

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 445 593**

51 Int. Cl.:

**C30B 11/00** (2006.01)

**C30B 35/00** (2006.01)

**C30B 28/06** (2006.01)

**C30B 29/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2010 E 10785415 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2013 EP 2507417**

54 Título: **Dispositivo de control del estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido en un procedimiento de solidificación dirigida usando ultrasonidos**

30 Prioridad:

**30.11.2009 FR 0958523**

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

**04.03.2014**

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET  
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (50.0%)  
25, rue Leblanc, Bâtiment "Le Ponant D"  
75015 Paris, FR y  
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE (50.0%)**

72 Inventor/es:

**GARANDET, JEAN-PAUL;  
BOTTON, VALERY y  
SALVI, CHARLES**

74 Agente/Representante:

**PÉREZ BARQUÍN, Eliana**

ES 2 445 593 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 de control del estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido en un procedimiento de solidificación dirigida usando ultrasonidos

5

**Campo técnico**

La invención se refiere a un dispositivo y un procedimiento que permiten controlar el estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido, en particular, de un baño de silicio, realizándose la cristalización en una cámara térmicamente aislante de un horno de cristalización de acuerdo con un procedimiento de solidificación dirigida.

10

El dispositivo y el procedimiento de acuerdo con la invención posibilitan la detección de la posición y la velocidad de la interfase líquido-vapor del baño de material fundido. A partir de la medición de la posición (de la velocidad) de la interfase líquido-vapor, también es posible conocer la posición (la velocidad) de la interfase sólido-líquido.

15

**Estado de la técnica anterior**

Las técnicas de solidificación dirigida son actualmente las técnicas estándar que se utilizan para la preparación de lingotes materiales semiconductores cristalinos para aplicaciones en microelectrónica y optoelectrónica. Estas técnicas se utilizan en particular para la producción de silicio fotovoltaico.

20

Las técnicas de solidificación dirigida son procedimientos de solidificación que utilizan un gradiente térmico uniaxial que favorece el crecimiento preferido de los granos de los cristales en el sentido del gradiente impuesto.

25

En estos procedimientos de producción por solidificación dirigida, la posición y la velocidad de la interfase sólido-líquido son parámetros fundamentales. De hecho, se requiere una medición precisa de la posición de la interfase sólido-líquido para iniciar la cristalización de una manera reproducible, mientras que la velocidad de solidificación es una variable fundamental para el control de la segregación de las impurezas y la desestabilización morfológica del frente de crecimiento. Además, la velocidad de solidificación regula directamente la productividad del procedimiento de elaboración por solidificación dirigida y debe ser optimizada de acuerdo con las características específicas del material y del dispositivo de solidificación utilizados.

30

Existen diferentes técnicas que permiten localizar la interfase sólido-líquido en los procedimientos de solidificación dirigida.

35

La posición de la interfase sólido-líquido se puede determinar por sondeo mecánico de la fase sólida a través de la fase líquida por medio de una varilla de cerámica refractaria. Este procedimiento se utiliza actualmente en condiciones de crecimiento industrial. Este procedimiento es robusto, si bien es poco preciso y está mal adaptado a la fase de solidificación, donde se observa una cristalización y una adherencia del material durante la solidificación alrededor de la varilla refractaria. Además, ciertos materiales, y, en particular el silicio líquido, tienen una alta reactividad y la varilla de cerámica refractaria se convierte entonces en una fuente de contaminación.

40

También es posible medir la resistencia eléctrica de la muestra durante su solidificación. Esta técnica se basa en el hecho de que las resistividades de las fases sólida y líquida son generalmente diferentes, lo que permite localizar la interfase sólido-líquido. Esta técnica es extremadamente precisa, siendo la incertidumbre de la posición de la interfase de unos pocos micrómetros (véase el documento [1], al que se hace referencia al final de la memoria descriptiva).

45

No obstante, esta técnica es muy sensible a las perturbaciones electromagnéticas del entorno y, por consiguiente, está mal adaptada a un entorno industrial. Asimismo, implica la toma de un contacto eléctrico en el material líquido, lo que, en el caso de algunos materiales tales como el silicio líquido, es una fuente de dificultades.

50

También es posible medir el tiempo de vuelo de un eco ultrasónico, emitido por un transductor unido a la fase sólida del material, que se refleja parcialmente en la interfase sólido-líquido debido a la diferencia de la impedancia mecánica entre la fase líquida y la fase sólida. La precisión de esta técnica es satisfactoria: es del orden de decenas de micrómetros (véase el documento [2]).

55

No obstante, esta técnica requiere tener acceso a la fase sólida en la parte fría (es decir, en la parte opuesta a la interfase líquido-sólido), lo que complica el diseño del dispositivo de medición y excluye los procedimientos que utilicen una fusión completa del material. Por otro lado, es necesario disponer de un adhesivo que permita el acoplamiento entre el transductor y la fase sólida, lo que limita esta técnica a aquellos materiales que tengan una temperatura de fusión por debajo de 1000 °C.

60

Ninguna de las técnicas detalladas anteriormente permite obtener la medición de la posición y, opcionalmente, de la velocidad, de una interfase sólido-líquido en dispositivos de solidificación dirigida vertical utilizando una técnica

65

robusta, que se pueda utilizar en configuraciones industriales y adaptable a diferentes entornos gaseosos. Por tanto, los inventores se han fijado como objetivo cubrir este vacío.

### Exposición de la invención

5 Este objeto se consigue mediante un dispositivo para controlar el estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido realizado en una cámara térmicamente aislante de un horno de cristalización de acuerdo con un procedimiento de solidificación dirigida, que comprende una fuente de ultrasonidos y un detector de ultrasonidos, caracterizado porque:

10 - la fuente de ultrasonidos comprende  $n$  conjunto(s), siendo  $n$  un número entero mayor que o igual a 1, comprendiendo cada conjunto de la fuente un transductor, que es capaz de emitir una onda ultrasónica, conectado a una guía de ondas, que es capaz de guiar la onda ultrasónica producida por dicho transductor, hacia la interfase vapor-líquido del baño líquido;

15 - el detector de ultrasonidos comprende al menos  $2n$  conjuntos, comprendiendo cada conjunto del detector una guía de ondas conectada a un transductor, que es capaz de detectar una onda ultrasónica, siendo dicha guía de ondas capaz de guiar una onda ultrasónica hacia dicho transductor;

20 y caracterizado porque los  $n$  conjuntos de la fuente y los al menos  $2n$  conjuntos del detector se colocan encima de la interfase vapor-líquido del baño líquido en diferentes posiciones, de tal manera que la onda ultrasónica generada por un transductor de la fuente incida sobre la interfase vapor-líquido según un ángulo agudo con respecto a la normal a dicha interfase y que esta onda ultrasónica, reflejada por la interfase vapor-líquido según el mismo ángulo agudo, sea detectada por un transductor del detector, los transductores de la fuente y del detector están situados en el exterior de la cámara y las guías de ondas de la fuente y del detector atraviesan la pared de dicha cámara, y las guías de ondas comprenden una cara de entrada de una onda ultrasónica, una cara de salida de una onda ultrasónica y una superficie lateral que conecta estas dos caras, estando las caras situadas entre las caras de entrada y las caras de salida de las guías de ondas que apuntan hacia el interior de la cámara recubiertas con una capa porosa que permite asegurar una adaptación de impedancia entre la guía de ondas y la atmósfera de la cámara, teniendo dicha capa porosa una densidad menor que  $1000 \text{ kg/m}^3$ .

Las caras que apuntan hacia el interior de la cámara son, de hecho, las caras de las guías de ondas que estarán en contacto con el vapor presente en la cámara durante la fusión del material del baño. De acuerdo con la invención, la superficie de estas caras está recubierta por una capa porosa, que permite asegurar una adaptación de impedancia entre la guía de ondas y la atmósfera de la cámara.

Una capa porosa se caracteriza por una densidad inferior a  $1000 \text{ kg/m}^3$ , de forma ventajosa inferior a  $500 \text{ kg/m}^3$ .

La capa porosa tiene un grosor comprendido preferentemente entre 20 y 1000 micrómetros, de forma ventajosa entre 50 y 200 micrómetros.

Las guías de ondas son cuerpos sólidos que presentan una cara de entrada de una onda ultrasónica (un primer extremo), una cara de salida de una onda ultrasónica (un segundo extremo) y una superficie lateral que conecta la cara de entrada y la cara de salida. La sección transversal de las guías de ondas puede ser circular, oblonga o poligonal (por ejemplo, triangular, rectangular, cuadrada, hexagonal, etc.). Preferentemente, las guías de ondas tienen una sección circular y son rectilíneas; es decir, por ejemplo, barras.

Preferentemente, las guías de ondas están colocadas de tal manera que una de sus caras (cara de entrada para la fuente y cara de salida para el detector) está unida directamente a un transductor y la otra cara (cara de salida para la fuente y cara de entrada para el detector) apunta a la interfase vapor-líquido.

Debe recordarse que una onda ultrasónica (o ultrasonido) es una onda vibratoria mecánica de una frecuencia superior a la frecuencia límite perceptible por el oído humano. Por lo general, incluye todas las frecuencias por encima de 16 kHz. El límite superior de frecuencia de las ondas ultrasónicas depende en gran medida del generador y puede llegar hasta varios cientos de megahercios.

El material fundido presenta una variación de volumen en la solidificación superior al 5 % (preferentemente superior al 10 %), y puede ser, por ejemplo, un semiconductor como el silicio o el germanio o un óxido como el niobato de litio ( $\text{LiNbO}_3$ ) o el YAG (del inglés «Yttrium Aluminium Garnet», en español granate de itrio y aluminio ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ )).

Ventajosamente, la capa porosa es un aerogel de sílice cristalina o una espuma de grafito expandido, es decir, un grafito expandido realizado por descomposición térmica de un precursor procedente de la reacción de un grafito natural con ácido sulfúrico.

65 Ventajosamente, la capa porosa tiene una densidad inferior a  $1000 \text{ kg/m}^3$ , preferentemente inferior a  $500 \text{ kg/m}^3$ .

Ventajosamente, las guías de ondas de la fuente y del detector están hechas de sílice cristalina o de alúmina cristalina.

5 Preferentemente, la n o las n guías de ondas de la fuente están dispuestas de acuerdo con una línea sustancialmente paralela a la interfase vapor-líquido del baño líquido o bien de acuerdo con una matriz cuya línea o líneas son sustancialmente paralelas a la interfase vapor-líquido.

10 Del mismo modo, las al menos 2n guías de ondas del detector están dispuestas preferentemente de acuerdo con una línea o bien de acuerdo con una matriz cuya línea o líneas son sustancialmente paralelas a la interfase vapor-líquido.

Ventajosamente, las guías de onda del detector están dispuestas según una matriz (i×j), con i filas y j columnas, siendo i y j números enteros mayores que o iguales a 1 e i×j ≥ 2.

15 Ventajosamente, el ángulo agudo está comprendido entre 40° y 70°. Preferentemente, el ángulo agudo está comprendido entre 50° y 60°.

20 Ventajosamente, los transductores de la fuente y del detector son transductores de tipo piezoeléctrico o magnetoestrictivo.

La invención también se refiere a un procedimiento para controlar el estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido realizado en una cámara térmicamente aislante de un horno de cristalización de acuerdo con un procedimiento de solidificación dirigida, teniendo dicho material un coeficiente de variación del volumen en la solidificación conocido y distinto de 0, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:

- 25 - detección de la posición de la interfase vapor-líquido del baño de material fundido en el tiempo (t);
- deducción de la posición de la interfase líquido-sólido en el tiempo (t) mediante el cálculo de la variación de la posición de la interfase líquido-sólido entre el instante (t) y un instante inicial, multiplicando la variación de la posición de la interfase vapor-líquido entre el instante (t) y el instante inicial por el coeficiente  $\rho_{liq} / (\rho_{liq} + \rho_{sol})$ , donde  $\rho_{liq}$  y  $\rho_{sol}$  representan, respectivamente, la densidad del material líquido y la densidad del material sólido;

30 estando caracterizado el procedimiento porque la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido (3) comprende las etapas siguientes:

- 35 - envío de una onda ultrasónica sobre la interfase vapor-líquido según un ángulo agudo con respecto a la normal a la interfase vapor-líquido;
- detección de la onda ultrasónica reflejada por la interfase vapor-líquido;
- 40 realizándose el envío y la detección de la onda ultrasónica con ayuda del dispositivo de control de acuerdo con la invención.

45 En una primera variante, el procedimiento comprende además, después de la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido, las etapas siguientes:

- detección de la posición z de la interfase vapor-líquido del baño de material fundido en el tiempo (t+a), donde a es el tiempo entre la detección en el tiempo (t) y la detección en el tiempo (t+a);
- 50 - determinación de la velocidad de la interfase vapor-líquido según la fórmula siguiente:

$$V_{\text{vapor-líquido}} = \frac{z(t+a) - z(t)}{a}$$

55 Se pueden utilizar otras fórmulas, en particular, una fórmula que haga intervenir promedios de varias mediciones en el tiempo.

En una segunda variante, el procedimiento comprende además, después de la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido, las etapas siguientes:

- 60 - detección de la posición z de la interfase vapor-líquido del baño de material fundido en el tiempo (t+a), donde a es el tiempo entre la detección en el tiempo (t) y la detección en el tiempo (t+a);

- deducción de la posición  $z'$  de la interfase líquido-sólido en el tiempo  $(t+a)$  mediante el cálculo de la variación de la posición de la interfase líquido-sólido entre el instante  $(t+a)$  y el instante  $(t)$ , multiplicando la variación de la posición de la interfase vapor-líquido entre el instante  $(t+a)$  y el instante  $(t)$  por el coeficiente  $\rho_{liq} / (\rho_{liq} + \rho_{sol})$ , donde  $\rho_{liq}$  y  $\rho_{sol}$  representan, respectivamente, la densidad del material líquido y la densidad del material sólido;

5

- determinación de la velocidad de la interfase líquido-sólido según la fórmula siguiente:

$$V_{\text{líquido-sólido}} = \frac{z'(t+a) - z'(t)}{a}$$

10 Se pueden utilizar otras fórmulas, en particular, una fórmula que haga intervenir promedios de varias mediciones en el tiempo.

El detector de acuerdo con la invención puede detectar la posición de la interfase líquido-vapor de un material fundido. El detector de acuerdo con la invención permite, por ejemplo, seguir el crecimiento de un lingote en un horno de cristalización vertical, a partir de un baño de material fundido, por ejemplo, un baño de silicio.

15

A partir de la posición de la interfase líquido-vapor se puede deducir, mediante cálculos, la posición de la interfase sólido-líquido. Este procedimiento es más práctico que las técnicas conocidas de la técnica anterior que consisten en detectar directamente la posición de la interfase sólido-líquido. Las velocidades de las interfases líquido-sólido y vapor-líquido están correlacionadas a través de la variación de la densidad del material en la cristalización. Por ejemplo, en el caso del silicio, la variación de la densidad en la cristalización es típicamente del orden del 10 %.

20

A diferencia de los dispositivos de la técnica anterior, la fuente de ultrasonidos y el detector de ultrasonido se colocan por encima del baño de material fundido, a saber, por encima de la interfase vapor-líquido. Esta solución es particularmente ingeniosa y es contraria a las ideas preconcebidas del experto en la materia. De hecho, el uso de ondas ultrasónicas en una incidencia oblicua sobre la interfase líquido-vapor de un baño líquido obliga a colocar la fuente y el detector de ultrasonidos en una zona caliente de la cámara de cristalización, con lo que el calor generado durante la fusión del material dañará la fuente y el detector de ultrasonidos, o a crear aberturas en la cámara de cristalización con el fin de colocar la fuente y el receptor de ultrasonidos en el exterior de la cámara y dejar pasar las ondas ultrasónicas. Sin embargo, el experto en la materia es reacio a crear aberturas en una cámara de cristalización en entornos de alta temperatura, ya que estas aberturas son zonas de pérdida térmica que degradan el rendimiento de cristalización de la cámara. En la invención, las pérdidas térmicas están limitadas gracias al uso de la guía de ondas, cuya principal función es, por supuesto, guiar la onda emitida y la onda reflejada y transferirla a un transductor que puede trasladarse a una zona refrigerada de la cámara, pero que también presenta la ventaja de actuar como masa térmica y limitar las pérdidas de calor por convección.

25

30

35

#### Breve descripción de los dibujos

La invención se comprenderá mejor y otras ventajas y características se pondrán de manifiesto tras la lectura de la siguiente descripción dada a modo de ejemplo no limitativo, acompañada de una figura que representa, según una sección vertical, una cámara aislante un horno de cristalización que comprende un dispositivo de control de acuerdo con la invención.

40

#### Exposición detallada de formas de realización particulares

45

A continuación se pasará a describir el dispositivo de control de acuerdo con la invención.

Se considera un cámara térmicamente aislante (1) de un horno de cristalización vertical (no mostrado), por ejemplo un horno de crecimiento de tipo HEM (del inglés Heat Exchanger Method) con calentamiento resistivo adecuado para el crecimiento de silicio para aplicaciones fotovoltaicas y que opera en una corriente de argón. Cabe precisar que el horno contiene la cámara, que a su vez contiene el crisol en el que se encuentra el baño de material fundido.

50

Las dimensiones del crisol 2 son aquí de  $20 \times 20 \text{ cm}^2$  para la base y 20 cm para la altura.

55

El crisol 2 está lleno de bloques de silicio, de manera que se obtenga un grado de compacidad del orden del 50 %: así pues, la altura del baño fundido antes de la solidificación es de aproximadamente 10 cm. Por lo tanto, teniendo en cuenta la variación de volumen del 10 % del silicio en la solidificación, la amplitud del movimiento de la interfase líquido-vapor 3 es de aproximadamente 1 cm.

60

La fuente de ultrasonidos 5 y el detector de ultrasonidos 6 están colocados uno frente al otro en paredes 100 laterales opuestas de la cámara del horno.

La fuente de ultrasonidos 5 comprende en general un solo transductor acompañado de su guía de ondas. El sensor de ultrasonidos 6 debe, a su vez, comprender al menos dos transductores acompañados de su respectiva guía de ondas para cada conjunto de transductor y guía de ondas de la fuente. Por lo tanto, cuando la fuente de ultrasonidos comprende  $n$  conjuntos de transductor y guía de ondas, el detector comprenderá al menos  $2n$  conjuntos de transductor y guía de ondas, estando cada conjunto de transductor y guía de ondas de la fuente asociado con al menos dos conjuntos de transductor y guía de ondas del detector.

El uno o más transductores del emisor de ultrasonidos (fuente) y el uno o más transductores del receptor de ultrasonidos (detector) pueden ser iguales o diferentes. Por supuesto, los transductores elegidos deben resistir la temperatura y la presión de funcionamiento del horno. Los transductores pueden ser transductores piezoeléctricos o transductores magnetostrictivos.

En esta forma de realización, el emisor de ultrasonidos 5 (fuente) comprende un solo transductor 7, mientras que el receptor de ultrasonidos 6 (detector) comprende una pluralidad de transductores 9 dispuestos en una matriz. Aquí, los transductores 7 y 9 son transductores piezoeléctricos de  $\text{LiNbO}_3$ , que tienen una temperatura de Curie de 1150 °C y funcionan a 1 MHz.

Como se ilustra en la figura 7, el transductor 7 del emisor y los transductores 9 del receptor están situados fuera de la cámara de cristalización, por encima de la interfase líquido-vapor y cara a cara uno del otro. Preferentemente, el transductor del emisor y los transductores del receptor están colocados simétricamente con relación al plano central del crisol.

El transductor de la fuente y los transductores del detector están conectados respectivamente a una barra de sílice cristalina 8, 10. Se pueden utilizar otros materiales, tales como, por ejemplo, la alúmina. Preferentemente, estos materiales tendrán forma cristalina o incluso forma monocristalina.

En el ejemplo de realización, el transductor 7 de la fuente está conectado a un extremo de una barra paralelepípedica de sílice cristalina 8 de 10310 mm<sup>2</sup> de sección y 50 mm de longitud mediante un adhesivo de alta temperatura, por ejemplo Ceramabond® de la marca Aremco, con la barra atravesando la pared de la cámara térmicamente aislante.

El detector comprende a su vez una matriz constituida por 10x10 barras paralelepípedicas de sílice cristalina 10 de 1x1 mm<sup>2</sup> de sección y 50 mm de longitud, que atraviesan la pared de la cámara aislante. Estas barras son paralelas entre sí y están separadas 1 mm entre sí. En el extremo exterior (es decir, apuntando hacia fuera de la cámara) de cada una de las barras 10 está situado un transductor piezoeléctrico 9. Una vez más, se usa un adhesivo de alta temperatura para conectar las barras a su respectivo transductor.

Tanto durante la emisión como durante la recepción, la cara de salida de la onda de la guía de ondas de la fuente y las caras de entrada de la onda de las guías de onda del detector, es decir, las caras de las guías de ondas que apuntan hacia el interior de la cámara, están recubiertas por una capa porosa 11 que tiene la función de adaptar la impedancia entre el material sólido de la guía de ondas y el vapor presente en la cámara aislante. La capa porosa tiene, por ejemplo, un grosor de 50 micrómetros y los poros de la capa tienen un diámetro comprendido entre 1 y 10 nanómetros. Esta capa porosa es por ejemplo una capa de aerogel de sílice obtenido por la tecnología de sol-gel.

En este ejemplo de realización, los transductores 7 y 9 están dispuestos directamente sobre la pared exterior de la cámara aislante, con las barras cruzando la totalidad del espesor de la pared de la cámara, y estando el extremo exterior (es decir, el extremo que apunta hacia el exterior de la cámara) de cada barra fijado a un transductor y estando la cara del extremo recubierta por una capa porosa 11.

Las barras de sílice están orientadas en la dirección de la interfase líquido-vapor con un ángulo de incidencia  $\alpha$ . La elección de este ángulo de incidencia  $\alpha$  con el que la onda ultrasónica llega a la interfase líquido-vapor y se refleja sobre la misma es el resultado de un compromiso entre la resolución de la medición y el deseo de desplazar los puntos fríos asociados con los transductores lo más lejos posible de la interfase líquido-vapor. De hecho, la variación  $\Delta h$  de la altura física de la interfase líquido-vapor se traduce en una variación espacial  $\Delta h \times 2 \times \cos(\alpha)$  en la posición del punto reflejado sobre la interfase, lo que tendería a favorecer los ángulos de incidencia pequeños, mientras que el criterio de alejamiento entre los transductores y la interfase tendería a favorecer los ángulos de incidencia grandes. En la invención, el ángulo de incidencia se selecciona entre 40 ° y 70 °, preferentemente entre 50 ° y 60 °.

En este ejemplo, se han colocado los transductores en el exterior de la cámara de cristalización a una altura de 15 cm desde la superficie del baño fundido antes de la solidificación. Las barras atraviesan la pared de la cámara de cristalización y están orientadas de manera que el ángulo de incidencia de las ondas ultrasónicas producidas por el transductor de la fuente y recibidas por los transductores del detector sean del orden de 50°, cambiando este valor en el curso de la solidificación en un ángulo del orden de más o menos 5°.

La potencia de la señal ultrasónica emitida por el transductor del emisor debe tener en cuenta las pérdidas ligadas al salto de impedancia acústica entre el transductor emisor (el transductor de la fuente), el medio gaseoso y el

5 transductor receptor (uno de los transductores del receptor). En la práctica, una potencia de emisión del orden de  $500 \text{ W/cm}^2$  resulta suficiente para asegurar que la señal de recepción sea tratable, a condición de que recubra las barras de sílice con una capa de material poroso que permita adaptar la impedancia entre el gas y el material sólido de la guía de ondas. El uso de materiales porosos para adaptar la impedancia entre los materiales sólidos y gaseosos es conocido por los expertos en la materia (véase por ejemplo el documento [3]).

10 Por el contrario, puesto que las pérdidas asociadas a la propagación de la señal ultrasónica en un medio gaseoso son insignificantes, la frecuencia ultrasónica de la señal no es un parámetro fundamental. La invención se puede poner en práctica en una amplia gama de frecuencias en el dominio de las longitudes de onda ultrasónicas, es decir, comprendidas entre 0,016 MHz y unas pocas centenas de MHz, preferentemente entre 0,1 y 100 MHz, y más preferentemente entre 1 y 10 MHz.

15 La onda ultrasónica (de frecuencia 1 MHz) es producida por el transductor emisor de la fuente cuando es excitado por una señal eléctrica de la misma frecuencia. Después de la propagación a través de la guía de ondas (barra de sílice) y el vapor comprendido en el horno de cristalización, la onda ultrasónica entra en la interfase líquido-vapor con un ángulo de incidencia oblicuo, es reflejado por esta interfase y es detectado a continuación por uno de los transductores receptores del detector. En la figura, la onda es así reflejada por la interfase de silicio vapor-silicio líquido formando un ángulo oblicuo.

20 En este ejemplo, el detector comprende una pluralidad de transductores receptores dispuestos de forma de matriz. Esto permite determinar la posición de la interfase líquido-vapor en función de la potencia recibida por los diversos transductores receptores de la matriz.

25 Mediante la medición de dos valores de posición de la interfase vapor-líquido 3 en un intervalo de tiempo conocido, también es posible conocer la velocidad de desplazamiento de la interfase vapor-líquido; asimismo, es posible conocer la velocidad del frente de solidificación (interfase líquido-sólido 4).

30 La fuente de ultrasonidos también puede comprender una pluralidad de transductores. Con la emisión de ondas ultrasónicas a partir de cada uno de los transductores emisores, es posible obtener información más completa sobre la curvatura de la interfase líquido/vapor.

35 Otra ventaja del dispositivo de acuerdo con la invención es que se puede poner en práctica independientemente del procedimiento de calentamiento (resistivo, inductivo, etc.) utilizado en el horno de cristalización. En particular, este dispositivo permite evitar las perturbaciones electromagnéticas.

Este dispositivo permite controlar los procedimientos de solidificación dirigida de los materiales semiconductores, en particular para la elaboración de silicio fotovoltaico, mediante un procedimiento robusto que funciona a alta temperatura. Por consiguiente, este dispositivo está bien adaptado a un entorno industrial.

#### 40 **Bibliografía**

[1] C. Salvi, J.P. Garandet, «A novel resistance technique in the field of directional solidification», Review of Scientific Instruments, 72 (2001), 255-262.

45 [2] P. Dold, M. Heidler, A. Drevermann, G. Zinimermann, «In situ observation of growth interfaces by ultrasound», Journal of Crystal Growth 256 (2003) 352-360

[3] T. Gudra, Z. Kojro, M. Schmachtl, C. Lier, M. Schubert and W. Grill, «Scanning acoustic air microscope» Ultrasonics 34(1996)711-719).

## REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para controlar el estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido realizado en una cámara térmicamente aislante de un horno de cristalización de acuerdo con un procedimiento de solidificación dirigida, que comprende una fuente de ultrasonidos (5) y un detector de ultrasonidos (6), caracterizado porque:
- la fuente de ultrasonidos (5) comprende n conjunto(s), siendo n un número entero mayor que o igual a 1, comprendiendo cada conjunto de la fuente un transductor (7), que es capaz de emitir una onda ultrasónica, conectado a una guía de ondas (8), que es capaz de guiar la onda ultrasónica producida por dicho transductor, hacia la interfase vapor-líquido (3) del baño líquido,
  - el detector de ultrasonidos (6) comprende al menos 2n conjuntos, comprendiendo cada conjunto del detector una guía de ondas (10) conectada a un transductor (9), que es capaz de detectar una onda ultrasónica, siendo dicha guía de ondas (10) capaz de guiar una onda ultrasónica hacia dicho transductor;
- y caracterizado porque:
- los n conjuntos de la fuente y los al menos 2n conjuntos del detector se colocan encima de la interfase vapor-líquido (3) del baño líquido en diferentes posiciones, de tal manera que la onda ultrasónica generada por un transductor de la fuente incida sobre la interfase vapor-líquido según un ángulo agudo con respecto a la normal a dicha interfase y que esta onda ultrasónica, reflejada por la interfase vapor-líquido según el mismo ángulo agudo, sea detectada por un transductor del detector,
- los transductores de la fuente y del detector están situados en el exterior de la cámara y las guías de ondas de la fuente y del detector atraviesan la pared de dicha cámara,
- y las guías de ondas comprenden una cara de entrada de una onda ultrasónica, una cara de salida de una onda ultrasónica y una superficie lateral que conecta estas dos caras, estando las caras situadas entre las caras de entrada y las caras de salida de las guías de ondas que apuntan hacia el interior de la cámara recubiertas con una capa porosa (11) que permite asegurar una adaptación de impedancia entre la guía de ondas y la atmósfera de la cámara, teniendo dicha capa porosa una densidad menor que  $1000 \text{ kg/m}^3$ .
2. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la capa porosa es un aerogel de sílice cristalina o espuma de grafito expandido.
3. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la capa porosa tiene una densidad inferior a  $500 \text{ kg/m}^3$ .
4. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las guías de ondas de la fuente y del detector están hechas de sílice cristalina o de alúmina cristalina.
5. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las guías de onda del detector están dispuestas según una matriz  $(i \times j)$ , con i filas y j columnas, siendo i y j números enteros mayores que o iguales a 1 e  $i \times j \geq 2$ .
6. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ángulo agudo está comprendido entre  $40^\circ$  y  $70^\circ$ , preferentemente entre  $50^\circ$  y  $60^\circ$ .
7. Dispositivo de control de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los transductores de la fuente y del detector son transductores de tipo piezoeléctrico o magnetoestrictivo.
8. Procedimiento para controlar el estado de avance de la cristalización de un baño de material fundido realizado en una cámara térmicamente aislante de un horno de cristalización de acuerdo con un procedimiento de solidificación dirigida, teniendo dicho material un coeficiente de variación del volumen en la solidificación conocido y distinto de 0, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:
- detección de la posición de la interfase vapor-líquido (3) del baño de material fundido en el tiempo (t),
  - deducción de la posición de la interfase líquido-sólido (4) en el tiempo (t) mediante el cálculo de la variación de la posición de la interfase líquido-sólido entre el instante (t) y un instante inicial, multiplicando la variación de la posición de la interfase vapor-líquido entre el instante (t) y el instante inicial por el coeficiente  $\rho_{\text{liq}} / (\rho_{\text{liq}} + \rho_{\text{sol}})$ , donde  $\rho_{\text{liq}}$  y  $\rho_{\text{sol}}$  representan, respectivamente, la densidad del material líquido y la densidad del material sólido;
- en donde el procedimiento está caracterizado porque la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido (3) comprende las etapas siguientes:



- envío de una onda ultrasónica sobre la interfase vapor-líquido (3) según un ángulo agudo con respecto a la normal a la interfase vapor-líquido,

- detección de la onda ultrasónica reflejada por la interfase vapor-líquido (3),

5 realizándose el envío y la detección de la onda ultrasónica con ayuda del dispositivo de control de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

10 9. Procedimiento de control de acuerdo con la reivindicación 8, que comprende además, después de la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido (3), las etapas siguientes:

- detección de la posición z de la interfase vapor-líquido (3) del baño de material fundido en el tiempo (t+a), donde a es el tiempo entre la detección en el tiempo (t) y la detección en el tiempo (t+a);

15 - determinación de la velocidad de la interfase vapor-líquido (3) según la fórmula siguiente:

$$V_{\text{vapor-líquido}} = \frac{z(t+a) - z(t)}{a}$$

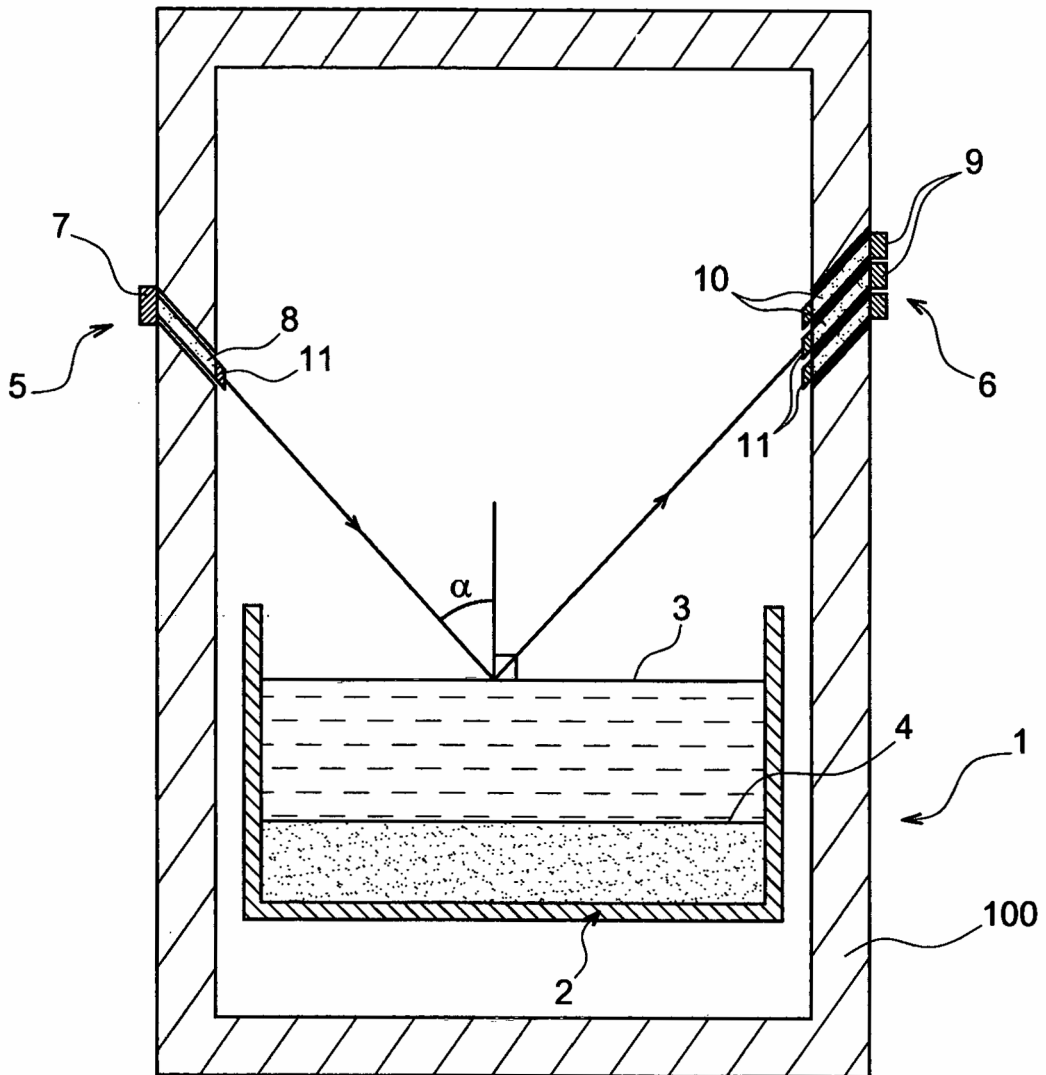
20 10. Procedimiento de control de acuerdo con la reivindicación 8, que comprende además, después de la etapa de detección de la posición de la interfase vapor-líquido (3), las etapas siguientes:

- detección de la posición z de la interfase vapor-líquido del baño de material fundido en el tiempo (t+a), donde a es el tiempo entre la detección en el tiempo (t) y la detección en el tiempo (t+a);

25 - deducción de la posición z' de la interfase líquido-sólido (4) en el tiempo (t+a) mediante el cálculo de la variación de la posición de la interfase líquido-sólido entre el instante (t+a) y el instante (t), multiplicando la variación de la posición de la interfase vapor-líquido entre el instante (t+a) y el instante (t) por el coeficiente  $\rho_{\text{liq}} / (\rho_{\text{liq}} + \rho_{\text{sol}})$ , donde  $\rho_{\text{liq}}$  y  $\rho_{\text{sol}}$  representan, respectivamente, la densidad del material líquido y la densidad del material sólido;

30 - determinación de la velocidad de la interfase líquido-sólido según la fórmula siguiente:

$$V_{\text{líquido-sólido}} = \frac{z'(t+a) - z'(t)}{a}$$



**FIGURA**