

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 387 996**

51 Int. Cl.:  
**C30B 11/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06841868 .0**  
96 Fecha de presentación: **06.12.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1969163**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.09.2008**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino**

30 Prioridad:  
**04.01.2006 FR 0600049**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**05.10.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**05.10.2012**

73 Titular/es:  
**APOLLON SOLAR  
211, BD VINCENT AURIOL  
75013 PARIS, FR;  
CYBERSTAR y  
EFD INDUCTION SA**

72 Inventor/es:  
**EINHAUS, Roland;  
LISSALDE, François y  
RIVAT, Pascal**

74 Agente/Representante:  
**Polo Flores, Carlos**

ES 2 387 996 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**

Dispositivo y procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino

5    Ámbito técnico de la invención

La invención concierne a un dispositivo de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional, que incorpora unos medios de calentamiento y unos medios de enfriamiento dispuestos para que establezcan un gradiente térmico en un crisol de cristalización, incorporando los medios de enfriamiento un intercambiador y una fuente de calor suplementaria regulable.

10

Estado de la técnica

El documento WO2004/094704 describe un dispositivo de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional. Este material es típicamente silicio. Como se representa en la figura 1, el dispositivo incorpora un crisol de cristalización 1 cuyo fondo 7 permite evacuar el calor. El fondo 7 del crisol 1 posee propiedades de transferencia térmica superiores a las de las paredes 8 laterales. Con objeto de generar un gradiente térmico, se dispone un dispositivo calefactor 3 y un intercambiador de calor 4 respectivamente por encima y por debajo del crisol 1.

15

20

El gradiente térmico para la solidificación del silicio requiere una evaluación de calor eficaz. Las propiedades anisótropas del crisol 1 permiten obtener superficies isotérmicas sensiblemente planas y paralelas. Consecuentemente, el frente de solidificación también es sensiblemente plano, paralelamente al fondo 7 del crisol 1.

25

En la cristalización del silicio, el espesor de la fase sólida 5 aumenta, de manera que el frente de solidificación progresa hacia arriba al tiempo que se aleja del fondo 7 de crisol 1, tal como se representa mediante la flecha 20 en la figura 1. Al ser la temperatura de fusión del silicio de 1410 °C, la superficie isotérmica de 1410 °C se aleja entonces del fondo 7 del crisol 1, lo cual se produce mediante una disminución de la temperatura en el fondo 7 del crisol 1 en el transcurso del procedimiento de cristalización.

30

El aumento de la cantidad del material sólido en el fondo 7 del crisol 1 viene acompañado de un aumento de la resistencia térmica. Ahora bien, para mantener constante el gradiente térmico en la interfase sólido/líquido, la potencia térmica evacuada por el intercambiador de calor 4 tiene que permanecer sensiblemente constante mientras dura la solidificación. Es necesario entonces prever una regulación.

35

Así, el intercambiador de calor 4 incorpora, por ejemplo, un circuito de fluido caloportador y, según las aplicaciones, el fluido puede ser aceite de síntesis o un fluido que opera a alta temperatura, por ejemplo un gas a presión como el helio, lo cual puede ser muy costoso cuando es necesario un licuefactor de helio. Es posible hacer variar la temperatura del fluido caloportador de manera controlada, con el fin de asegurar que la potencia evacuada permanece constante mientras dura la solidificación.

40

El documento WO2004/094704, por ejemplo, describe un fieltro 9 de grafito dispuesto entre el fondo 7 del crisol 1 y los medios de enfriamiento 4, tal y como se ilustra en la figura 1. El fieltro 9 de grafito es comprimido durante la solidificación del silicio. Así, el espesor del fieltro 9 de grafito disminuye y su conductividad térmica aumenta. La transferencia térmica por conductividad del fieltro 9 de grafito puede ser controlada entonces en el transcurso del procedimiento de solidificación. Asimismo, se puede quitar progresivamente el fieltro 9 de grafito para controlar el enfriamiento. El gradiente térmico dentro del crisol 1 se controla y mantiene típicamente en un valor comprendido entre 8 °C/cm y 30 °C/cm.

45

50

Existen asimismo sistemas de enfriamiento por agua. Sin embargo, es difícil controlar la temperatura en un rango considerable de temperaturas, salvo que se utilice el calor latente de la vaporización del agua, cuya puesta en práctica es complicada.

55

El documento US6299682 describe un aparato para fabricar un lingote de silicio para aplicaciones fotovoltaicas. El aparato incorpora un dispositivo de calentamiento encima de un crisol y unos medios de enfriamiento dispuestos bajo el crisol. Bajo el crisol va dispuesta asimismo una fuente de calor para controlar el calor evacuado por debajo del crisol.

60

Objeto de la invención

La invención tiene por finalidad subsanar estos inconvenientes y, en especial, asegurar una regulación eficaz de la

temperatura, al propio tiempo que reduce los costes de puesta en práctica del dispositivo.

De acuerdo con la invención, esta finalidad se logra mediante las reivindicaciones adjuntas y, más en particular, por el hecho de que los medios de enfriamiento están constituidos por una espira de inducción enfriada mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción y por un susceptor de inducción eléctricamente conductor dispuesto entre el crisol y la espira de inducción.

La invención tiene asimismo por finalidad un procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional utilizando un dispositivo según la invención, comprendiendo el procedimiento:

- el calentamiento del crisol desde arriba y el enfriamiento del crisol desde abajo, para establecer el gradiente térmico en el crisol de cristalización, y

- el control de la evacuación del calor desde el crisol hacia abajo por mediación del intercambiador y por mediación de la regulación de la fuente de calor suplementaria regulable,

estando constituidos los medios de enfriamiento por una espira de inducción enfriada mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción y por un susceptor de inducción eléctricamente conductor dispuesto entre el crisol y la espira de inducción,

- comprendiendo el procedimiento simultáneamente el calentamiento por mediación de la espira de inducción y el enfriamiento por mediación del líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción, y

- comprendiendo el procedimiento, mientras progresa un frente de solidificación dentro del crisol al tiempo que se aleja del susceptor, la reducción progresiva del calentamiento por mediación de la reducción de la alimentación eléctrica de la espira de inducción.

Breve descripción de los dibujos

Otras ventajas y características se desprenderán más claramente de la descripción siguiente de formas de realización particulares de la invención, dadas a título de ejemplos no limitativos y representadas en los dibujos que se adjuntan, en los que:

La figura 1 muestra un dispositivo de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional según la técnica anterior.

Las figuras 2 y 3 muestran, en sección, sendas formas particulares de realización del dispositivo según la invención.

La figura 4 ilustra, en una vista desde arriba, una forma de realización particular de un susceptor de un dispositivo según la invención.

Descripción de formas de realización particulares

El dispositivo de fabricación representado en la figura 2 incorpora una fuente de calor 3 y un sistema de enfriamiento 22 dispuesto para que establezca un gradiente térmico dentro del crisol de cristalización 1. El sistema de enfriamiento 22 incorpora un intercambiador 17 y una fuente de calor suplementaria regulable 18, por ejemplo unas resistencias calefactoras, una calefacción por infrarrojos o cualquier otro medio indicado de calentamiento regulable. El intercambiador 17 incorpora preferentemente un circuito de enfriamiento de agua representado esquemáticamente mediante la flecha 21. El intercambiador 17 puede discurrir en particular a todo lo ancho del crisol 1.

Así, se puede controlar la evacuación del calor del crisol, beneficiándose al propio tiempo de las ventajas de un intercambiador de potencia constante, en particular la puesta en práctica simple.

El dispositivo puede incorporar asimismo un fieltro 19 amovible dispuesto por encima del intercambiador 17 y bajo la fuente de calor suplementaria regulable 18, lo cual permite establecer una pantalla a la radiación térmica entre la fuente de calor 18 y el intercambiador 17 y, con ello, controlar más la evacuación de calor del crisol 1. Con la introducción del fieltro 19 amovible entre la fuente 18 y el intercambiador 17, decae la evacuación de calor, en tanto que la retirada del fieltro 19 faculta una evacuación directa de la radiación emitida por la fuente 18 en dirección al intercambiador 17.

En la forma de realización preferente representada en la figura 3, el sistema de enfriamiento 22 incorpora una espira de inducción 10 enfriada mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción 10 y un susceptor de inducción 11 conductor eléctrica y térmicamente dispuesto entre el crisol 1 y la espira de inducción 10.

5 Así, el conjunto de la espira de inducción 10 y del susceptor de inducción 11 constituye la fuente de calor suplementaria regulable 18. La regulación se efectúa por mediación de la alimentación eléctrica 24 (véase la figura 3) de la espira de inducción 10. Al propio tiempo, el intercambiador 17 está constituido por el conjunto de la espira de inducción 10, ilustrada mediante la flecha 21 en la figura 3.

10 Por encima del crisol 1 se dispone una fuente de calor 3, por ejemplo constituida por unas resistencias calefactoras, por una espira de inducción suplementaria y su suplementario susceptor o por cualquier otro medio apropiado de calentamiento, tal como una calefacción por infrarrojos, por ejemplo. Bajo el crisol va dispuesta la espira de inducción 10. El susceptor de inducción 11 se dispone entre el crisol 1 y la espira de inducción 10. El crisol 1  
15 incorpora preferentemente un fondo 7 transparente de sílice amorfa sin impurezas, que permite transmitir la radiación infrarroja. Cuando se utiliza un fieltro amovible 19 según se ha descrito anteriormente, el fieltro amovible 19 puede ir instalado entre la espira de inducción 10 y el susceptor 11.

20 Las espiras de inducción según la técnica anterior son enfriadas típicamente mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción. Ahora bien, como es convencional, las espiras de inducción de calentamiento no están en contacto térmico con el objeto destinado a ser calentado, estando incluso aisladas térmicamente de ese objeto. Por lo tanto, el enfriamiento tan sólo actúa sobre la espira propiamente dicha y no puede actuar sobre el dispositivo que ha de calentarse.

25 El susceptor 11 es preferentemente de un material térmicamente conductor y absorbente de la radiación infrarroja, por ejemplo de grafito o de carburo de silicio, los cuales son conductores y buenos cuerpos negros. Así, el calor emitido por el fondo 7 del crisol 1 es absorbido por la cara 12 del susceptor dispuesta encarada con el crisol 1, conducido a través del susceptor 11 y nuevamente emitido por la cara 13 del susceptor 11 dispuesta encarada con la espira de inducción 10. La espira de inducción 10 permite evacuar el calor. El susceptor 11 puede constituirse en un soporte para el crisol 1 y permite obtener un buen intercambio térmico entre el susceptor 11 y el crisol 1. La  
30 espira de inducción 10 va dispuesta preferentemente en una zona eléctricamente aislada, utilizando por ejemplo unas placas de sílice 23, que permiten evitar cortocircuitos y la formación de chispas hacia el grafito 14 colindante. Como se representa en la figura 3, las placas de sílice 23 están dispuestas alrededor de la espira de inducción 10.

35 El susceptor 11 puede estar constituido simplemente por una placa plana. En una forma de realización particular, el susceptor 11 incorpora unas zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie que permiten reducir localmente el calentamiento de inducción y también permiten favorecer localmente la evacuación del calor desde el crisol 1 hacia la espira de inducción 10. Consecuentemente, las zonas del crisol 1 dispuestas encaradas con las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie son menos calentadas y, así, constituyen  
40 centros de nucleación para la cristalización. Además, las zonas del crisol 1 dispuestas encaradas con las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie se enfrían mejor, ya que las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie favorecen localmente la evacuación del calor desde el crisol 1 hacia la espira de inducción 10.

45 Las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie están constituidas, por ejemplo, por unos agujeros dispuestos en el susceptor 11, según se representa en la figura 4. Las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie pueden estar constituidas asimismo por un material que tiene una menor conductividad eléctrica que el material del susceptor 11 o por una zona que tiene un menor espesor que el susceptor. La dimensión lateral de las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie es  
50 preferentemente igual o superior al espesor del susceptor. La separación entre las zonas 15 de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie es, por ejemplo, de 10 cm para un susceptor con una dimensión d unas decenas de decímetros.

55 Un procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional utilizando un dispositivo según la invención comprende el calentamiento del crisol 1 desde arriba y el enfriamiento del crisol 1 desde abajo, para establecer el gradiente térmico en el crisol de cristalización 1. El procedimiento comprende, además, el control de la evacuación del calor desde el crisol 1 hacia abajo por mediación del intercambiador 17 y por mediación de la regulación de la fuente de calor suplementaria regulable 18. El intercambiador 17 puede funcionar en particular en régimen constante, lo cual simplifica la puesta en práctica del intercambiador 17.

60 El procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional utilizando el

5 dispositivo según la invención puede comprender en particular, por una parte, el calentamiento por mediación de la espira de inducción 10 y su susceptor y simultáneamente, por otra parte, el enfriamiento por mediación del líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción 10. Mientras progresa un frente de solidificación 16 dentro del crisol 1 al tiempo que se aleja del susceptor 11 hacia arriba, según se representa en la figura 3 mediante la flecha 20, el calentamiento se va reduciendo progresivamente por mediación de la reducción de la alimentación eléctrica de la espira de inducción 10, en tanto que el líquido refrigerante puede circular de manera constante por el interior de la espira de inducción 10.

10 El procedimiento puede comprender asimismo, antes de la cristalización, una etapa de fusión del material destinado a ser cristalizado, utilizando la fuente de calor 3 y la fuente de calor suplementaria regulable 18, que incorpora, por ejemplo, la espira de inducción 10 y su susceptor 11. Ello permite en particular hacer que el material destinado a ser cristalizado funda completamente.

15 La invención no se limita a las formas de realización representadas. En concreto, el gradiente no necesariamente se establece de arriba abajo y puede estar orientado según cualquier eje, por ejemplo horizontal o inclinado. En este último caso, los medios de calentamiento y de enfriamiento se disponen respectivamente a uno y otro lado de la zona de gradiente.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Dispositivo de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional, que incorpora unos medios de calentamiento (3) y unos medios de enfriamiento dispuestos para que establezcan un gradiente térmico en un crisol de cristalización (1), incorporando los medios de enfriamiento (22) un intercambiador (17) y una fuente de calor suplementaria regulable, dispositivo **caracterizado porque** los medios de enfriamiento (22) incorporan una espira de inducción (10) enfriada mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción (10) y un susceptor de inducción (11) eléctricamente conductor dispuesto entre el crisol (1) y la espira de inducción (10).
- 10 2. Dispositivo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el susceptor (11) es de un material térmicamente conductor y absorbente de la radiación infrarroja.
- 15 3. Dispositivo según la reivindicación 2, **caracterizado porque** el susceptor (11) es de grafito o de carburo de silicio.
- 20 4. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el susceptor (11) se constituye en un soporte para el crisol (1).
- 25 5. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el susceptor (11) incorpora unas zonas (15) de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie que permiten reducir localmente el calentamiento de inducción y permiten favorecer localmente la evacuación del calor desde el crisol (1) hacia la espira de inducción (10).
- 30 6. Dispositivo según la reivindicación 5, **caracterizado porque** las zonas (15) de menor conductividad eléctrica por unidad de superficie están constituidas por
- unos agujeros,
  - un material que tiene una menor conductividad eléctrica que el material del susceptor,
  - o una zona que tiene un menor espesor que el susceptor (11).
- 35 7. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** incorpora unas placas de sílice (23) dispuestas alrededor de la espira de inducción (10).
- 40 8. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el crisol (1) incorpora un fondo (7) transparente de sílice amorfa sin impurezas.
- 45 9. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** incorpora un fieltro amovible (19) dispuesto por encima del intercambiador (17).
- 50 10. Procedimiento de fabricación de un bloque de material cristalino por cristalización direccional utilizando un dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, procedimiento que comprende:
- el calentamiento del crisol (1) desde arriba y el enfriamiento del crisol (1) desde abajo, para establecer el gradiente térmico en el crisol de cristalización (1), y
  - el control de la evacuación del calor desde el crisol (1) hacia abajo por mediación del intercambiador (17) y por mediación de la regulación de la fuente de calor suplementaria regulable (18),
- 55 procedimiento **caracterizado porque**
- estando constituidos los medios de enfriamiento (22) por una espira de inducción (10) enfriada mediante un líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción (10) y por un susceptor de inducción (11) eléctricamente conductor dispuesto entre el crisol (1) y la espira de inducción (10),
- 60 - el procedimiento comprende simultáneamente el calentamiento por mediación de la espira de inducción (10) y el enfriamiento por mediación del líquido refrigerante circulante por el interior de la espira de inducción (10), y
- el procedimiento comprende, mientras progresa un frente de solidificación (16) dentro del crisol (1) al tiempo que se aleja del susceptor (11), la reducción progresiva del calentamiento por mediación de la reducción de la alimentación eléctrica de la espira de inducción (10).

11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado porque** comprende, antes de la cristalización, una etapa de fusión del material destinado a ser cristalizado, utilizando los medios de calentamiento (3) y la fuente de calor suplementaria regulable (18).

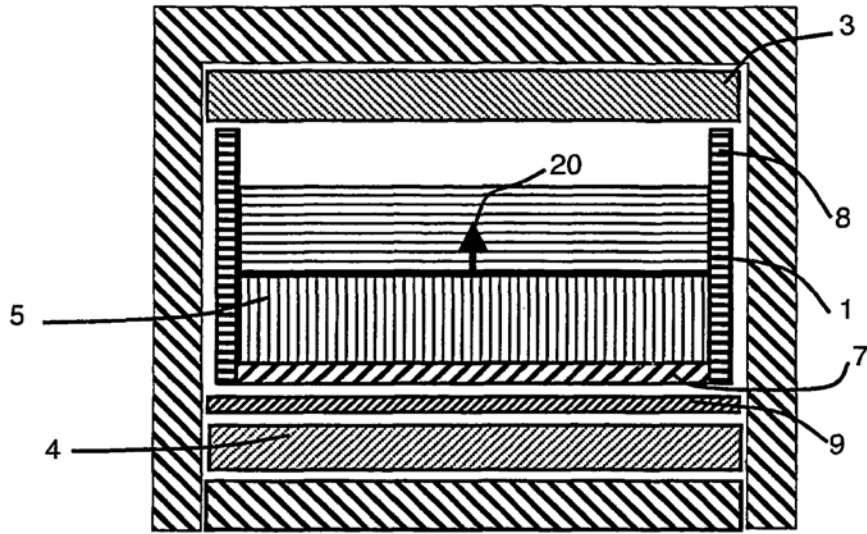


Figura 1 (Técnica anterior)

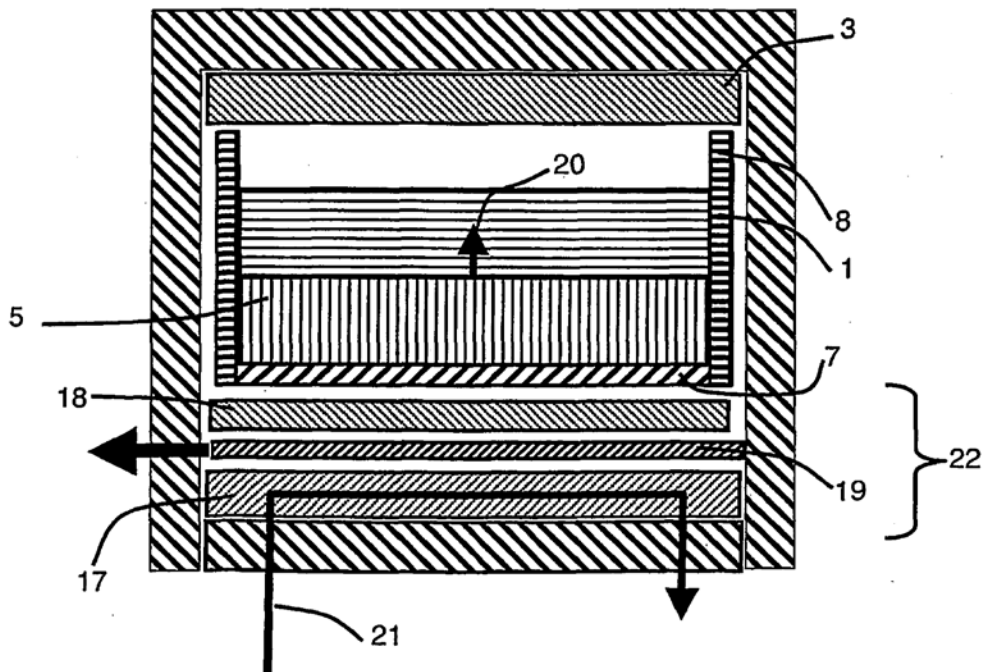


Figura 2



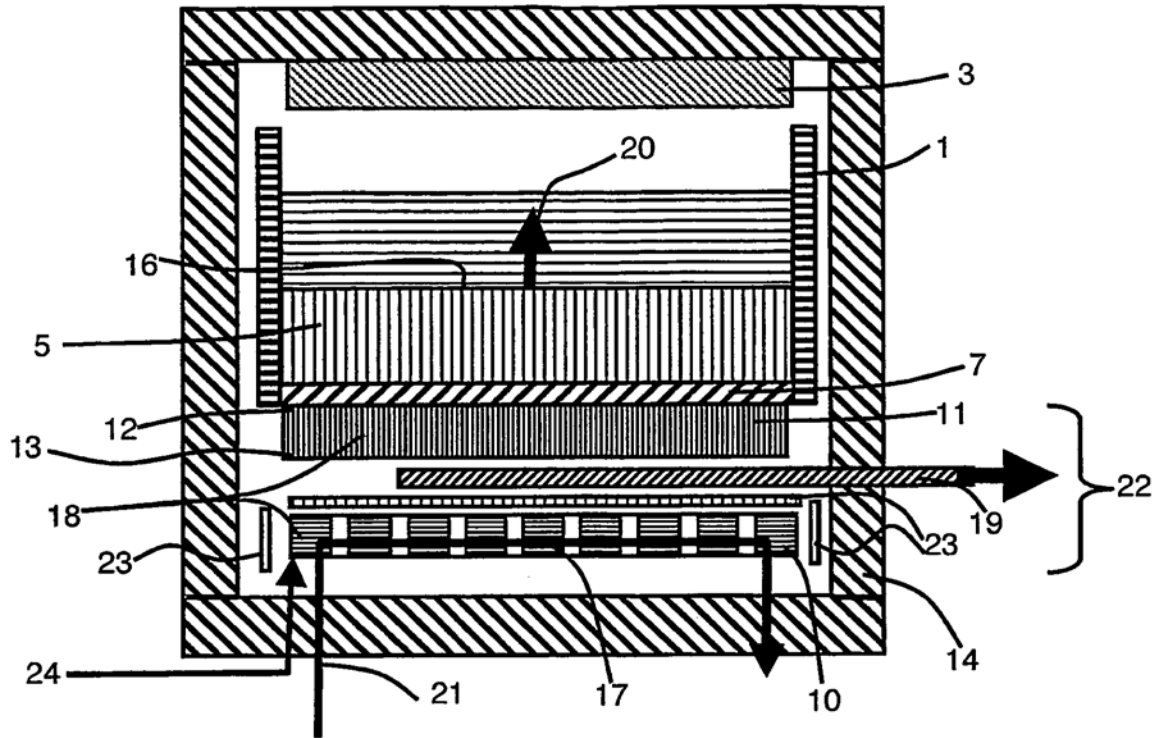


Figura 3

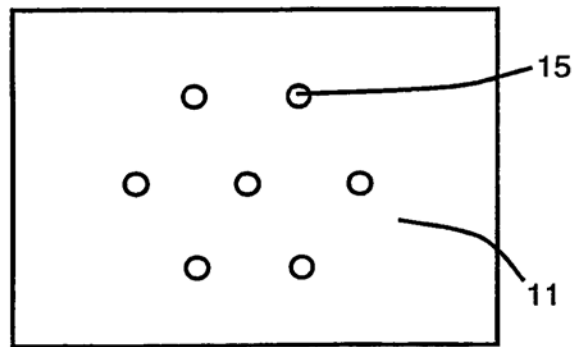


Figura 4