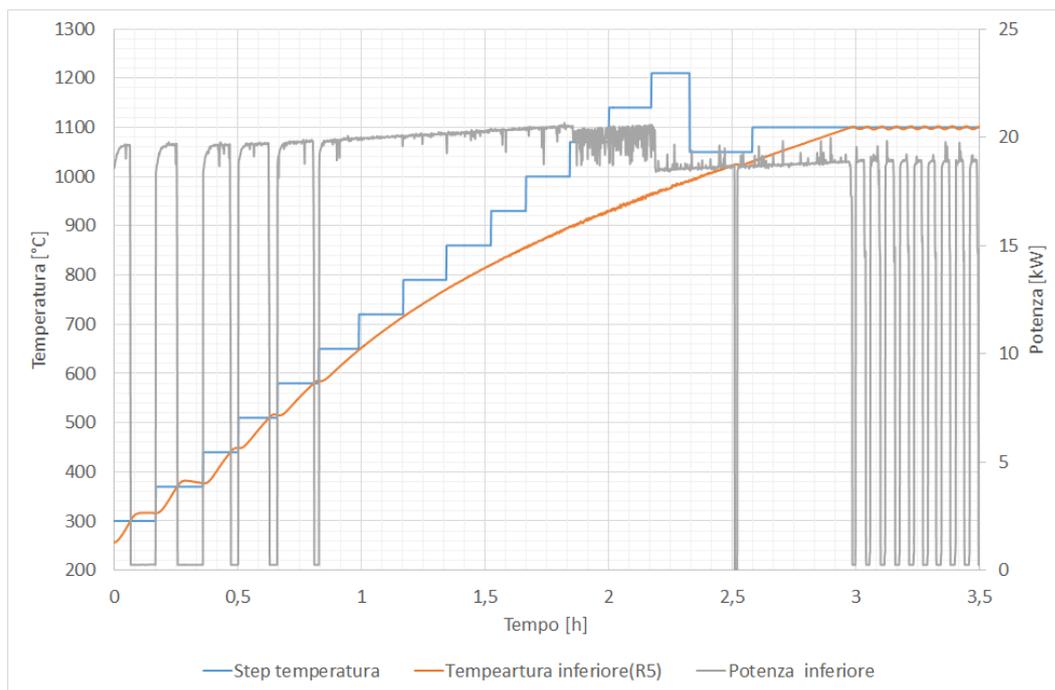
Il Silicio solidificato (Figura 6.37) ottenuto durante la solidificazione si è incollato al crogiolo a causa della mancanza del coating. In un test con la completa carica di circa 100 kg di polysilicon è necessario utilizzare un crogiolo certificato con coating di nitrato di silicio per evitare che il lingotto si incolli alle pareti del contenitore.



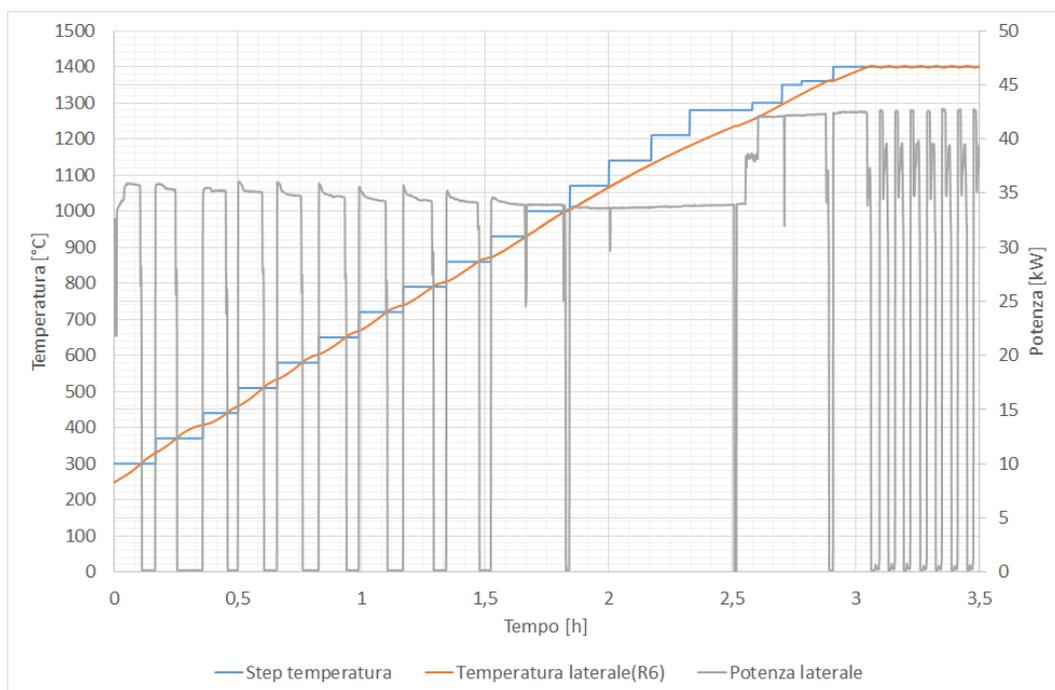
**Figura 6.26:** TEST 5-Potenza erogata dai convertitori



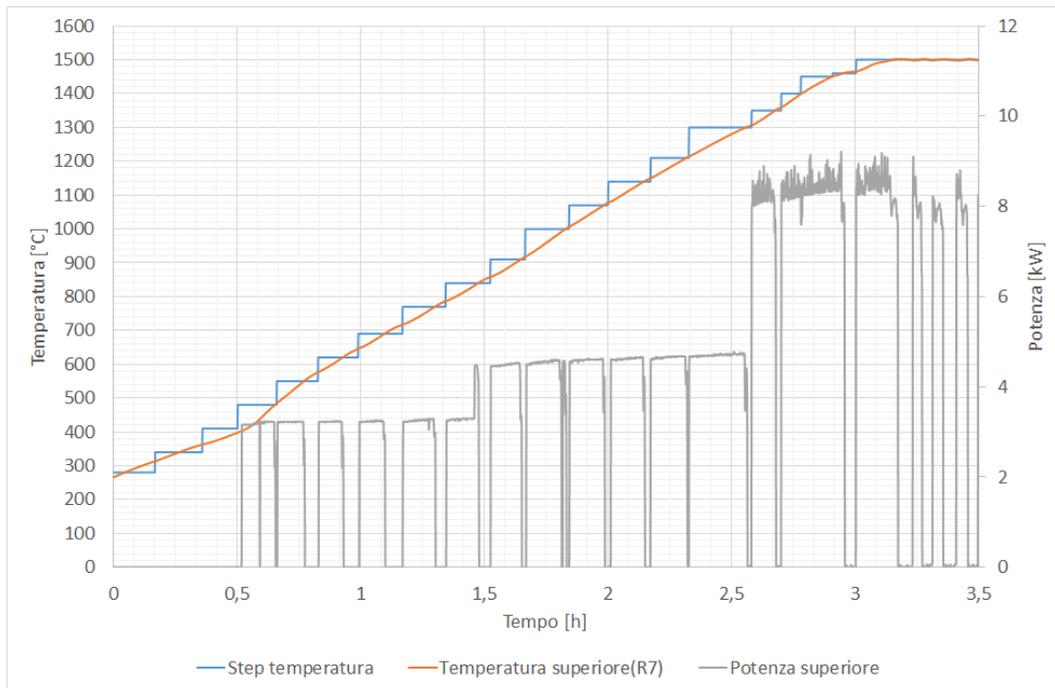
**Figura 6.27:** TEST 5-Temperatura dei suscettori



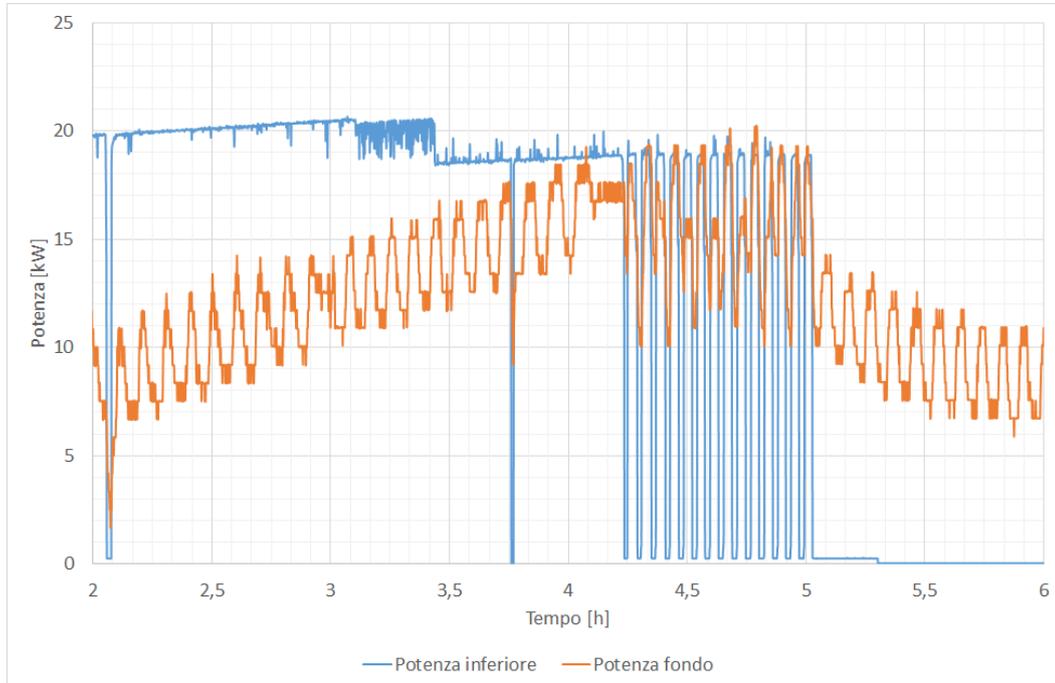
**Figura 6.28:** TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, temperatura del suscettore inferiore e potenza erogata dal convertitore inferiore durante la fase di riscaldamento



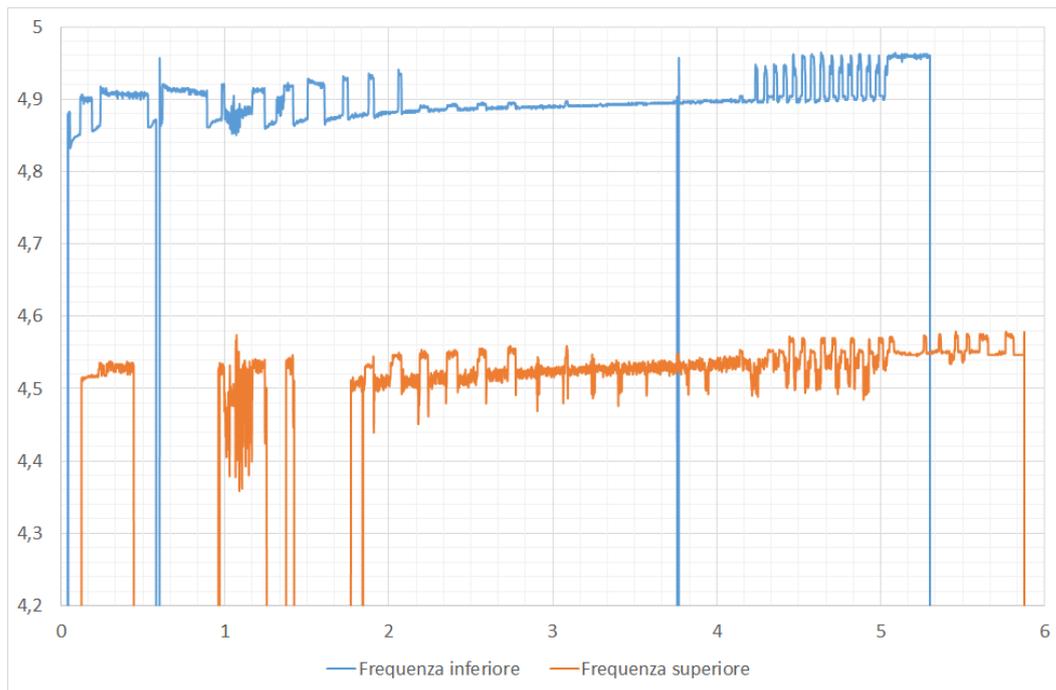
**Figura 6.29:** TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, temperatura del suscettore laterale e potenza erogata dal convertitore laterale durante la fase di riscaldamento



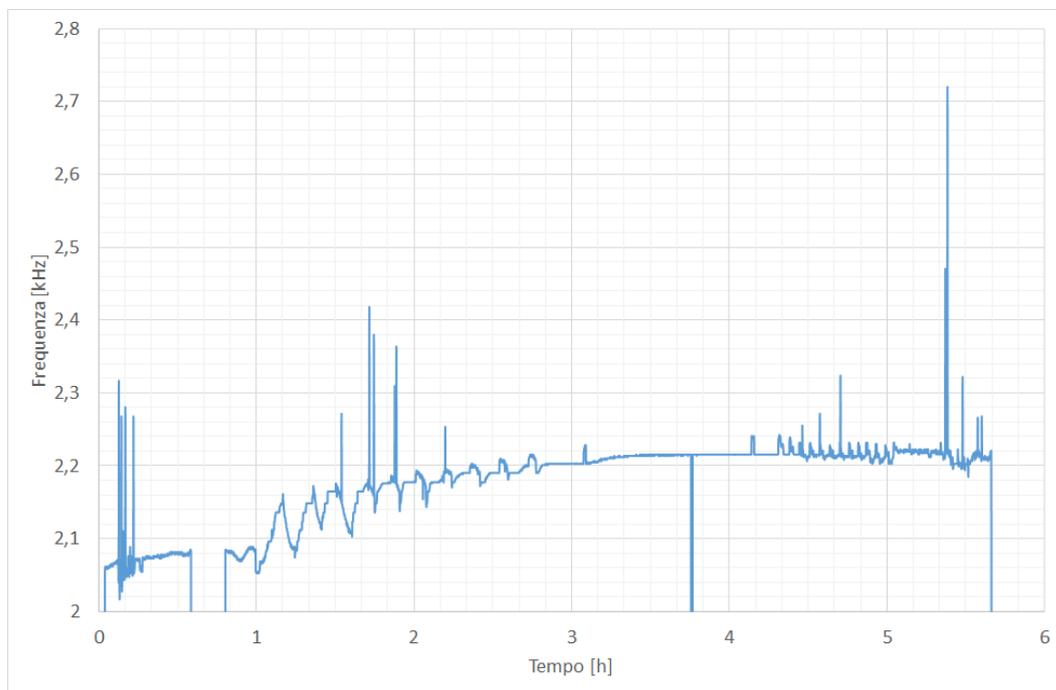
**Figura 6.30:** TEST 5- Temperatura obiettivo impostata nel controllore PID, temperatura del suscettore superiore e potenza erogata dal convertitore superiore durante la fase di riscaldamento



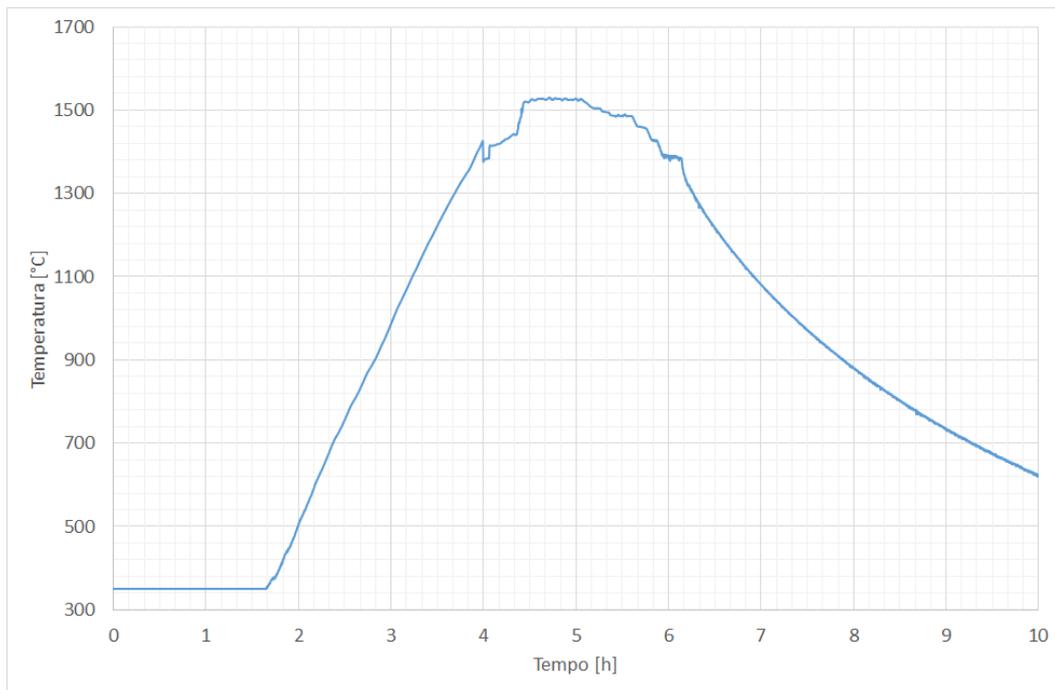
**Figura 6.31:** TEST 5-Potenza uscente dal convertitore inferiore e potenza asportata dal flusso di acqua circolante nell'induttore inferiore



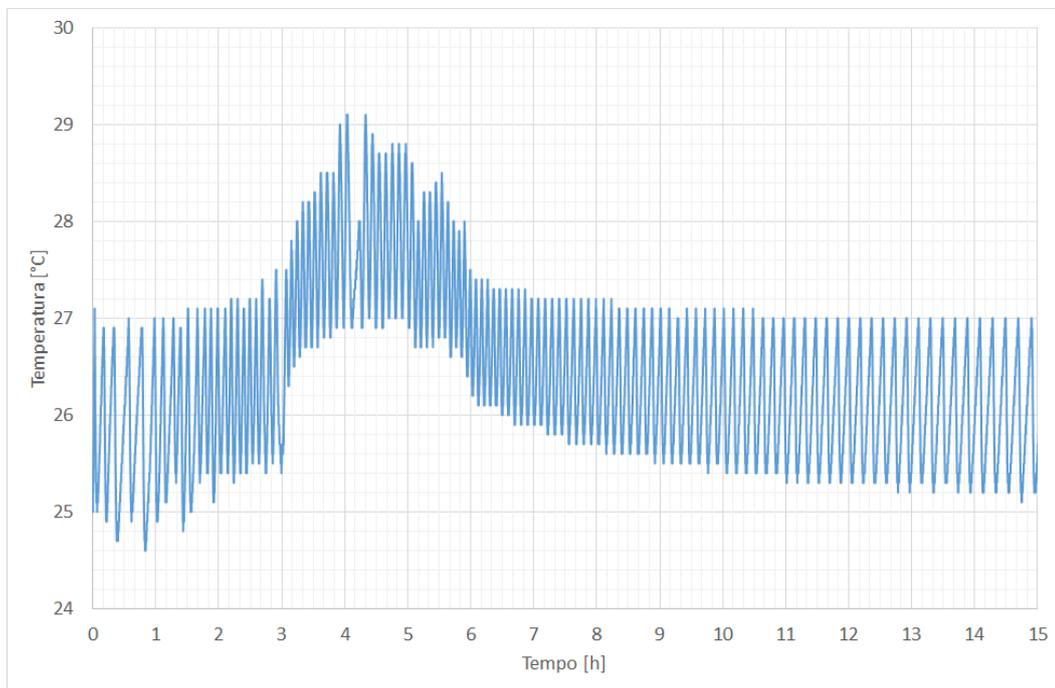
**Figura 6.32:** TEST 5-Frequenza di lavoro dei convertitore superiore e inferiore



**Figura 6.33:** TEST 5-Frequenza di lavoro del convertitore laterale



**Figura 6.34:** TEST 5-Temperatura del Silicio ottenuta con la misurazione del pirometro



**Figura 6.35:** TEST 5-Temperatura dell'acqua nella vasca



**Figura 6.36:** Silicio inserito nel crogiolo per il test



**Figura 6.37:** Silicio fuso e solidificato al termine del test



## Capitolo 7

# Aggiornamento del design termico

Per il design del nuovo sistema G1, come descritto nel seguito, è stato utilizzato il programma Comsol-multiphysics, pacchetto software basato sul metodo agli elementi finiti che permette di modellare e risolvere diversi problemi ingegneristici basati su equazioni differenziali parziali. E' possibile utilizzare questo software per molte aree di applicazioni come per esempio elettromagnetismo, fluidodinamica, trasmissione del calore.

Per questo modello è stato utilizzato il modulo "Trasmissione del calore con irraggiamento superficie-superficie", trattandosi di un problema caratterizzato da intensi scambi termici per irraggiamento.



Il modello successivamente descritto è un modello semplificato; la geometria disegnata è un quarto della zona calda totale. Sono state sfruttate le simmetrie per ridurre il modello.

Non è stato inserito nel modello l'Argon, ipotesi possibile visto che ad alte temperature lo scambio termico è per la quasi totalità dovuto all'irraggiamento con una trascurabile quota di convezione.

Sono stati risolti 2 casi per tutte le configurazioni variando lo stato del processo:

- Simulazione con sistema a freddo

Sono state valutate le potenze che devono essere indotte nei suscettori per portare il Silicio a fusione.

- Simulazione con sistema a caldo

E' stato studiato il comportamento del sistema durante la solidificazione direzionale con il silicio completamente fuso e mantenimento attivato solamente il suscettore superiore.

## 7.1 Descrizione del nuovo sistema G1

Nel laboratorio è presente il forno iDSS di taglia G2.5, oggetto delle prove dei capitoli precedenti. Dai gruppi di ricerca partecipanti a Sikelor è stato consigliato di ridurre la capacità del forno passando dall'attuale G2.5 ad un più piccolo G1.

Per non ripartire da zero si è cercato di adattare il più possibile delle parti già esistenti, riducendo così i costi e i tempi per riprogettare e ricostruire tutto il sistema. La camera a vuoto e tutti i componenti esterni alla camera verranno utilizzati anche in questa configurazione senza essere modificati.

Verranno utilizzati i suscettori superiori e inferiori in grafite e gli induttori superiore e inferiore già presenti. Il comportamento elettromagnetico di questi componenti è già stato studiato dai dottorandi del laboratorio di elettrotermia, e fornisce la potenza termica necessaria a fondere il silicio anche per il forno di taglia più piccola. Per il resto la zona calda è stata progettata sostituendo l'induttore laterale e il relativo suscettore laterale, che non sarà presente in questa nuova configurazione.

Il nuovo induttore dovrà permettere lo stirring, quando alimentata da una terna trifasi di corrente, e la separazione quando alimentato a media frequenza da una corrente monofase.

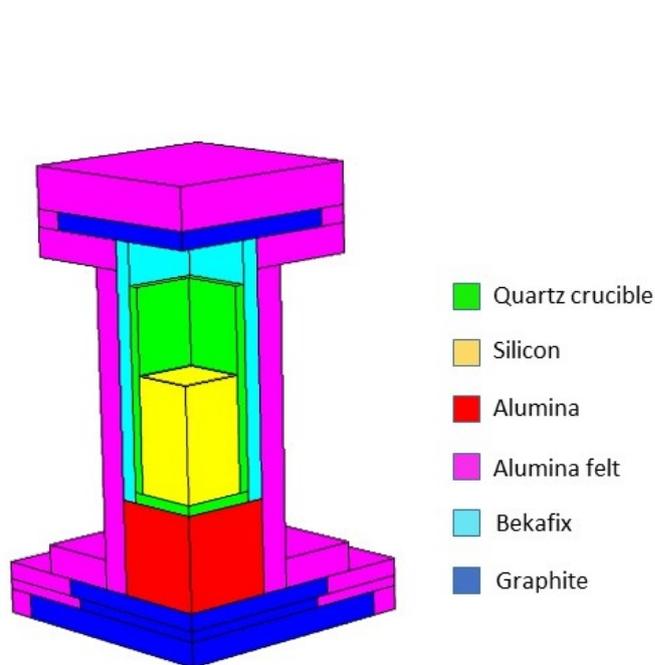
Nella nuova configurazione verranno utilizzate delle parete in Bekafix, un materiale refrattario costituito principalmente da allumina e rinforzato con fibre metalliche con condubilità termica bassa e resistente ad elevate temperature.

Il crogiolo in quarzo è appositamente costruito per la taglia G1 da Vesuvius, produttrice di crogioli certificati con coating. Vesuvius ha sviluppato una formulazione di rivestimento brevettata per ottimizzare l'uso di silicio nel processo di fabbricazione del lingotto e per fornire una soluzione affidabile e costantemente antiaderente.

E' stato posto come obiettivo di ricavare quanta potenza è necessaria per portare il silicio a temperatura di fusione e valutare la configurazione opportuna per avere un flusso termico verso il fondo del Silicio che permetta di solidificare dal basso verso l'alto, necessario per ottenere una buona qualità del lingotto policristallino. L'induttore inferiore in fase di solidificazione del bagno funge anche da sistema di asportazione del calore grazie al flusso di acqua che lo attraversa.

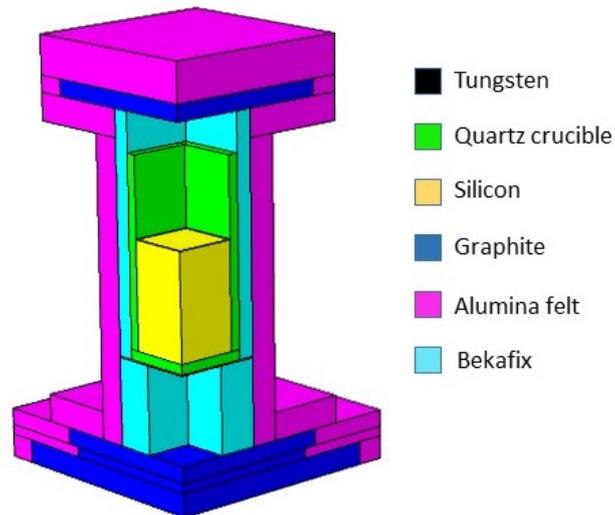
Le 4 configurazioni studiate differiscono solamente nel sostegno del crogiolo e sono:

- STUDIO 1: Sostegno costituito di mattoni di allumina (Figura 7.1)

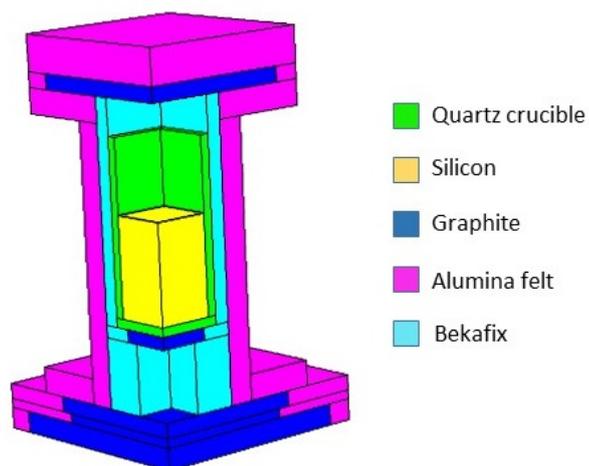


**Figura 7.1:** Modello forno G1 con sostegno in allumina

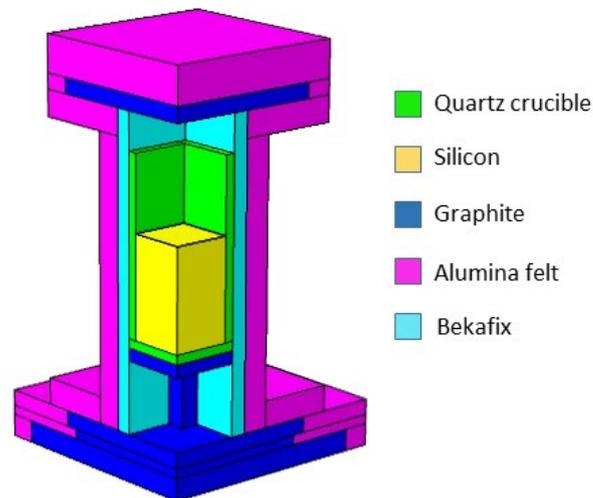
- STUDIO 2: Sostegno costituito da una lastra di 2mm di tungsteno sostenuta da bekafix appositamente progettato per lasciare spazio all'argon nella parte centrale e permettere la trasmissione del calore per irraggiamento e convezione(Figura 7.2)
- STUDIO 3: Sostegno costituito da un piatto di grafite di 20mm sostenuto da bekafix come nel caso precedente (Figura 7.3)
- STUDIO 4 : Sostegno costituito da un piatto in grafite di 20mm sostenuto da 4 colonne di grafite (Figura 7.4)



**Figura 7.2:** Modello forno G1 con sostegno in bekafix e tungsteno



**Figura 7.3:** Modello forno G1 con sostegno in bekafix e grafite



**Figura 7.4:** Modello forno G1 con sostegno in grafite

## 7.2 Geometria

### 7.2.1 Componenti esistenti

Le geometrie degli elementi già esistenti nel forno G2.5 e che verranno riutilizzati sono le seguenti:

Componente	Dimensione	Valore
Suscettore superiore		
	Larghezza	505[mm]
	Profondità	505[mm]
	Altezza	25[mm]
Suscettore inferiore		
	Larghezza	505[mm]
	Profondità	505[mm]
	Altezza	25[mm]
DS-Block		
	Lato maggiore	655[mm]
	Lato minore	435[mm]
	Altezza lato maggiore	35[mm]
	Altezza lato maggiore	15[mm]

### 7.2.2 Componenti progettati per il forno G1

Viste le modifiche attuate il forno avrà una capacità inferiore, quindi verranno ordinati nuovi crogioli certificati appositamente disegnati per la taglia G1. Le seguenti geometria sono state usate nel modello Comsol.

Componente	Dimensione	Valore
Silicio		
	Larghezza	185[mm]
	Profondità	185[mm]
	Altezza	163[mm]
Crogiolo in quarzo		
	Larghezza	215[mm]
	Altezza	300[mm]
	Spessore medio	15[mm]

Il quarzo ad elevate temperature perde le sue caratteristiche meccaniche e deve avere un sostegno laterale per appoggiarsi e contenere il silicio fuso. Deve essere usato un materiale resistente ad elevate temperature, con ottime proprietà meccaniche e tale da non schermare il campo magnetico generato dall'induttore laterale appositamente progettato per questo nuovo forno.

E' stato deciso di utilizzare Bekafix, un materiale refrattario con tutte le caratteristiche volute e con un basso valore di conducibilità termica.

Infine per la parte laterale del sistema verranno utilizzati dei pannelli in feltro di allumina rigido; tale isolante termico è necessario per aumentare il rendimento termico del sistema.

Per questi elementi è stato necessario avere la configurazione geometrica del nuovo induttore per decidere i spessori che si potranno utilizzare. Tra il crogiolo e le spire ci sono 68 mm dove verranno inseriti il Bekafix e il feltro di allumina.

Dovranno essere utilizzati 4 pannelli con la seguente geometria con vari incastri tali da formare un box stabile e compatto.

Componente	Dimensione	Valore
Bekafix		
	Larghezza	240[mm]
	Profondità	25[mm]
	Altezza	360[mm]

Il feltro di allumina invece dovrà ricoprire tutto la zona calda, tranne la parte inferiore del DS-Block. Lo spessore utilizzabile nella parte laterale è di 40mm. Nella parte superiore dove il suscettore in grafite raggiunge le temperature più elevate del sistema è possibile utilizzare un pannello di 60mm.

Questi isolanti dovranno essere disegnati con appositi sistemi di incastro e lo spessore usato dovrebbe permettere un buon isolamento termico.

Per le 4 configurazioni studiate sono stati cambiati i sistemi per il sostegno del crogiolo per avere il maggior flusso termico diretto verso il basso.

### STUDIO 1

Configurazione con mattoni di allumina. Sono riportati i dati della geometria usati.

Componente	Dimensione	Valore
Sostegno in allumina		
	Larghezza	265[mm]
	Profondità	265[mm]
	Altezza	135[mm]

### STUDIO 2

Il crogiolo viene appoggiata su un foglio di tungsteno che è sostenuto da un apposito box di bekafix. Nel parte in bekafix verranno fatti dei fori per permettere il passaggio dell'argon.

Componente	Dimensione	Valore
foglio di tungsteno		
	Larghezza	165[mm]
	Profondità	165[mm]
	Altezza	2[mm]

### STUDIO 3

Il crogiolo è sostenuto da un piatto di grafite di 20 mm che viene sostenuto da un blocco in bekafix come nello STUDIO 2.

Componente	Dimensione	Valore
piatto in grafite		
	Larghezza	165[mm]
	Profondità	165[mm]
	Altezza	20[mm]

**STUDIO 4**

Il crogiolo è appoggiato su un piatto di grafite che viene sostenuto da 4 colonne di grafite. Sono riportate le geometrie usate nel modello di simulazione.

Componente	Dimensione	Valore
<hr/>		
Piatto in grafite		
	Larghezza	215[mm]
	Profondità	215[mm]
	Altezza	20[mm]
<hr/>		
Colonna in grafite		
	Larghezza	20[mm]
	Profondità	20[mm]
	Altezza	115[mm]

In questa configurazione vengono usate pareti in bekafix differenti con le seguenti caratteristiche:

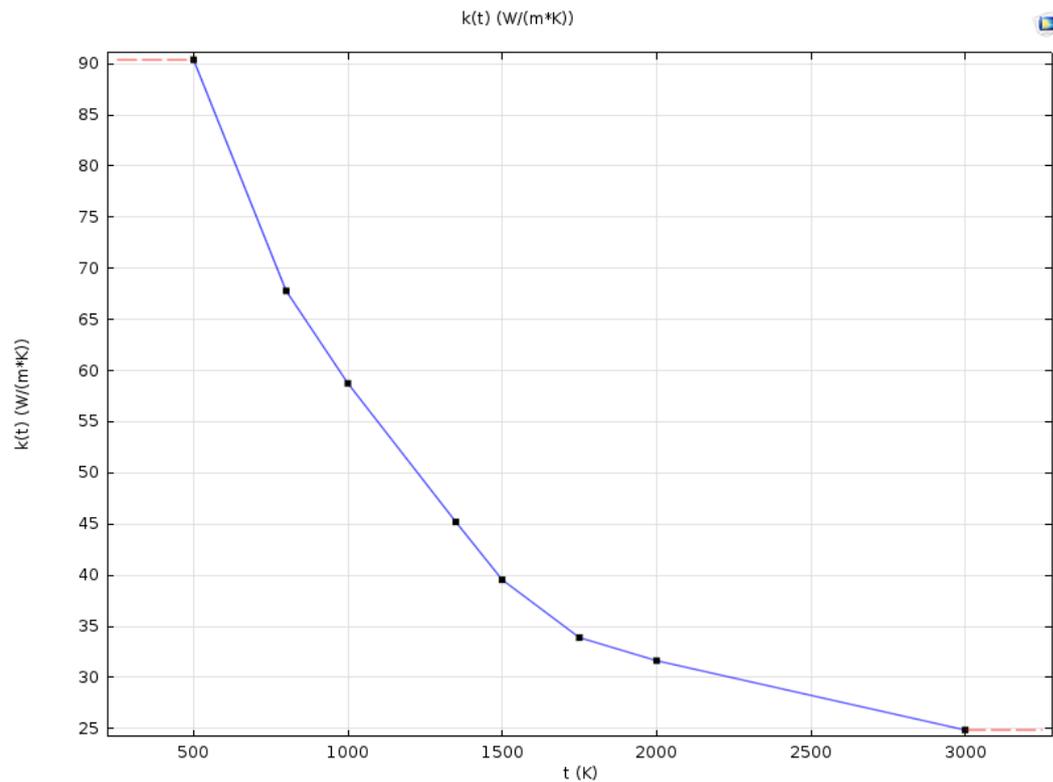
Componente	Dimensione	Valore
<hr/>		
Bekafix(STUDIO 4)		
	Larghezza	165[mm]
	Profondità	240[mm]
	Altezza	495[mm]

## 7.3 Materiali

Le proprietà dei materiali utilizzati derivano dalla libreria di Comsol Multiphysics e sono stati integrati con i valori della conducibilità termica al variare della temperatura dichiarati dai produttori nei relativi datasheet dei materiali. Sono stati usati i seguenti valori:

- Grafite

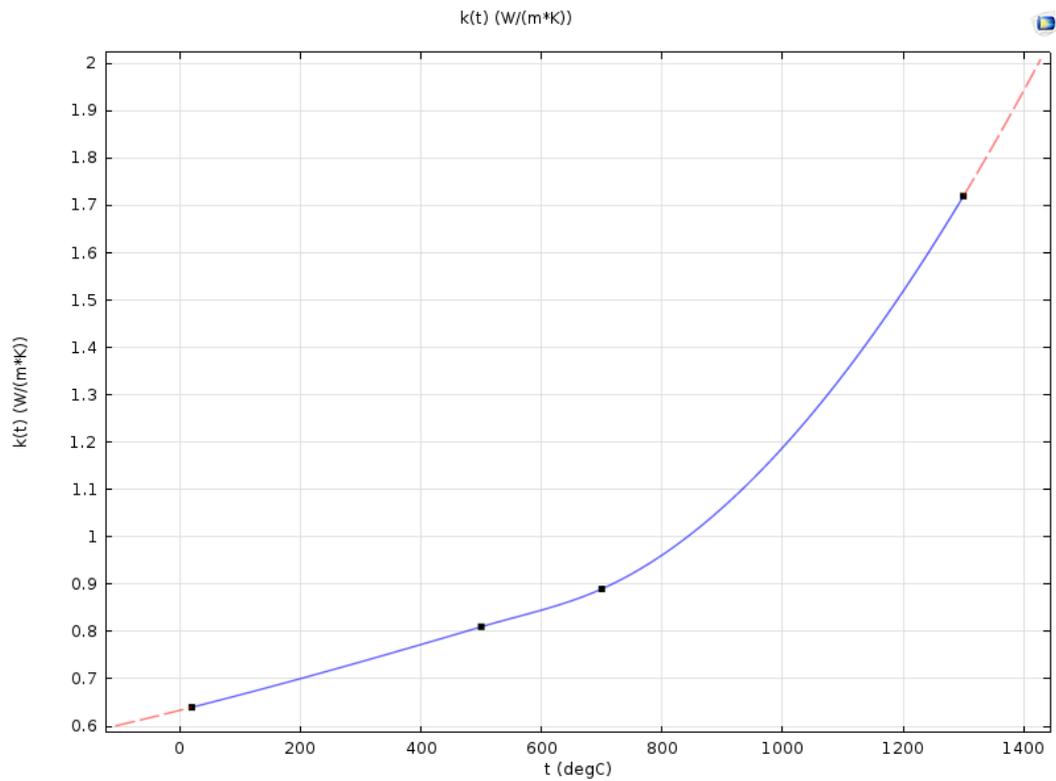
I valori di conducibilità della grafite sono relativi al datasheet del produttore SGL GROUP.



**Figura 7.5:** Conducibilità termica al variare della temperatura della grafite

- Quarzo

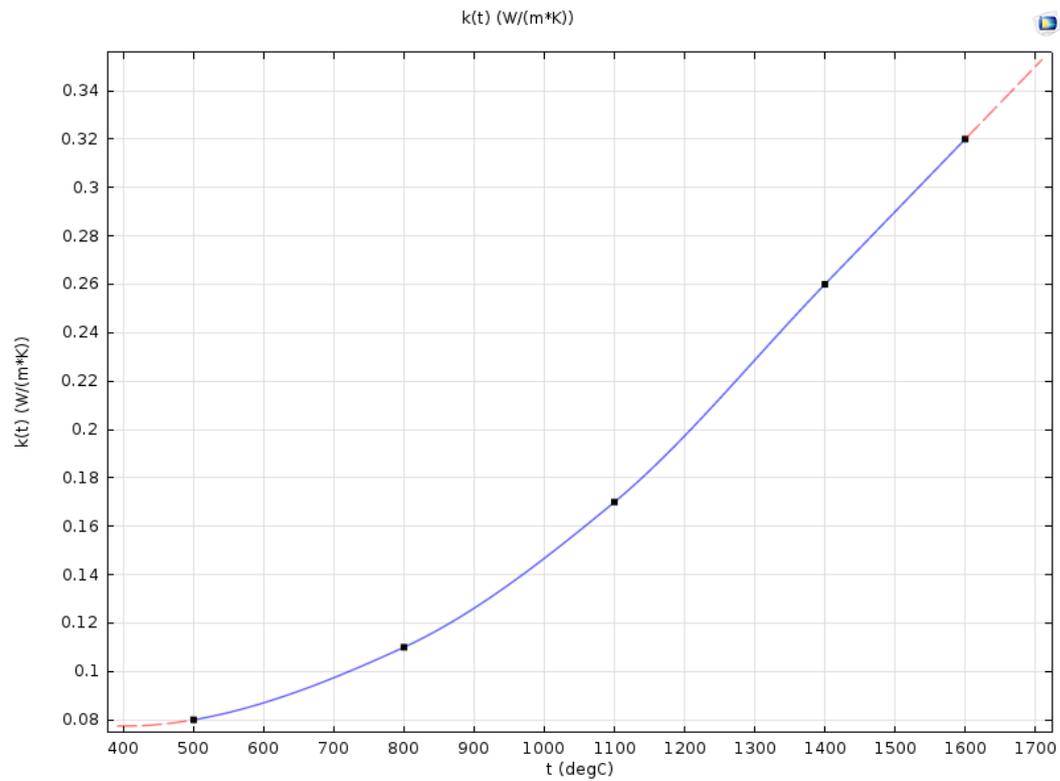
I crogioli in quarzo con coating prodotti da VESUVIUS hanno la seguente caratteristica di conducibilità termica.



**Figura 7.6:** Conducibilità termica al variare della temperatura del quarzo

- Feltro di allumina

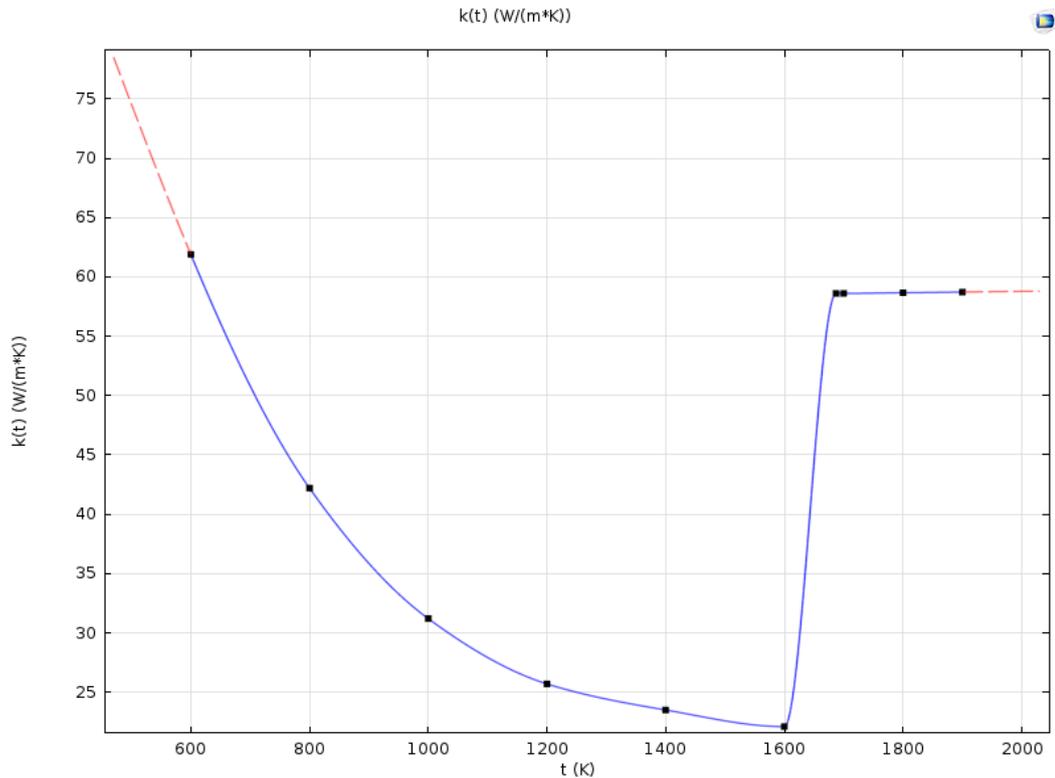
Per isolare la zona calda viene usato il feltro di allumina con la caratteristica della conducibilità ricavati da ZIRCAR Refractory Composites.



**Figura 7.7:** Conducibilità termica al variare della temperatura del feltro in allumina

- Silicio

I valori della conducibilità sono stati ricavati da datasheet trovati online per specifici materiali. Il silicio durante la fusione modifica le sue caratteristiche acquisendo ottime capacità di conducibilità termica ed elettrica.



**Figura 7.8:** Conducibilità termica al variare della temperatura del silicio

- Allumina

Sono stati usati i seguenti valori di conducibilità dichiarati dal produttore Morgan thermal ceramics. E' stato usato un valore di conducibilità termica di  $k = 0.4 \frac{W}{mK}$ .

- Bekafix

E' un materiale refrattario rinforzato con fibre metalliche. E' stato usato un valore di conducibilità termica di  $k = 0.5 \frac{W}{mK}$ .

- Tungsteno

Per il tungsteno è stato utilizzato il valore  $k = 174 \frac{W}{mK}$ .

## 7.4 Simulazione con sistema a freddo

Si vuole stimare la potenza necessaria per portare in silicio a fusione superando in tutto il volume la temperatura di 1414 °C.

Grazie alle simmetrie della zona calda il modello usato è un quarto del totale e quindi le potenze usate nel sistema totale saranno 4 volte quelle utilizzate nel modello. Grazie all'induzione magnetica l'induttore superiore e inferiore trasferiscono direttamente la potenza ai relativi suscettori con un'efficienza attorno all'85-90%. Per questo modello termico sono state fissate le potenze termiche direttamente indotte nei suscettori.

Sono state impostate le seguenti caratteristiche termiche:

- "Heat source" nel suscettore superiore
- "Heat source" nel suscettore DS-Block
- "Simmetria"

E' stata usata per poter simulare un quarto del sistema totale.

- "Flusso termico"

Sono state impostate le condizioni all'esterno dell'isolante con una temperatura media nella camera a vuoto di 50 °C e un coefficiente di scambio termico per convezione  $\alpha = 12 \frac{W}{m^2 K}$ .

- "Diffuse surface"

Per simulare lo scambio termico per irraggiamento sono state impostate le emissività dei vari materiali. Nelle figure seguenti sono stati riportati per tutti

Materiale	Emissività
Grafite	$\epsilon = 0.9$
Tungsteno	$\epsilon = 0.32$
Silicio	$\epsilon = 0.6$

**Tabella 7.1:** Emissività dei materiali

gli studi le "frecche su superficie" del flusso termico totale impostando il numero di frecche pari a 200 e il fattore di scala pari a 0.004.

### 7.4.1 STUDIO A

Le potenze usate sono le seguenti:

Heat Source	Potenza
Suscettore superiore	$P = 3600W$
Suscettore DS-Block	$P = 10800W$

**Tabella 7.2:** STUDIO A- Potenze indotte nei suscettori

La temperatura del Silicio ottenuta è la seguente:

Silicio	Temperatura media	Temperatura minima
Volume	$T = 1446 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1429^\circ\text{C}$
Superficie superiore	$T = 1453 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1429^\circ\text{C}$
Superficie inferiore	$T = 1446 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1440 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tabella 7.3:** STUDIO A- Temperatura del Silicio

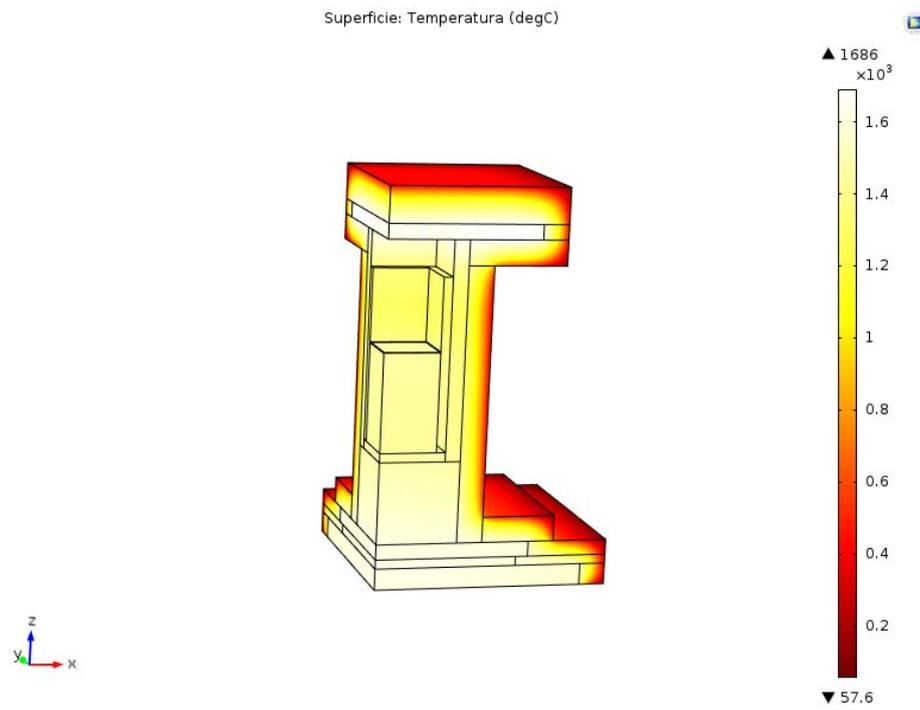
In Figura 7.9 è possibile osservare la distribuzione delle temperature nel sistema.

Sono state controllate le temperature raggiunte dai suscettori, infatti queste vengono controllate durante il processo sperimentale e ci permette di controllare lo stato del processo.

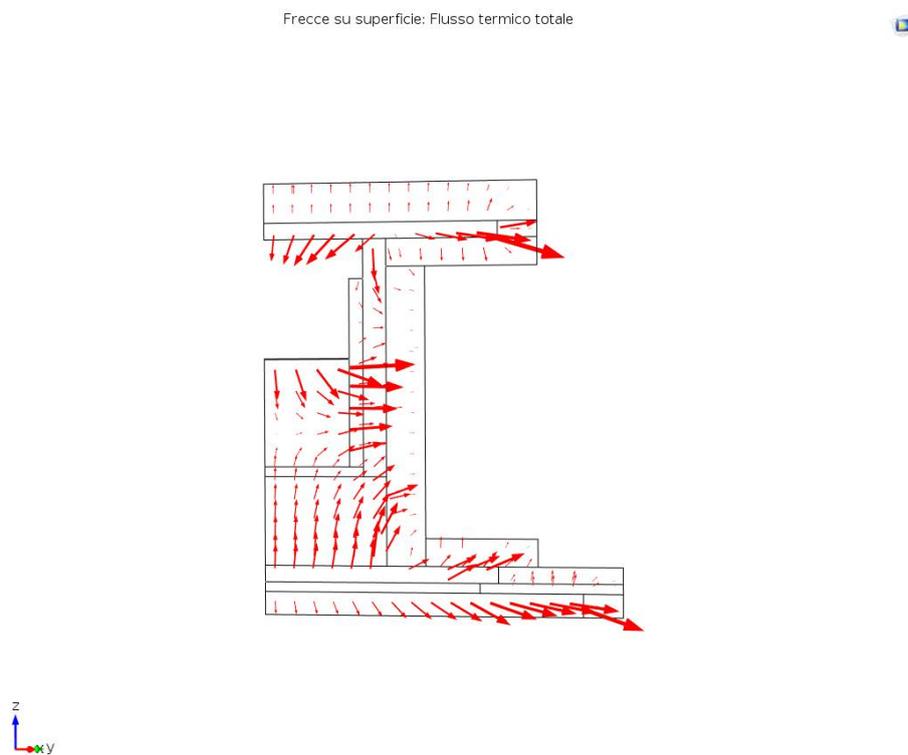
Suscettore	Temperatura media	Temperatura massima
Suscettore superiore	$T = 1671 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1685^\circ\text{C}$
Suscettore DS-Block	$T = 1587 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1624 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tabella 7.4:** STUDIO A-Temperatura dei suscettori

Nella Figura 7.10 si possono notare i flussi termici e come si distribuiscono nei vari materiali. L'assenza dell'isolamento nella parte inferiore del DS-Block comporta un'elevata perdita di calore nella fase di riscaldamento.



**Figura 7.9:** STUDIO A: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento



**Figura 7.10:** STUDIO A: Flusso termico totale fase di riscaldamento

### 7.4.2 STUDIO B

Le potenze usate sono le seguenti:

Heat Source	Potenza
Suscettore superiore	$P = 4400W$
Suscettore DS-Block	$P = 11600W$

**Tabella 7.5:** STUDIO B- Potenze indotte nei suscettori

La temperatura del Silicio ottenuta è la seguente:

Silicio	Temperatura media	Temperatura minima
Volume	$T = 1465 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1430 \text{ }^\circ\text{C}$
Superficie superiore	$T = 1491 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1456 \text{ }^\circ\text{C}$
Superficie inferiore	$T = 1461 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1430 \text{ }^\circ\text{C}$

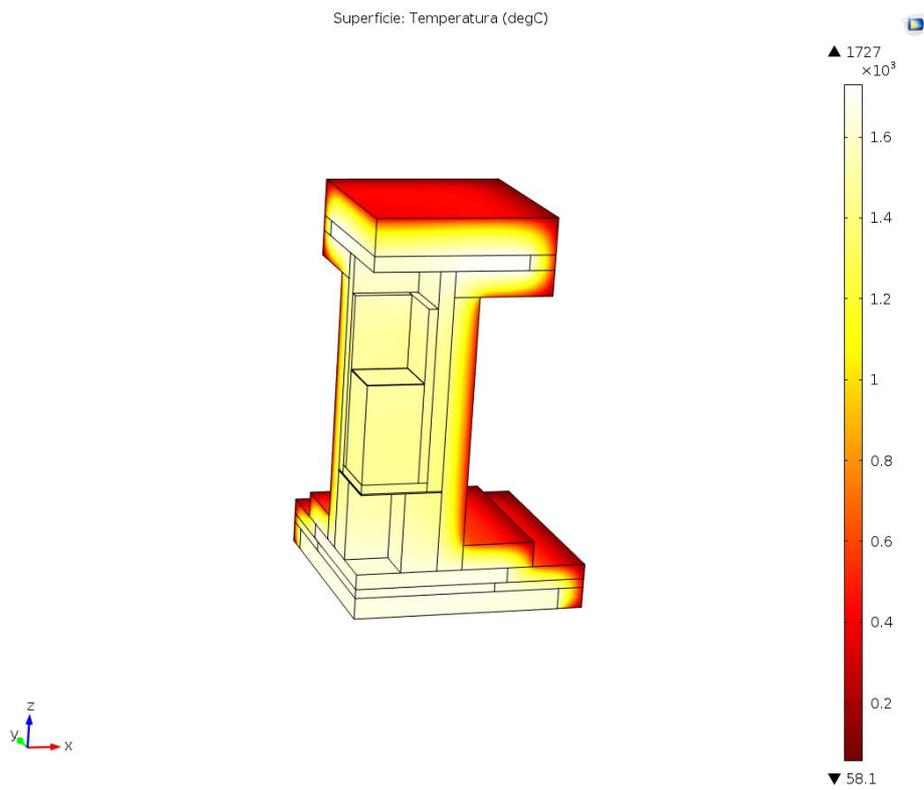
**Tabella 7.6:** STUDIO B- Temperatura del Silicio

In Figura 7.11 è possibile osservare la distribuzione delle temperature nel sistema. In seguito sono riportate le temperature ottenute sui suscettori in grafite:

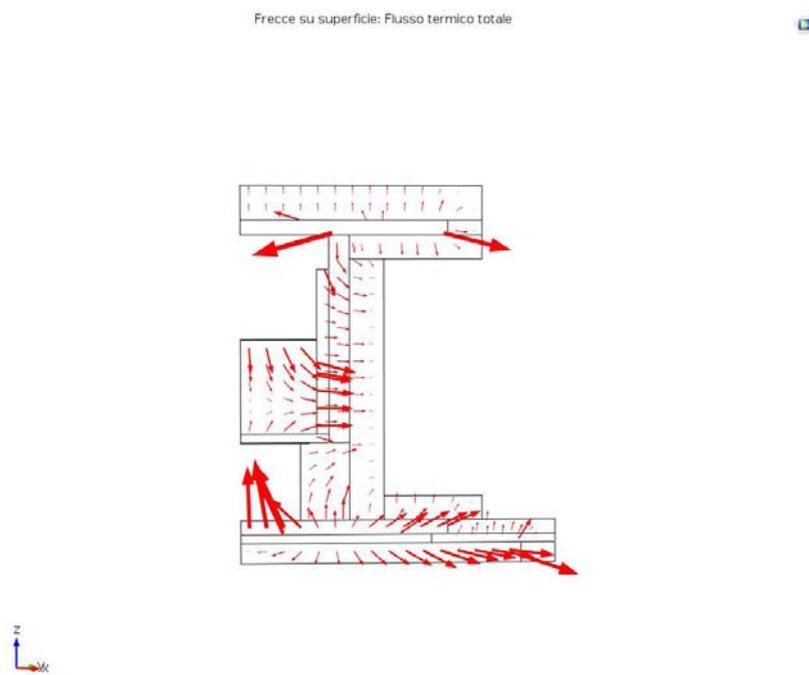
Suscettore	Temperatura media	Temperatura massima
Suscettore superiore	$T = 1697 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1728^\circ\text{C}$
Suscettore DS-Block	$T = 1643^\circ\text{C}$	$T = 1673 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tabella 7.7:** STUDIO B-Temperatura dei suscettori

Nella Figura 7.12 si possono notare i flussi termici e come si distribuiscono nei vari materiali.



**Figura 7.11:** STUDIO B: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento



**Figura 7.12:** STUDIO B: Flusso termico totale fase di riscaldamento

### 7.4.3 STUDIO C

Le potenze usate sono le seguenti:

Heat Source	Potenza
Suscettore superiore	$P = 4000W$
Suscettore DS-Block	$P = 10800W$

**Tabella 7.8:** STUDIO C- Potenze indotte nei suscettori

La temperatura del Silicio ottenuta è la seguente:

Silicio	Temperatura media	Temperatura minima
Volume	$T = 1460 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1419 \text{ }^\circ\text{C}$
Superficie superiore	$T = 1479^\circ\text{C}$	$T = 1446 \text{ }^\circ\text{C}$
Superficie inferiore	$T = 1460 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1419 \text{ }^\circ\text{C}$

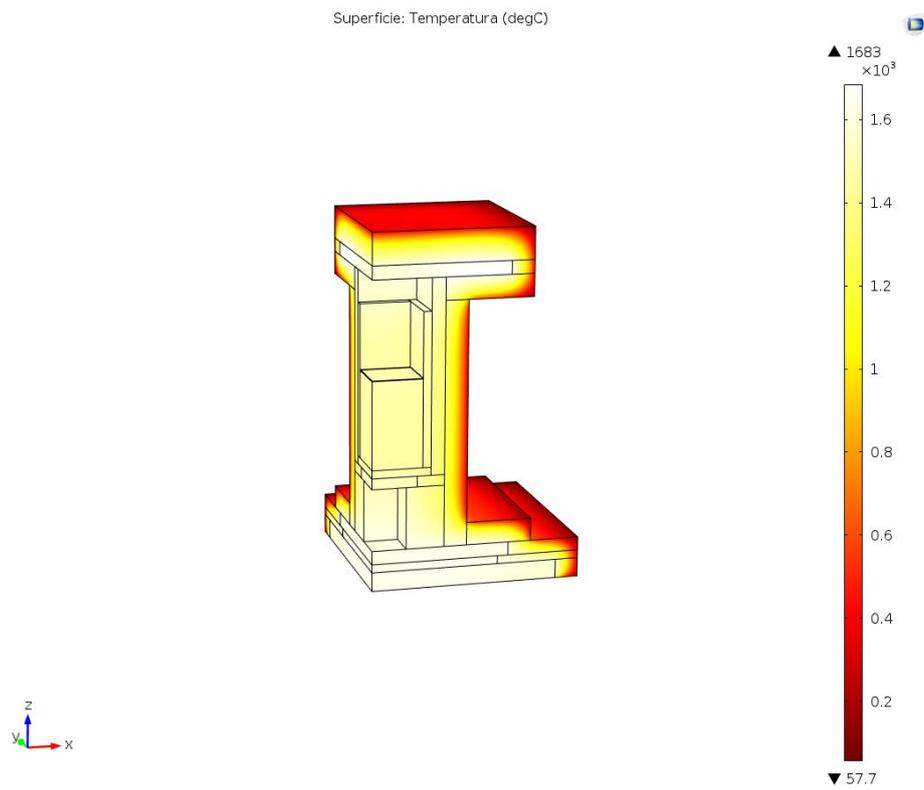
**Tabella 7.9:** STUDIO C- Temperatura del Silicio

In Figura 7.13 è possibile osservare la distribuzione delle temperature nel sistema. I suscettori per portare il silicio a fusione raggiungono le seguenti temperature:

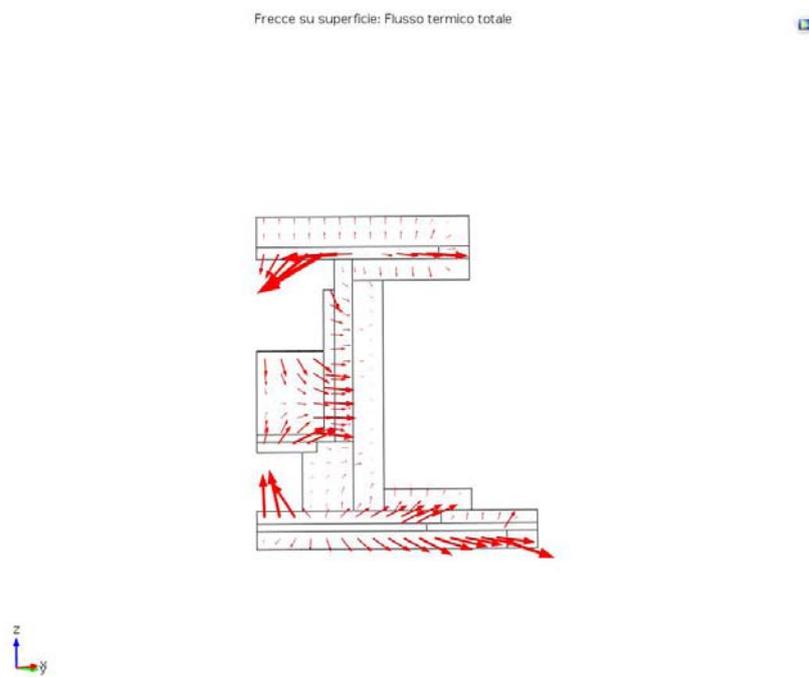
Suscettore	Temperatura media	Temperatura massima
Suscettore superiore	$T = 1657^\circ\text{C}$	$T = 1683 \text{ }^\circ\text{C}$
Suscettore DS-Block	$T = 1604 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 1642 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tabella 7.10:** STUDIO C-Temperatura dei suscettori

Nella Figura 7.14 si possono notare i flussi termici e come si distribuiscono nei vari materiali.



**Figura 7.13:** STUDIO C: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento



**Figura 7.14:** STUDIO C: Flusso termico totale fase di riscaldamento

#### 7.4.4 STUDIO D

Le potenze usate sono le seguenti:

Heat Source	Potenza
Suscettore superiore	$P = 4000W$
Suscettore DS-Block	$P = 10800W$

**Tabella 7.11:** STUDIO D- Potenze indotte nei suscettori

La temperatura del Silicio ottenuta è la seguente:

Silicio	Temperatura media	Temperatura minima
Volume	$T = 1465\text{ °C}$	$T = 1454\text{ °C}$
Superficie superiore	$T = 1469\text{ °C}$	$T = 1454\text{ °C}$
Superficie inferiore	$T = 1468\text{ °C}$	$T = 1463\text{ °C}$

**Tabella 7.12:** STUDIO D- Temperatura del Silicio

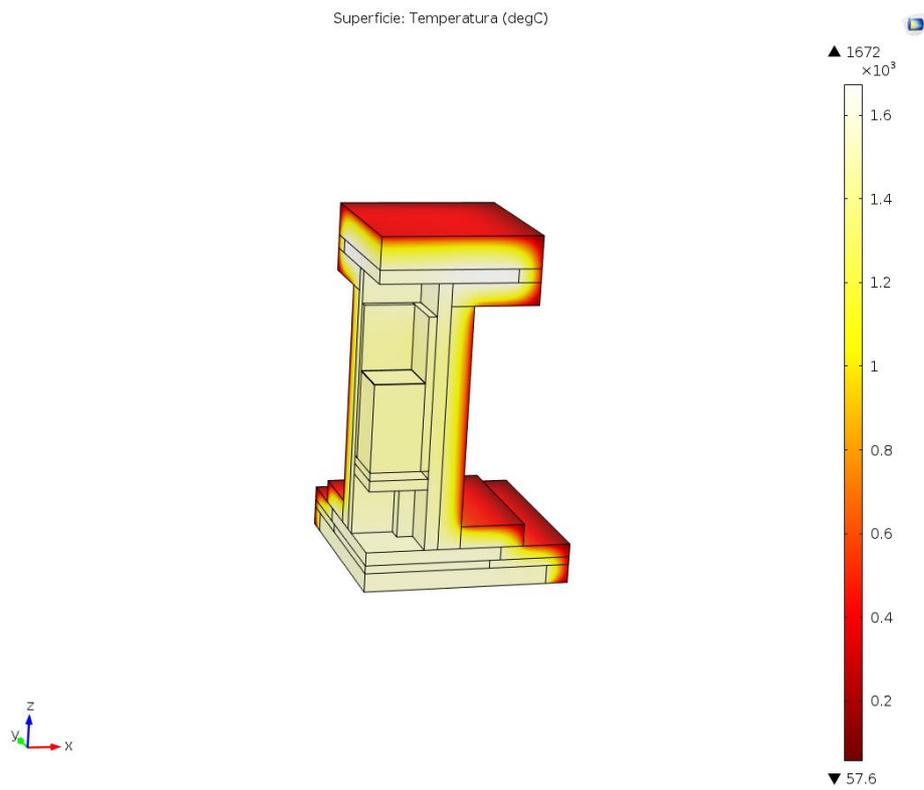
In Figura 7.15 è possibile osservare la distribuzione delle temperature nel sistema.

Sono state controllate le temperature raggiunte dai suscettori, infatti queste vengono controllate durante il processo sperimentale e ci permettono di controllare lo stato del processo.

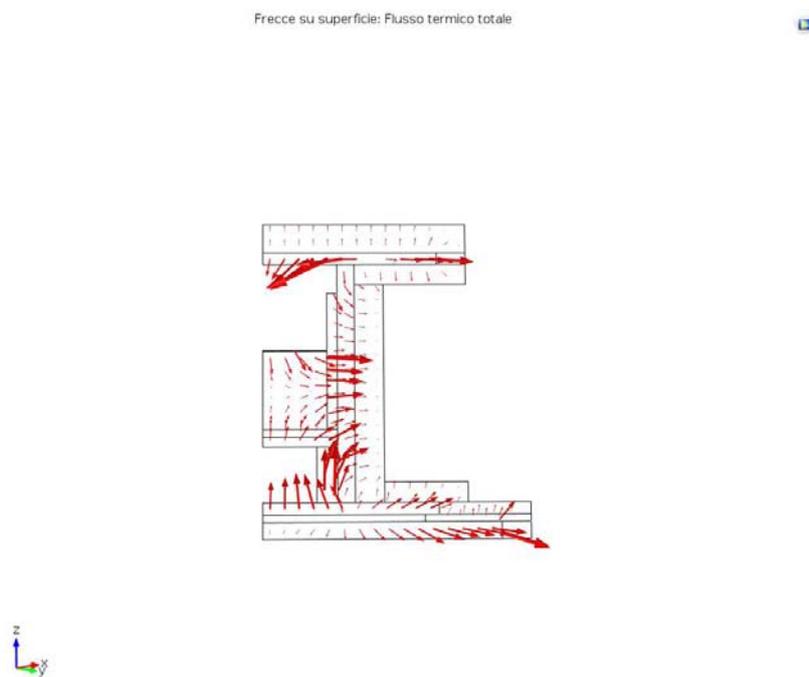
Suscettore	Temperatura media	Temperatura massima
Suscettore superiore	$T = 1645\text{ °C}$	$T = 1672\text{ °C}$
Suscettore DS-Block	$T = 1554\text{ °C}$	$T = 1580\text{ °C}$

**Tabella 7.13:** STUDIO D-Temperatura dei suscettori

Nella Figura 7.16 si possono notare i flussi termici e come si distribuiscono nei vari materiali.



**Figura 7.15:** STUDIO D: Distribuzione della temperatura fase di riscaldamento



**Figura 7.16:** STUDIO D: Flusso termico totale fase di riscaldamento

## 7.5 Simulazione con sistema a caldo

Per il sistema iDSS è necessario avere un flusso termico uscente dal basso per poter ottenere la solidificazione direzionale. Quindi oltre a non isolare la parte inferiore per poter facilitare il raffreddamento è stato necessario valutare i flussi termici uscenti dal fondo del DS-Block e dal fondo del silicio nei vari casi per decidere la soluzione migliore.

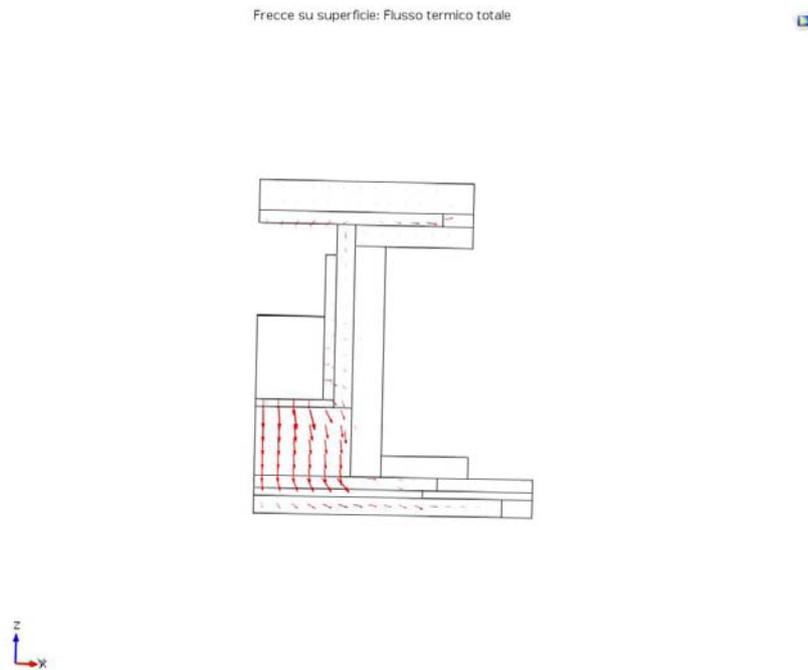
In queste simulazione sono stati mantenuti tutti i parametri impostati come nei casi precedenti. E' stato impostata la temperatura del Silicio di 1450 °C e quindi tutto il materiale completamente fuso. Inoltre in questa fase per facilitare la solidificazione dal basso verso l'alto viene mantenuto acceso il convertitore superiore. In questa simulazione è stata impostata la sorgente di calore "heat source" nel suscettore superiore tale da ottenere una temperatura media nel volume pari a circa 1600°C.

In seguito sono riportati i vari risultati:

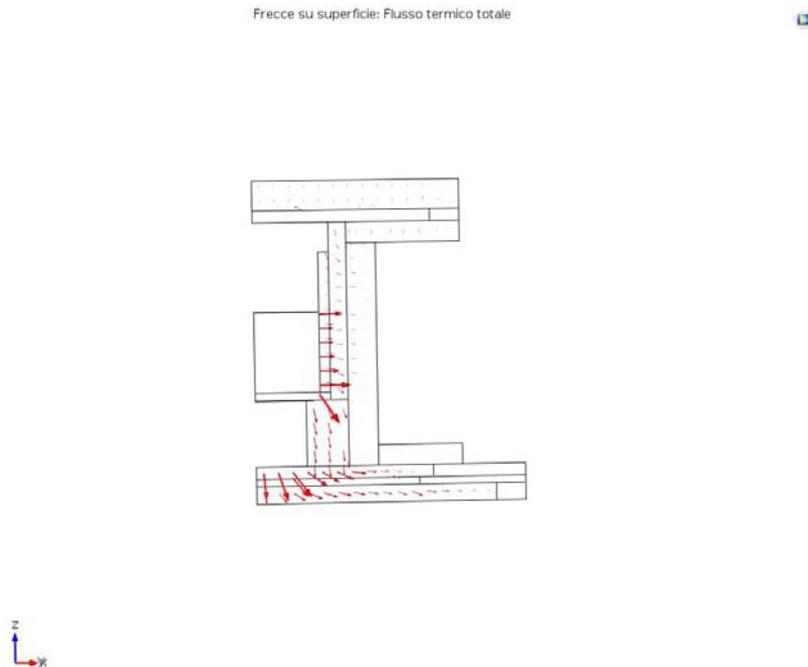
Flusso termico fondo del silicio		
STUDIO A	775 W	
STUDIO B	447.24 W	
STUDIO C	588 W	
STUDIO D	864 W	
Flusso termico uscente dal DS-Block		Flusso termico uscente totale
STUDIO A	1756 W	5908 W
STUDIO B	1115.04 W	5016 W
STUDIO C	975.92 W	4872 W
STUDIO D	1752 W	5756 W

**Tabella 7.14:** Risultati delle simulazioni con il sistema a caldo

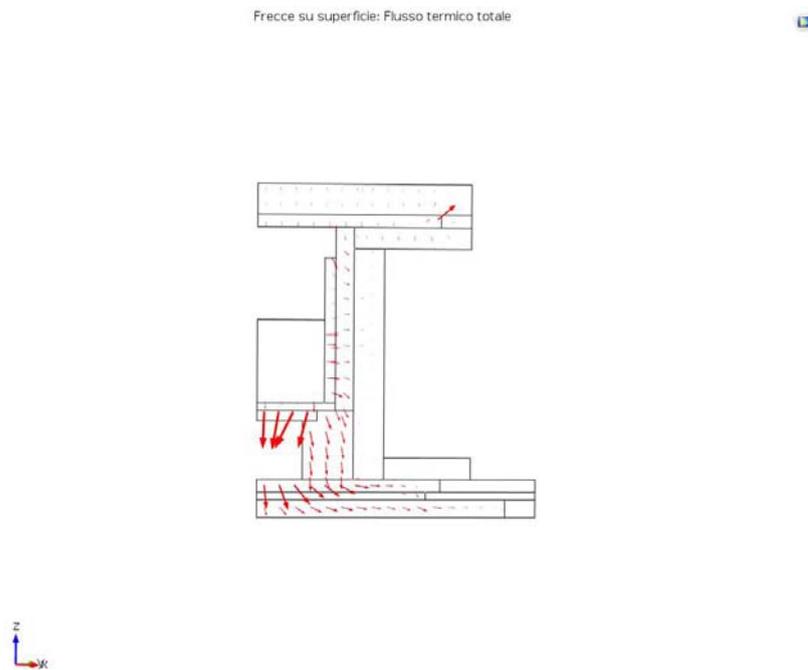
Per ottenere una buona visualizzazione dei flussi termici è stato necessario variare i valori del fattore di scala.



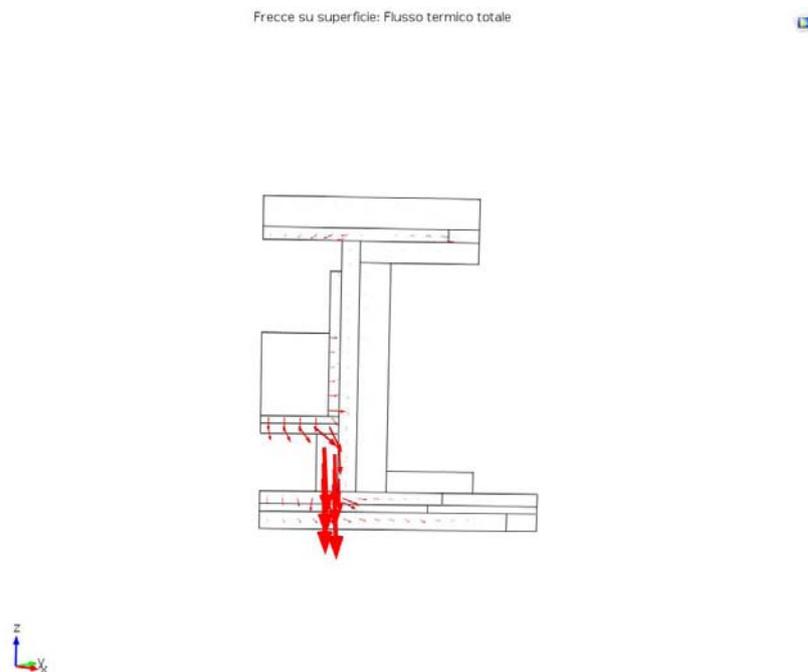
**Figura 7.17:** STUDIO A: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.001)



**Figura 7.18:** STUDIO B: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.002)



**Figura 7.19:** STUDIO C: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.002)



**Figura 7.20:** STUDIO D: Flusso termico totale fase di solidificazione (Fattore di scala=0.0008)

## 7.6 Conclusioni

Dopo aver analizzato le varie simulazione si è deciso che la scelta migliore per il nuovo sistema G1 è quella con il sostegno con il piatto in grafite e le 4 colonne in grafite.

Infatti la simulazione con sistema a freddo ha dato risultati abbastanza simili nei 4 casi. Tutti i sistemi con una sorgente di calore circa uguale nei suscettori portavano il Silicio ad una temperatura superiore a quella di fusione.

Per il sistema iDSS è necessario solidificare dal basso per ottenere un lingotto di adeguata qualità, e lo STUDIO 4 ha avuto i risultati migliori per quanto riguarda la simulazione della parte di solidificazione direzionale con i maggiori flussi termici uscenti dal fondo del Silicio.

Quindi è stato scelto di progettare in dettaglio i vari componenti con la tipologia di sostegno dello STUDIO 4. Sarà necessario progettare un nuovo induttore laterale e costruire un telaio in acciaio interno alla camera per sostenere il suscettore superiore che deve rimanere sospeso nella parte superiore della camera appoggiato in un supporto in allumina.



## Capitolo 8

# Conclusioni

In questa tesi è stato studiato il funzionamento del forno iDSS installato nel laboratorio di elettrotermia dell'Università degli Studi di Padova. Sono stati effettuati vari test, iniziando con test a bassa temperatura (700 °C), per raggiungere la temperatura di regime per fondere il silicio, circa 1500 °C. Sono state analizzate le potenze erogate dai tre convertitori valutando come utilizzarle per portare il sistema a temperatura senza avere elevati gradienti termici. Inoltre dopo vari test sono state ricavate le temperature che dovranno essere utilizzate per fondere una carica completa, cioè :

- Temperatura suscettore superiore=1500°C
- Temperatura suscettore laterale=1400°C
- Temperatura suscettore inferiore=1100°C

Il sistema è completamente funzionante e le prove effettuate dimostrano che prossimamente sarà possibile completare un processo completo con la fusione di circa 100 kg di silicio. Sarà possibile produrre un lingotto di silicio policristallino che sarà esaminato per ricavare il grado di purezza ottenuto con questo sistema.

E' stato studiato il comportamento termico di varie configurazioni del nuovo sistema G1 analizzando varie geometrie e materiali. Il sistema attuale verrà adattato modificando solamente alcuni componenti ma la potenza nei soli suscettori superiori e inferiore è sufficiente per portare il Silicio sopra la sua temperatura di fusione. Inoltre è stato analizzato il comportamento termico del sostegno che dovrà sostenere il crogiolo. Analizzando i risultati è stato notato che i migliori risultati si ottengono con il sistema con un supporto in grafite con quattro colonne di sostegno. Infatti per questa tipologia di forno è necessario avere il maggiore flusso termico uscente dal fondo per ottenere un lingotto di silicio policristallino di adeguata qualità.



# Bibliografia

- [1] Lupi, Sergio “Appunti di Elettrotermia”, *Università degli studi di Padova (2005)*
- [2] Cavallini Alberto, Mattarolo Lino, Bonacina Cesare “Trasmissione del calore”, *Università degli studi di Padova*
- [3] Dughiero, Ciscato, Forzan “A news DSS furnace for energy saving in the production of multi-crystalline silicon”, *Valencia 2009*
- [4] Dughiero, Forzan, Pozza, Tolomio “Experimental results in industrial environment of the i-DSS furnace”, *Hannover 2014*
- [5] Dughiero, Forzan, Pozza, Tolomio “SIKELOR - Silicon kerf loss recycling”, *Hannover 2014*
- [6] Gaëtan masson, Sinead Orlandi “Global market outlook for solar power/2015-2019”
- [7] Gaëtan masson, Sinead Orlandi, Mary Brunisholz “2014 Snapshot of Global PV Markets”
- [8] GSE “Rapporto statistico 2014 Solare fotovoltaico”
- [9] Dughiero, Fabrizio “Dispense del corso "Tecnologie fotovoltaiche"”
- [10] COMSOL “Comsol Multiphysics User’s Guide”
- [11] COMSOL “Introduction to Comsol Multiphysics”
- [12] COMSOL “Heat transfer module. User’s guide”
- [13] Tolomio Alessandro “Analisi numerica di un processo di solidificazione monocristallina del silicio per applicazioni nella produzione di celle solari”, Tesi magistrale
- [14] <http://www.wikipedia.it>
- [15] <http://www.epia.org>
- [16] <http://www.nrel.gov>
- [17] <http://www.sikelor.eu>
- [18] <http://www.sglgroup.com>

- [19] <http://www.zrci.com>
- [20] <http://www.francocorradi.it>
- [21] <http://www.morganthermalceramics.com>
- [22] <http://www.vesuvius.com>
- [23] <http://www.gse.it>