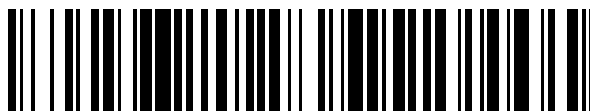


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 730**

51 Int. Cl.:

B65D 75/38 (2006.01)
B65D 75/52 (2006.01)
B65D 81/00 (2006.01)
B29C 65/00 (2006.01)
B29C 65/22 (2006.01)
B29C 65/38 (2006.01)
B29C 65/74 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.11.2013** **E 13193658 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017** **EP 2740687**

54 Título: **Procedimiento para el envasado de polisilicio**

30 Prioridad:

04.12.2012 DE 102012222249

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

05.07.2017

73 Titular/es:

WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE

72 Inventor/es:

WOCHNER, DR. HANNS

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 621 730 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el envasado de polisilicio

La invención se refiere al envasado de polisilicio, en especial de fracción de silicio policristalino (fracción de polisilicio).

- 5 El polisilicio se precipita, a modo de ejemplo, por medio del procedimiento de Siemens a partir de triclorosilano, y después se desmenuza idealmente en medio exento de contaminación. En el documento EP 1 645 333 A1 se describe un procedimiento para el desmenuzado automático, así como un dispositivo correspondiente.

10 Para aplicaciones en la industria de semiconductores y solar es deseable una fracción de polisilicio lo menos contaminada posible. Por lo tanto, el material se debía envasar también en medio pobre en contaminación, antes de ser transportado al cliente.

Habitualmente se envasa fracción de polisilicio para la industria electrónica en bolsas de 5 kg con una tolerancia de peso de +/- F 50 g. Para la industria solar es habitual fracción de polisilicio en bolsas con una pesada de 10 kg y una tolerancia de peso de +/- max. 100 g.

15 Las máquinas para formar, llenar y sellar bolsas, que son apropiadas para el envasado de fracción de polisilicio, se encuentran disponibles comercialmente. A modo de ejemplo, en el documento DE 36 40 520 A1 se describe una máquina de envasado correspondiente.

20 En el caso de la fracción de polisilicio se trata de un material a granel de cantos afilados, no susceptible de esparcido, con un peso de los fragmentos de Si aislados de hasta 2500 g. Por lo tanto, en el envasado se debe procurar que el material no perfora las bolsas de material sintético habituales en la carga, o incluso destruya completamente las mismas en el peor de los casos. Para impedir esto, las máquinas de envasado comerciales se deben modificar de modo apropiado con el fin del envasado de polisilicio.

Por regla general, con máquinas de envasado comerciales no es posible mantener los requisitos de pureza que se plantean en la fracción de polisilicio, ya que las láminas compuestas empleadas habitualmente, debido a los aditivos químicos, pueden conducir a impurificaciones elevadas de la fracción de polisilicio.

25 Por el documento EP 1 334 907 B1 es conocido un dispositivo para el transporte, pesada, dosificación, llenado y envasado económico, completamente automático, de una fracción de polisilicio altamente pura, que comprende un canal vibrador para la fracción de polisilicio, un dispositivo de pesada para la fracción de polisilicio, que está unido a un embudo, chapas de desvío de silicio, un dispositivo de envasado, que forma, a partir de una lámina de material sintético altamente pura, una bolsa de material sintético, que comprende un desionizador, que impide una carga estática, y con ello una impurificación de partículas de la lámina de material sintético, un dispositivo de sellado para la bolsa de material sintético cargada con fracción de polisilicio, una caja de flujo aplicada por encima de canal vibrador, dispositivo de pesada, dispositivo de envasado y dispositivo de sellado, que impide una impurificación de partículas de la fracción de polisilicio, una banda transportadora con un detector inductivo magnéticamente para la bolsa de material sintético sellada, cargada con fracción de polisilicio, estando armados con silicio o revestidos con un material sintético altamente resistente al desgaste todos los componentes que entran en contacto con la fracción de polisilicio.

30

35

40 El documento DE 10 2007 027 110 A1 describe un procedimiento para el envasado de silicio policristalino, en el que se carga silicio policristalino en una bolsa suspendida, acabada, por medio de un dispositivo de envasado, cerrándose a continuación la bolsa cargada, caracterizado por que la bolsa está constituida por material sintético altamente puro con un grosor de pared de 10 a 1000 μm . La bolsa de material sintético cargada con silicio policristalino, cerrada, se introduce preferentemente en otra bolsa de material sintético de PE con un grosor de pared de 10 a 1000 μm , y esta segunda bolsa se cierra. Por lo tanto, en este caso, la primera bolsa se introduce en una segunda bolsa (bolsa doble).

En principio existen dos formas de bolsas, esto es, bolsas planas y bolsas independientes.

45 Los tubos flexibles laminares se pueden obtener por medio de una extrusora. Las extrusoras son conocidas como aparatos transportadores que, según el principio funcional del transportador helicoidal, exprimen masas viscosas y extrusionables uniformemente a partir de un orificio de conformación bajo presión elevada y temperatura elevada. Este procedimiento se denomina extrusión. Los polímeros termoplásticos, como PVC, PE, PP, son conocidos como materiales extrusionables.

A partir de los tubos flexibles laminares obtenidos de este modo se pueden elaborar bolsas mediante sellado y subsiguiente separación de tubo flexible laminar. Tales bolsas se encuentran también disponibles en el comercio en forma pre-confeccionada.

5 Las experiencias han mostrado que las bolsas constituidas por láminas de PE comerciales con propiedades indefinidas, que se cargaron con fracción de polisilicio, se deterioran en el transporte. La fracción de silicio de cantos agudos ocasiona daños, por ejemplo, en forma de perforaciones y soldaduras desgarradas.

De esta problemática resulta el planteamiento del problema de la invención.

10 La invención se soluciona mediante un procedimiento para el envasado de polisilicio en una bolsa de material sintético mediante carga de la bolsa con polisilicio y sellado de la bolsa según la reivindicación 1, efectuándose el sellado mediante soldadura por impulsos, y ascendiendo la presión de aplicación mediante mordazas prensoras de soldadura a más de $0,01 \text{ N/mm}^2$, y resultando una soldadura con una resistencia de soldadura de 25-150 N/15 mm.

15 En el caso de polisilicio se trata de fragmentos de polisilicio, como se presentan tras precipitación de polisilicio en un reactor de Siemens y subsiguiente desmenuzamiento de las varas de polisilicio precipitadas. En caso dado, los fragmentos se sometieron a una purificación química antes del envasado, para liberar la superficie de los fragmentos, por ejemplo, de contaminaciones de metal.

20 La bolsa se genera por medio de una extrusora a partir de un tubo flexible laminar de PE, y se sella. El sellado de la bolsa se efectúa antes de la carga de la bolsa con polisilicio, mediante sellado por impulsos regulado por temperatura. En este caso, en cada proceso de sellado se regula la temperatura de sellado para garantizar resultados de sellado reproducibles y una calidad de sellado constante, en especial en funcionamiento continuo con rendimiento de ciclo elevado. La temperatura de sellado en cada proceso de sellado se registra sin guía a través de una medida de resistencia eléctrica del alambre de soldadura, y se regula correspondientemente.

Mediante el sellado, la bolsa adquiere soldaduras laterales.

25 La soldadura de la bolsa de PE cargada con polisilicio se efectúa preferentemente con un aparato de soldadura en caliente, en el que el alambre de soldadura metálico está envuelto con un material no metálico, por ejemplo politetrafluoretileno (PTFE).

La soldadura en la generación de la bolsa y tras la carga con fracción de polisilicio se efectúa con un sellado por impulsos controlado en tiempo y regulado por temperatura. Si se emplean dos alambres de soldadura (alambre de soldadura y separación), se puede separar el resto de lámina sobresaliente.

30 Los parámetros en la extrusora se pueden ajustar de modo que no se dificulte mediante bloqueo la apertura de las bolsas, que se genera a partir de la lámina de tubo flexible mediante confección. Esto es en especial el enfriamiento del tubo tras abandonar la extrusora.

Para obtener un margen de error de resistencia de soldadura de $\pm 15 \%$, no es suficiente un sellado por impulsos controlado en tiempo. En este caso es necesario un sellado por impulsos controlado en tiempo, regulado por temperatura.

35 La presión de aplicación sobre el punto de soldadura a través de las mordazas prensoras de soldadura debe ascender a más de $0,1 \text{ N/mm}^2$.

Bolsas bloqueadas en medida excesiva se pueden abrir antes de la carga con tal dificultad, que la productividad se reduce claramente.

40 Preferentemente, antes de la soldadura se succiona el aire de la bolsa hasta que se produce una bolsa plana, pobre en aire.

Antes del envasado, el polisilicio se dosifica en primer lugar y se pesa. En este caso, la dosificación y la pesada de la fracción de polisilicio se efectúan por medio de una unidad de dosificación.

La determinación de la rigidez en el módulo de flexión se efectúa según la norma DIN 53121.

45 Módulo de flexión designa la proporción de la tensión de fibras máxima respecto a la dilatación máxima dentro del límite de elasticidad de un diagrama de tensión- dilatación, que se obtuvo en un ensayo de flexión. Un concepto

ES 2 621 730 T3

alternativo es el módulo de flexión-elasticidad. La rigidez es una medida de la resistencia a la flexión de materiales sintéticos. Ésta comprende el comportamiento tanto plástico, como también elástico, y por lo tanto es un más bien un valor aparente para el módulo E, en lugar de un valor real (ASTM D-747).

5 El control de perforación dinámico se efectúa según la norma DIN 53373. Control de láminas de material sintético; ensayo de perforación con registro electrónico de valores de medida.

La determinación de las resistencias al desgarro de láminas, así como el alargamiento de rotura de láminas, se efectúan según la norma DIN EN ISO – 527-3: materiales sintéticos – determinación de las propiedades de tracción.

La determinación de la tensión de tracción de láminas con un 15 % de dilatación se efectúa según la norma DIN EN ISO – 527-3.

10 La determinación de la resistencia a la perforación de láminas se efectúa según Elmendorf (DIN EN 21974). Comportamiento de desgarro progresivo y perforación de láminas, resistencia a la perforación de Elmendorf, se determinan según ASTM D 1922/ DIN EN ISO 6383-2.

La determinación de la resistencia de soldadura se efectúa según la norma DIN 55543-3, determinación de la resistencia de soldaduras longitudinales en sacos y bolsas.

15 Ejemplos

Ejemplo comparativo 1 – envasado en una bolsa plana de PE con las siguientes propiedades de lámina

Grosor de lámina: 100 μm

Rigidez en módulo de flexión: $F_{\text{max}} = 100 \text{ mN}$; $F_t = 50 \text{ mN}$

Control de perforación dinámico:

20 Fuerza de deterioro $F = 100 \text{ N}$

Trabajo de deterioro $W_s = 1 \text{ J}$

Trabajo de perforación $W_{\text{ges}} = 1 \text{ J}$

Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento longitudinal = 6 Mpa

Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento transversal = 5 MPa

25 Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf longitudinal = 5 cN

Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf transversal = 5 cN

Alargamiento de rotura de lámina longitudinal: = 100 por ciento

Alargamiento de rotura de lámina transversal: = 150 por ciento

30 A partir de esta lámina de PE se generaron 60 bolsas de PE y se llenaron las mismas con 5 kg de fracción de polisilicio BG 4 con una longitud de cantos de 60 a 150 mm.

La soldadura se efectuó con un sellado por impulsos controlado en tiempo, regulado por temperatura:

Temperatura: 200 grados

Tiempo de sellado: 2 segundos

ES 2 621 730 T3

Presión de aplicación a través de las mordazas prensoras de soldadura: $0,01 \text{ N/mm}^2$

Resistencia de soldadura media: = 20 N/15 mm

En una caja de cartón se introdujeron respectivamente 6 bolsas. Las 10 cajas de cartón se condujeron en un camión 2000 km a través de Alemania.

- 5 Tras el transporte se valoraron las Bolsas ópticamente sobre soldaduras deterioradas, y se investigaron sobre perforaciones con ayuda del método de inmersión en agua.

En el método de inmersión en agua, la bolsa cargada con aire, vaciada, se sumerge en una cubeta llena de agua. Mediante las burbujas de gas ascendentes se identifican inmediatamente inestabilidades en la bolsa de PE.

Un 20 % de las soldaduras se han abierto durante el transporte.

- 10 Un 50 % de las bolsas ya no eran herméticas tras el transporte.

Ejemplo 1- envasado en una bolsa plana de PE con las siguientes propiedades de lámina

Grosor de lámina: $300 \mu\text{m}$

Rigidez en módulo de flexión: $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$; $F_t = 200 \text{ mN}$

Control de perforación dinámico:

- 15 Fuerza de deterioro $F = 300 \text{ N}$

Trabajo de deterioro $W_s = 4 \text{ J}$

Trabajo de perforación $W_{\text{ges}} = 4,5 \text{ J}$

Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento longitudinal = 12 Mpa

Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento transversal = 13 MPa

- 20 Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf longitudinal = 15 cN

Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf transversal = 25 cN

Alargamiento de rotura de lámina longitudinal: = 500 por ciento

Alargamiento de rotura de lámina transversal: = 700 por ciento

- 25 A partir de esta lámina de PE se generaron 60 bolsas de PE y se llenaron las mismas con 5 kg de fracción de polisilicio BG 4 con una longitud de cantos de 60 a 150 mm.

La soldadura se efectuó con un sellado por impulsos controlado en tiempo, regulado por temperatura:

Temperatura: 240 grados

Tiempo de sellado: 4 segundos

Presión de aplicación a través de las mordazas prensoras de soldadura: $0,02 \text{ N/mm}^2$

- 30 Resistencia de soldadura media: = 45 N/15 mm

ES 2 621 730 T3

La resistencia a la soldadura en las 60 bolsas de PE se desvía en +/- un 15 % frente al valor medio.

En una caja de cartón se introdujeron respectivamente 6 bolsas. Las 10 cajas de cartón se condujeron en un camión 2000 km a través de Alemania.

- 5 Tras el transporte se valoraron las bolsas ópticamente sobre soldaduras deterioradas, y se investigaron sobre perforaciones con ayuda del método de inmersión en agua.

Un 0 % de las soldaduras se han abierto durante el transporte.

Un 0 % de las bolsas ya no eran herméticas tras el transporte.

Ejemplo 2- envasado en una bolsa plana de PE con las siguientes propiedades de lámina

Grosor de lámina: 300 μm

- 10 Rigidez en módulo de flexión: $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$; $F_t = 200 \text{ mN}$

Control de perforación dinámico:

Fuerza de deterioro $F = 300 \text{ N}$

Trabajo de deterioro $W_s = 4 \text{ J}$

Trabajo de perforación $W_{\text{ges}} = 4,5 \text{ J}$

- 15 Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento longitudinal = 12 Mpa

Tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento transversal = 13 MPa

Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf longitudinal = 15 cN

Resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf transversal = 25 cN

Alargamiento de rotura de lámina longitudinal: = 500 por ciento

- 20 Alargamiento de rotura de lámina transversal: = 700 por ciento

A partir de esta lámina de PE se generaron 60 bolsas de PE y se llenaron las mismas con 5 kg de fracción de polisilicio BG 4 con una longitud de cantos de 60 a 150 mm.

La soldadura se efectuó con un sellado por impulsos controlado en tiempo, sin regulación de temperatura:

Tiempo de sellado: 4 segundos

- 25 Presión de aplicación a través de las mordazas prensoras de soldadura: $0,02 \text{ N/mm}^2$

Resistencia de soldadura media: = 45 N/15 mm

La resistencia a la soldadura en las 60 bolsas de PE se desvía en +/- un 30 % frente al valor medio.

En una caja de cartón se introdujeron respectivamente 6 bolsas. Las 10 cajas de cartón se condujeron en un camión 2000 km a través de Alemania.

Tras el transporte se valoraron las b6lsas 6pticamente sobre soldaduras deterioradas, y se investigaron sobre perforaciones con ayuda del m6todo de inmersi3n en agua.

Un 5 % de las soldaduras se han abierto durante el transporte.

Un 25 % de las bolsas ya no eran herm6ticas tras el transporte.

- 5 Los ejemplos 1 y 2 muestran una clara mejora frente al ejemplo comparativo. Estas mejoras se pueden atribuir a las propiedades modificadas de la l6mina, as6 como a la resistencia de soldadura modificada.

El ejemplo 1 muestra las ventajas del sellado por impulsos regulado por temperatura. De este modo es posible poner a disposici3n bolsas con fracci3n de polisilicio, que no mostraban ning6n tipo de inestaqueidades o roturas de la soldadura tras el transporte.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para el envasado de polisilicio en una bolsa de material sintético mediante carga de la bolsa con polisilicio y soldadura de la bolsa, estando constituida la bolsa por una lámina de PE con un grosor de 150-900 μm , una rigidez en el módulo de flexión F_{max} de 300-2000 mN y F_t 100-1300 mN, con una fuerza de deterioro F , determinada mediante control de perforación dinámico, de 200-1500 N, un trabajo de deterioro W_s de 2-30 J y un trabajo de perforación W_{ges} de 2,2-30 J, con una tensión de tracción de lámina con un 15 % de alargamiento longitudinal y transversal de 9-50 MPa, con una resistencia a la perforación de lámina según Elmendorf longitudinal de 10-60 cN y una resistencia al desgarro de lámina según Elmendorf transversal de 18-60 cN, con un alargamiento de rotura de lámina longitudinal de un 300-2000 %, y con un alargamiento de rotura de lámina transversal de un 450-3000 %, y generándose la misma por medio de una extrusora a partir de un tubo flexible laminar de PE, sellándose el tubo flexible laminar de PE por un lado por medio de sellado por impulsos controlado en tiempo, regulado por temperatura, antes de la carga con polisilicio, y cargándose la bolsa generada de este modo con fragmentos de polisilicio, y sellándose a continuación la bolsa cargada, efectuándose la soldadura mediante sellado por impulsos controlado en tiempo, regulado por temperatura, y siendo la presión de aplicación mediante mordazas prensoras de soldadura mayor que $0,01 \text{ N/mm}^2$, y resultando una soldadura con una resistencia de soldadura de 25-150 N/15 mm.
- 10
- 15
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, efectuándose la soldadura de la bolsa de PE cargada con polisilicio con un aparato de sellado en caliente con un alambre de soldadura metálico, estando envuelto el alambre de soldadura metálico con un material no metálico.
- 20
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, succionándose el aire de la bolsa antes de la soldadura, hasta que se produce una bolsa plana, pobre en aire.