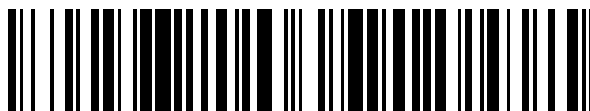


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 562 731**

51 Int. Cl.:

C30B 11/00 (2006.01)

C30B 11/14 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.09.2012** **E 12762326 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.12.2015** **EP 2753732**

54 Título: **Dispositivo de fabricación de material cristalino a partir de un crisol de resistencia térmica no uniforme**

30 Prioridad:

05.09.2011 FR 1102690

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

07.03.2016

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (100.0%)
Bâtiment le Ponant D, 25 rue Leblanc
75015 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**COUSTIER, FABRICE;
CAMEL, DENIS;
JOUINI, ANIS y
PIHAN, ETIENNE**

74 Agente/Representante:

POLO FLORES, Carlos

ES 2 562 731 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 fabricación de material cristalino a partir de un crisol de resistencia térmica no uniforme

5 Campo técnico de la invención

La invención se refiere a un dispositivo que forma un crisol para la fabricación de material cristalino por cristalización dirigida provisto de un fondo y de al menos una pared lateral.

10 Técnica anterior

El silicio usado en la industria fotovoltaica es mayoritariamente silicio cristalizado de estructura multicristalina, es decir, granos monocristalinos sin orientación fija unos con respecto a otros y rodeados por uniones de granos. El crecimiento de este tipo de material tiene lugar en el interior de un crisol en un horno de cristalización de tipo
15 Bridgman. Tal como se ilustra en la figura 1, el crisol 10 presenta un fondo 2 parcialmente recubierto por una semilla 3.

Con el fin de mejorar la orientación de los granos en el material obtenido, se deposita una semilla, es decir, un núcleo de crecimiento, en el fondo del crisol. A continuación se deposita una carga de silicio en el crisol y después
20 se funde con cuidado de no fundir la semilla integralmente. A continuación, se lleva a cabo la solidificación del baño líquido a partir de la semilla que inicia la cristalización de manera definida a partir de su orientación cristalina de superficie.

Esta técnica, denominada de recuperación en semilla, permite controlar mejor las condiciones de crecimiento del
25 silicio, aunque existe una restricción suplementaria relacionada con la presencia de la semilla en el crisol. El gradiente térmico en el interior del crisol debe controlarse perfectamente de manera que se evite la disolución total de la semilla.

La solidificación del material cristalino a partir de la semilla no puede así tener lugar si el baño fundido está en
30 contacto con la semilla que queda al menos en parte en estado sólido. Esta disposición especial impone restricciones importantes en el gradiente térmico en el interior del crisol y principalmente en la semilla.

En el documento WO-2010/005.705, se dispone un intercambiador térmico únicamente bajo la semilla en el interior del contra-crisol referido como 70. Esta arquitectura especial lleva a cabo el enfriamiento del baño líquido a través de
35 la semilla de manera que se reduzcan los riesgos de fusión de la semilla. Sin embargo, esta arquitectura conlleva igualmente la creación de isoterma que no son paralelas al fondo del crisol lo cual perjudica el rendimiento eléctrico del material cristalino obtenido.

El documento US-2011/0180.229 describe un crisol que tiene un fondo compuesto que define zonas con
40 propiedades térmicas diferentes para la transferencia de calor. Se presenta una enseñanza semejante en los documentos CN-101.979.718 y CN-101.935.869 que describen un crisol con un fondo provisto de varios endentados.

En el documento FR-2.853.913 se desvela un crisol que tiene paredes laterales y un fondo que presenta
45 propiedades de transferencia térmica muy diferentes.

Objeto de la invención

El objeto de la invención tiene como finalidad suministrar un dispositivo que forma un crisol que resuelve al menos
50 en parte los inconvenientes citados anteriormente.

Se pretende alcanzar este objetivo por medio de un dispositivo según las reivindicaciones adjuntas.

La invención tiene igualmente por objeto suministrar un procedimiento de fabricación del crisol.
55

Se pretende alcanzar este objetivo por medio de un procedimiento según las reivindicaciones adjuntas:

La invención tiene igualmente por objeto de suministrar un procedimiento de fabricación de material cristalino que permita manejar más fácilmente el crecimiento a partir de una semilla presente en el fondo de un crisol.

Se pretende alcanzar este objetivo por medio de un procedimiento según las reivindicaciones adjuntas.

Descripción sumaria de los dibujos

- 5 Otras ventajas y características se obtendrán más claramente a partir de la descripción que se ofrece a continuación de formas particulares de realización de la invención ofrecidas a modo de ejemplos no limitativos y representadas en los dibujos adjuntos, en los que:
- 10 - la figura 1, ya descrita, representa una vista esquemática, en sección transversal, de un crisol que incluye una semilla, según un ejemplo de la técnica anterior;
- las figuras 2 a 5 representan de manera esquemática, en sección transversal, diferentes variantes de realización de un crisol según una primera forma de realización de la invención que incluye una semilla;
- 15 - las figuras 6 y 7 representan, de manera esquemática, en vista desde arriba y en perspectiva, un crisol provisto de cavidades circulares formadas en la cara interna del fondo del crisol;
- las figuras 8 a 11 representan, de manera esquemática, en vista desde arriba y en perspectiva, un crisol provisto de cavidades longitudinales formadas en la cara interna del fondo del crisol, siendo la sección de las cavidades rectangular o triangular;
- 20 - la figura 12 representan, de manera esquemática, en perspectiva, un contra-crisol provisto de salientes longitudinales destinados a colaborar con las cavidades longitudinales formadas en la cara externa del fondo del crisol de la figura 11;
- 25 - la figura 13 representa de manera esquemática, en sección transversal, un crisol según una segunda forma de realización de la invención;
- 30 - la figura 14 representa de manera esquemática, en sección transversal, un dispositivo de solidificación según la invención provisto de un crisol y de una semilla,
- las figuras 15 y 16 representan dos etapas del procedimiento de formación de la capa antiadherente en el fondo del crisol.

Descripción de una forma preferente de la invención

El dispositivo que forma un crisol 10, en lo sucesivo denominado crisol, según la invención incluye un fondo 2 y al menos una pared lateral 4. La forma del crisol 10 es cualquiera. A modo de ejemplo, la sección, es decir, la forma dibujada por el fondo del crisol puede ser cuadrada, rectangular o cilíndrica.

En el caso de un crisol de sección cuadrada o rectangular, el crisol incluye varias paredes laterales 4 unidas dos a dos de manera que delimitan, con el fondo 2, el espacio interior del crisol destinado a recibir el material durante su solidificación por cristalización dirigida. En el caso de un crisol de sección cilíndrica, por ejemplo cilíndrica de revolución, el crisol 10 incluye una única pared lateral 4 que se extiende según la periferia del fondo de manera que delimita, con el fondo 2, el espacio interior del crisol. Las paredes laterales 4 son perpendiculares al fondo 2 del crisol 10 o sustancialmente perpendiculares al fondo 2.

El fondo 2 y la o las paredes laterales 4 del crisol 10 forman parte de una pieza estanca 1 del crisol 10.

La pieza estanca 1 está hecha de un material resistente a las altas temperaturas experimentadas durante las fases de fusión y de solidificación. Preferentemente, la pieza estanca 1 del crisol 10 está hecha de sílice. La pieza estanca 1 puede asimismo estar hecha de grafito o de material compuesto que incluye una mezcla de resina y de fibras de refuerzo, tales como fibras de carbono.

El crisol 10 es preferentemente monobloque con el fin de reforzar el mantenimiento mecánico, aunque también puede comprender además de la pieza estanca otros elementos conectados.

El crisol 10, por medio de su pieza estanca 1, asegura una función de estanqueidad con respecto al material fundido,

es decir, que el fondo 2 y las paredes laterales 4 no permiten la salida del material fundido fuera del crisol.

El fondo 2 del crisol 10 presenta una primera parte 2a con un primer valor de resistencia térmica y una segunda parte 2b con un segundo valor de resistencia térmica que es inferior al primer valor. Por resistencia térmica se entiende la capacidad del fondo del crisol de limitar la transferencia de calor entre las caras interna y externa. La segunda parte 2b está destinada a recibir una semilla en un segundo material cristalino para ayudar a la fabricación del material cristalino. El segundo material cristalino puede ser idéntico o diferente del material para solidificación.

Esta particularidad del crisol 10 permite extraer más fácilmente calor a través de la segunda parte 2b que a través de la primera parte 2a. La forma de la segunda parte es cualquiera, por ejemplo cuadrada, redonda o rectangular. El valor de la resistencia térmica se mide entre la cara interna del crisol y la cara externa del crisol en una dirección más o menos perpendicular a las caras interna y externa.

Además, según la invención, la pieza estanca 1 incluye al menos un endentado que participa en definir las partes primera y segunda 2a y 2b. El o los endentados están dispuestos en el fondo de la pieza estanca 1 y los endentados pueden estar situados en la cara interna o en la cara externa de la pieza estanca. La cara interna de la pieza estanca 1 es la destinada a recibir el material para solidificación.

El fondo 2 y la pared lateral 4 del dispositivo que forma un crisol están formados al menos en parte por la pieza estanca 1, preferentemente monobloque, más preferentemente todavía monolítica, es decir, hecha de un mismo material. En el caso de una integración monolítica, la pieza estanca 1 forma el crisol 10. En el caso de una integración monobloque, la pieza estanca 1 se asocia a uno o varios elementos adicionales para formar el crisol 10.

Según una primera forma de realización preferida, el endentado en el fondo 2 de la pieza estanca del crisol 1 define o contiene la segunda parte 2b del fondo del crisol.

Tal como muestra la figura 2, la pieza estanca 1 comprende un endentado situado en la cara interna del fondo 2. El endentado define la segunda parte 2b.

La primera parte 2a puede rodear completamente la segunda parte 2b que está situada, en este caso, sustancialmente en el centro del fondo 2 de la pieza estanca 1, con respecto a las paredes laterales 4. La primera parte 2a se extiende por todo el contorno de la segunda parte 2b.

El fondo 2 de la pieza estanca 1 puede incluir una primera parte 2a que forma un anillo, que presenta preferentemente un eje de simetría perpendicular al fondo del crisol, alrededor de la segunda parte 2b con el fin de conservar un máximo de simetría en los intercambios térmicos en el crisol.

En una variante de realización, el fondo 2 de la pieza estanca 1 incluye una pluralidad de primeras partes 2a y de segundas partes 2b. A modo de ejemplo, el fondo 2 incluye una pluralidad de segundas partes 2b que están todas rodeadas por una primera parte 2a (figuras 6 y 7).

En una forma de realización preferente, las partes primera y segunda 2a, 2b unen dos caras laterales del fondo 2 del crisol. Las dos caras pueden ser dos caras laterales consecutivas o dos caras laterales opuestas. En este caso, la primera parte 2a rodea al menos parcialmente a la segunda parte 2b, es decir, que la primera parte 2a se extiende en al menos una parte del contorno de la segunda parte 2b (figuras 8 a 11).

Las partes primera y segunda presentan ventajosamente ejes longitudinales paralelos. En una forma de realización todavía más privilegiada, existe una alternancia entre las partes primera y segunda en el fondo de la pieza estanca 1.

Cuando se usan varias segundas partes 2b, es posible mezclar las diferentes formas de realización ilustradas anteriormente en el fondo de la pieza estanca 1.

Tal como muestra la figura 2, el grosor de la primera parte 2a es superior al grosor de la segunda parte 2b de manera que se obtiene una diferencia de resistencia térmica en el fondo 2 de la pieza estanca 1.

En la forma de realización ilustrada en la figura 2, la pared externa del fondo 2 de la pieza estanca 1 es plana lo que permite repartir la carga impuesta por el baño fundido y evitar una deformación rápida de la pieza estanca 1 durante su uso. El endentado, o zona en rebaje, presente en la cara interna del fondo 2 de la pieza estanca define la

segunda parte 2b. El endentado es una zona de grosor reducido en la pieza estanca, tal como un rebaje o un orificio sin salida. El endentado incluye un fondo y al menos una pared lateral.

Este endentado es una zona preferente para colocar la semilla 3 ya que permite una mejor evacuación del calor que proviene del baño de material fundido. Preferentemente, la semilla 3 tiene dimensiones laterales inferiores a la del endentado de manera que se evitan los encabalgamientos que engendra un conjunto de restricciones que pueden romper la semilla.

En una variante de la primera forma de realización ilustrada en la figura 3, la pared interna del fondo 2 de la pieza estanca 1 es plana lo que permite facilitar la colocación de la pieza estanca 1. El endentado, o zona en rebaje, presente en la cara externa del fondo de la pieza estanca 1 define la segunda parte 2b. La semilla 3 se coloca al menos parcialmente encima de la segunda parte 2b con el fin de aprovecharse de la mejor evacuación del calor que proviene del baño de material fundido. La semilla 3 está en saliente en el fondo de la pieza estanca 1 y puede extenderse, preferentemente, más allá de la segunda parte 2b. El adelgazamiento del fondo de la pieza estanca 1 se realiza a partir de la cara externa lo que es fácil de llevar a cabo y evita el deterioro de la cara interna que debe recibir el material para cristalización.

En otra variante de la primera forma de realización ilustrada en la figura 4, la segunda parte 2b se traduce en la presencia de endentados, o zonas en rebaje, en las caras interna y externa del fondo 2 de la pieza estanca 1. Estas dos zonas en rebaje están enfrentadas. Preferentemente, los dos endentados tienen el mismo diseño. Sin embargo, no se excluye tener un diseño mayor que el otro o un desfase que evite el encabalgamiento completo de manera que se forman diferentes zonas con valores de resistencia intermedios.

Es interesante colocar una o varias semillas 3 en el interior del endentado de la cara interna del fondo 2 con el fin de aprovecharse de una resistencia térmica disminuida y de controlar mejor la orientación cristalina en el material solidificado.

En las diferentes formas de realización ilustradas anteriormente, la pieza estanca 1 forma el crisol 10. Preferentemente, la pieza estanca 1 es monolítica, es decir, está hecha de un único material para reducir las restricciones de dilatación térmica.

En otra variante más de la primera forma de realización ilustrada en la figura 5, el dispositivo que forma un crisol 10 puede incluir la pieza estanca 1 asociada a una pieza 8A suplementaria. Así, el fondo del crisol 10 comprende el fondo de la pieza estanca 1 así como la pieza 8A. La cara externa del fondo de la pieza estanca 1 incluye un endentado y la pieza 8A suplementaria está configurada para alojarse en este endentado. Las dimensiones de la pieza 8A son inferiores a las del endentado de manera se entre en el endentado. El crisol 10 incluye una primera parte 2a que tiene un primer valor de resistencia térmica y una segunda parte 2b que tiene un segundo valor de resistencia térmica inferior al primer valor. El endentado participa en definir las dos partes en el fondo del crisol 10, en este caso la segunda parte 2b corresponde a la zona en rebaje.

La pieza 8A suplementaria está configurada de manera que la suma de su resistencia térmica con la de la pieza estanca 1 en la segunda parte 2b, es siempre inferior al valor de resistencia térmica de la pieza estanca 1 en la primera parte 2a. La segunda resistencia térmica proviene de la puesta en serie de la pieza estanca 1 con la pieza 8A en la segunda parte 2b. La primera resistencia térmica está formada por la pieza estanca 1 en la primera parte 2a. La pieza 8A adicional está hecha de un material que presenta una baja resistividad térmica, inferior a la del fondo de la pieza estanca 1, por ejemplo de grafito o de molibdeno en el caso de una pieza estanca de sílice.

En el caso en que la pieza 8A presenta una superficie inferior a la del endentado, es posible definir dos partes que tienen dos valores de resistencia térmica diferentes en el interior de la superficie delimitada por el endentado. La segunda parte está definida por la zona de contacto con la pieza 8A y la primera parte ocupa la superficie complementaria.

En una forma de realización en particular que puede combinarse con las formas de realización precedentes, es interesante acoplar el crisol 10 a un elemento de refuerzo 5 que asegura el papel de contra-crisol con el fin de reducir la deformación del crisol 1 a alta temperatura. De una manera general, cuando el fondo del crisol 10 y el fondo del contra-crisol 5 están hechos de materiales diferentes, el material que forma el fondo del contra-crisol 5 presenta una resistividad térmica inferior a la del material que forma el fondo 2 del crisol 10, de manera que se asegura una buena transferencia térmica del crisol hacia el entorno. En una forma de realización preferente, el contra-crisol 5 es de grafito o de material compuesto a base de carbono (CFC, del inglés carbon fiber composite).

En una forma de realización en particular, el fondo del contra-crisol 5 y el fondo del crisol 10 presentan formas complementarias lo que permite repartir las restricciones aplicadas por el peso del baño fundido en el crisol 1 y en el contra-crisol. Esto permite igualmente limitar el volumen de gas contenido entre el crisol 1 y el contra-crisol 5.

5

La pieza estanca 1 recibe el material para solidificación y los materiales usados se eligen de manera que limitan la contaminación. El contra-crisol 5 puede estar hecho de materiales diferentes y/o con una calidad de superficie menos importante ya que el material fundido no está en contacto directo con el contra-crisol 5.

10 En la forma de realización ilustrada en la figura 2, la resistencia térmica del fondo del contra-crisol 5 es constante, ya que el grosor del material que forma el fondo del contra-crisol 5 es constante. Existen entonces dos valores diferentes de resistencias térmicas en el fondo del conjunto formado por la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5. La diferencia de resistencia térmica total está relacionada con la diferencia de resistencia térmica que existe en la pieza estanca 1, y así en el crisol 10, tal como se ha descrito anteriormente.

15

En las formas de realización ilustradas en las figuras 3 y 4, la resistencia térmica del fondo del contra-crisol 5 no es constante. Existen dos valores diferentes de resistencia térmica, ya que el grosor del material que forma el fondo del contra-crisol 5 es variable. El fondo del contra-crisol 5 presenta una cara externa plana y la variación de grosor permite rellenar el endentado presente en la cara externa de la pieza estanca 1. El exceso de grosor del contra-crisol 5 permite tener formas complementarias para la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5. El exceso de grosor define una segunda zona 2b' adyacente a la primera zona 2a'.

La resistencia térmica de la segunda parte 2b' del contra-crisol 5 es superior a la resistencia térmica de la primera parte 2a' del mismo.

25

Existen así dos valores diferentes de resistencias térmicas en el fondo del conjunto formado por la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5. La diferencia de resistencia térmica total en el fondo de dicho conjunto está relacionada con la diferencia de resistencia térmica que existe en la pieza estanca 1 y con la existente en el contra-crisol 5. Las dos primeras zonas 2a y 2a' se montan en serie térmica entre la cara interna de la pieza estanca 1 y la cara externa del contra-crisol 5. Así sucede también en las dos segundas zonas 2b y 2b'.

30

En estas formas de realización, los materiales que forman el fondo de la pieza estanca 1 y el fondo del contra-crisol 5 y en su caso la profundidad del endentado se eligen de manera que la resistencia térmica acumulada de las segundas zonas 2b y 2b' sea inferior a la resistencia térmica acumulada de las primeras zonas 2a y 2a'. Más en concreto, el material del fondo del contra-crisol presenta una resistividad inferior a la del material del fondo de la pieza estanca 1. El crisol incluye un fondo con una primera zona 2a que tiene un primer valor de resistencia térmica y una segunda zona 2b que tiene un segundo valor de resistencia térmica inferior al primer valor. Estas dos zonas se definen por medio del endentado formado en la pieza estanca. La semilla 3 se coloca frente a la segunda zona con el fin de aprovechar una mejor evacuación del calor a través del crisol y el contra-crisol.

40

En otra variante más de la primera forma de realización ilustrada en la figura 5, cuando la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5 no tienen formas complementarias, es preferible añadir la pieza adicional 8A al conjunto. La pieza 8A está configurada de manera que llena la zona vacía situada entre el contra-crisol 5 y la pieza estanca 1 y favorece la extracción de calor a través de la segunda parte del crisol 10. Así, el material de la pieza 8A presenta una resistividad térmica inferior a la del fondo de la pieza estanca, y ventajosamente inferior o igual a la del fondo del contra-crisol 5.

45

Esta pieza 8A suplementaria está dispuesta entre la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5 con el fin de rellenar el endentado que existe en la cara externa del fondo 2 de la pieza estanca 1 y en su caso la cara interna del fondo del contra-crisol 5.

50

Como en las formas de realización precedentes, existen así dos valores diferentes de resistencias térmicas en el fondo del conjunto formado por el contra-crisol 5 y el crisol 10. La diferencia de resistencia térmica total en el fondo de dicho conjunto está relacionada esencialmente con la diferencia de resistencia térmica existente en el crisol 10 formado por la pieza estanca 1 provista de la pieza adicional 8A.

55

La cara interna del contra-crisol 5 puede incluir un endentado para facilitar la colocación de la pieza 8A suplementaria. La pieza 8A suplementaria puede también estar configurada de manera que la suma de su resistencia térmica con la resistencia térmica de las segundas partes de la pieza estanca 1 y del contra crisol 5 es

inferior a la suma de las resistencias térmicas de las primeras partes de la pieza estanca 1 y del contra-crisol 5 cuando la pieza 8A se hunde en la pieza estanca 1 y en el contra-crisol 5 (no representada).

Este forma de realización permite usar, por ejemplo, una pieza estanca 1 provista de endentado en su cara externa y un contra-crisol 5 que tiene una cara interna plana para el fondo.

Si la pieza 8A suplementaria se hunde en la pieza estanca 1 y el contra-crisol 5, se tendrá cuidado de elegir el material de la pieza 8A de manera que tenga una resistencia térmica para el apilamiento pieza estanca/pieza 8A/contra-crisol en la segunda parte 2b más baja que la del par pieza estanca/contra-crisol en la primera parte 2a.

La figura 6 representa, en vista desde arriba, una pieza estanca 1 provista de una pluralidad de segundas partes 2b formadas por endentados circulares en la cara interna. La figura 7 representa, en perspectiva, el fondo de una pieza estanca 1 provista de una pluralidad de cavidades circulares. Las cavidades circulares están destinadas a recibir una semilla. Las paredes laterales 4 se representan de manera esquemática sin grosor para facilitar la comprensión.

La figura 8 representa, en vista desde arriba, un crisol 10 provisto de una pluralidad de segundas partes 2b rectangulares. Las primeras y segundas partes 2a y 2b se extienden de una pared lateral a la pared lateral opuesta y definen en este ejemplo una alternancia entre las partes primera y segunda. En el ejemplo ilustrado, las primeras partes 2a son igualmente rectangulares en vista desde arriba.

Las figuras 9 y 10 representan en perspectiva el fondo de un crisol provisto de una pluralidad de cavidades rectangulares configuradas para recibir una semilla que tiene la forma de una barra. Las paredes laterales se representan de manera esquemática sin grosor. En el caso de la figura 9, las cavidades tienen una sección rectangular o cuadrada con el fin de recibir semillas que tienen una sección de forma complementaria. En el caso de la figura 10, las cavidades tienen una sección triangular con el fin de recibir preferentemente semillas que tienen igualmente una sección triangular.

La figura 11 representa un crisol provisto de las mismas cavidades internas que el crisol de la figura 10. El crisol incluye además cavidades formadas en la cara externa del fondo 2 del crisol 1. Las cavidades de la cara externa están dispuestas frente a las cavidades de la cara interna, es decir, inmediatamente debajo, de manera que facilitan la extracción del calor en las segundas partes 2b.

Tal como se indica anteriormente, el contra-crisol 5 puede presentar igualmente zonas en salientes destinadas a encastrarse con las zonas en rebaje presentes en la cara externa del fondo 2 del crisol 1. La figura 12 ilustra, en perspectiva, un contra-crisol 5 que puede encastrarse con el crisol representado en la figura 11.

En una segunda forma de realización ilustrada en la figura 13, el dispositivo que forma un crisol 10 incluye la pieza estanca 1 asociada a una pieza 8B suplementaria. La cara externa del fondo de la pieza estanca 1 incluye un endentado y la pieza 8B suplementaria está configurada para alojarse en este endentado. Las dimensiones de la pieza 8B son inferiores a las del endentado de manera que penetre en el endentado. El fondo del crisol 10 incluye una primera parte 2a que tiene un primer valor de resistencia térmica y una segunda parte 2b que tiene un segundo valor de resistencia térmica inferior al primer valor. El endentado participa en la definición de las dos partes 2a y 2b en el fondo de la pieza estanca 1.

La pieza 8B suplementaria está configurada de manera que la suma de su resistencia térmica con la resistencia térmica de la pieza estanca 1 en la segunda parte 2b es superior al valor de resistencia térmica de la pieza estanca 1 en la primera parte 2a. De esta manera, el fondo del crisol 10 presenta una primera parte 2a con un primer valor de resistencia térmica y una segunda parte 2b con un segundo valor de resistencia térmica inferior al primer valor. La primera resistencia térmica del crisol 10 proviene de la puesta en serie, en la segunda parte 2b de la pieza estanca 1 con la pieza 8B. La segunda resistencia térmica del crisol 10 está formada, en la primera parte 2a, por la única pieza estanca 1.

En la segunda forma de realización, la pieza 8B está hecha de un material que es más aislante térmicamente que el fondo de la pieza estanca 1, es decir, que el material de la pieza 8B presenta una resistividad térmica más elevada que la del material del fondo de la pieza estanca 1. En la segunda forma de realización, el endentado de la pieza estanca 1 ya no sirve para definir la segunda parte 2b del crisol 10 sino la primera parte 2a del crisol 10.

Esta segunda forma de realización permite formar una zona de alta resistencia térmica en la parte 2a que incluye el endentado. La semilla se coloca en cara de la zona de resistencia térmica más baja, en este caso fuera de la parte

2a enfrente del endentado, en la segunda parte 2b.

A modo ilustrativo, en el caso en que el crisol está hecho de grafito, en SiC, o de material compuesto de fibra de carbono/SiC, las piezas 8B suplementarias que aportan un aislamiento térmico en los endentados son entonces preferentemente de fibras de grafito de baja densidad, por ejemplo entre 0,25 g/cm³, preferentemente entre 0,14 y 0,20 g/cm³ para tener una diferencia de resistencia térmica notable en la gama de grosor de los endentados para rellenar. Sin embargo, son posibles otros materiales, por ejemplo, nitruro de boro, alúmina, nitruro de silicio, circonita con itrio, circonita, cuarzo y sílice.

10 En una forma de realización no representada, el contra-crisol 5 puede presentar igualmente endentados que no son complementarios con la cara externa del crisol. Estos endentados pueden rellenarse a continuación mediante un material que es más aislante térmicamente que el material que forma el fondo del crisol y/o el fondo del contra-crisol con el fin de formar una zona más resistente térmicamente.

15 Las diferentes formas de realización indicadas anteriormente pueden combinarse entre sí en un mismo crisol, así como las diferentes variantes descritas.

En una forma de realización en particular ilustrada en la figura 2 que puede combinarse con las formas de realización precedentes, el fondo 2 de la pieza estanca 1 está recubierto parcial o completamente por una capa antiadherente 9. En un primer caso de la figura, la segunda parte 2b del fondo de la pieza estanca 1 está desprovista de capa antiadherente 9 y la primera parte 2a está recubierta por la capa antiadherente 9. La localización en particular de la capa antiadherente 9 permite conservar una mejor extracción del calor en la segunda parte 2b con respecto a la primera parte 2a. En un segundo caso de la figura, ilustrado en la figura 3, se depositan dos capas antiadherentes diferentes 9a y 9b en el fondo de la pieza estanca 1. La primera capa antiadherente 9a se deposita en la primera parte 2a mientras que la segunda capa antiadherente 9b se deposita en la segunda parte 2b. Las características térmicas de la primera y de la segunda capas antiadherentes se eligen de manera que aumenta la diferencia de resistencia térmica entre las dos partes 2a y 2b. Por ello, la segunda capa antiadherente 9b tiene una resistencia térmica inferior a la de la primera capa antiadherente 9a. La diferencia de conductividad térmica entre la primera capa antiadherente 9a y la segunda capa antiadherente 9b o entre las zonas que comprenden la capa antiadherente 9 y las zonas desprovistas de capa antiadherente 9 está comprendida ventajosamente entre 0,5 y 5 W/mK para un grosor de 500 µm. Esta diferencia de conductividad térmica tiene un efecto especialmente importante para un crisol de grafito que es muy conductor térmicamente.

En otros términos, la primera parte 2a está recubierta por una primera capa antiadherente 9 que tiene una primera resistencia térmica adicional y la segunda parte 2b está recubierta en su caso por una segunda capa antiadherente 9b que tiene una segunda resistencia térmica adicional inferior a la primera resistencia térmica.

La primera capa antiadherente 9a puede ser más gruesa que la segunda capa antiadherente 9b. En una forma de realización en particular, la primera capa antiadherente 9a está hecha del mismo material que la segunda capa antiadherente 9b.

Tal como se ilustra en la figura 15, de manera que se forma una segunda parte 2b desprovista de capa adherente 9, es posible usar una máscara 11 que se aplica en la segunda parte 2b. En una forma de realización en particular, la máscara 11 se forma antes que el depósito del recubrimiento destinado a formar la capa antiadherente 9. La máscara se retira después que el depósito del material con el fin de formar la capa antiadherente 9, por ejemplo después de la etapa de pulverización o atomización. La máscara 11 se retira antes de la etapa de recocido de formación de la capa antiadherente 9. En un ejemplo en particular, la máscara 11 es una hoja de papel.

La primera fase de depósito puede seguirse de una segunda fase de depósito de un material destinado a formar una capa antiadherente. La primera fase de depósito define un primer motivo y la segunda fase de depósito puede ser un depósito en la totalidad del fondo, es decir, en las partes primera y segunda con el fin de formar la primera capa antiadherente 9a y la segunda capa antiadherente 9b que tiene un grosor menor. Si se deposita el mismo material en las dos fases, el mismo material antiadhesivo está presente encima de las partes primera y segunda 2a y 2b con grosores diferentes. Si los dos materiales son diferentes, el grosor y la composición entre la primera capa antiadherente 9a y la segunda capa antiadherente 9b son diferentes.

En otros términos, la formación selectiva de la capa antiadherente o de la primera capa antiadherente 9a puede realizarse de la manera siguiente:

- formación de una máscara 11 en el fondo 2 del crisol 10 de manera que se definen zonas recubiertas por la máscara 11 y zonas descubiertas,

- depósito de un recubrimiento 12 destinado a formar una capa antiadherente 9,

5

- eliminación de la máscara 11,

- recocido del recubrimiento 12 para formar la primera capa antiadherente 9a o la capa antiadherente 9.

10 Este procedimiento de fabricación es especialmente fácil de aplicar para definir motivos variados en los fondos de crisol planos o con texturas.

Eliminar la capa antiadherente 9 bajo la futura posición de la semilla 3 permite reducir la contaminación de la semilla 3 en el caso en que el crisol 10 sea más puro que la capa antiadherente 9.

15

La capa antiadherente 9 es ventajosamente una capa porosa que no está infiltrada por silicio, o lo está en escasa medida (especialmente en estado fundido) de manera que el silicio solidificado presenta una adhesión baja con la capa antiadherente 9.

20 A modo de ejemplo, se analiza la cualidad de antiadherencia de una capa antiadherente 9 mediante el depósito de una gota de silicio en la capa antiadherente 9 y con el estudio de la variación de su volumen con el tiempo. Cuanto mayor es la variación de volumen de la gota de silicio más se introduce el silicio en la capa antiadherente 9. Se deduce que cuanto mayor es la variación de volumen peores son las cualidades de antiadherencias de la capa 9 estudiada. De forma clásica, la capa antiadherente 9 estudiada se deposita en una capa del material que forma el
25 crisol 10 con el fin de acercarse al máximo a las condiciones reales de uso.

En una forma de realización en particular, la capa antiadherente 9 es de nitruro de silicio que se oxida ventajosamente en la superficie de contacto con la futura carga de silicio.

30 A modo de ejemplo, una capa antiadherente 9 que tiene un grosor comprendido entre 50 μm y 1.000 μm ha dado buenos resultados experimentales.

De manera especialmente ventajosa, la capa antiadherente 9 se deposita por atomización. Preferentemente, el depósito por atomización se sigue de una etapa de recocido configurada para eliminar el disolvente que acompaña al material que forma la capa antiadherente, por ejemplo agua. Este recocido puede realizarse mediante una platina a una primera temperatura superior a la temperatura de vaporización del disolvente.

35

El depósito por atomización se sigue de un segundo recocido configurado para hacer reaccionar el material de la capa antiadherente 9 de manera que se forma la capa porosa. Este segundo recocido se realiza ventajosamente a
40 una temperatura superior a 875°C. De manera ventajosa, el recocido se realiza en un gas oxidante lo que permite oxidar el material que forma la capa antiadherente 9, por ejemplo oxidar un polvo de nitruro de silicio.

40

El conjunto crisol/contra-crisol presenta una resistencia térmica variable según se encuentre frente a la primera parte 2a del fondo del crisol 10 o a la segunda parte 2b del fondo del crisol 10. Incluso si el contra-crisol 5 incluye un engrosamiento frente a la segunda parte 2b del fondo del crisol, la resistencia térmica global del crisol y del contra-crisol en la primera parte 2a es superior a la del crisol y el contra-crisol en la segunda parte 2b.

45

Es especialmente interesante colocar la diferencia de resistencia térmica en el fondo 2 del crisol 10 en comparación con el fondo del contra-crisol 5 ya que la diferencia de resistencia térmica entre las diferentes partes del fondo del
50 crisol puede ser más acusada y así más eficaz.

50

Al igual que el crisol 10, el contra-crisol 5 puede presentar partes primera y segunda con resistencias térmicas diferentes. Preferentemente, las partes primera y segunda del crisol 10 y del contra-crisol 5 se preparan respectivamente enfrentadas.

55

En una forma de realización preferente que puede combinarse con las formas precedentes, la pared externa del fondo del contra-crisol 5 es plana lo que mejora la sustentación del contra-crisol 5 en su soporte y la transmisión de calor por conducción.

El crisol 10 está destinado ventajosamente a su uso en un dispositivo de solidificación dirigido a obtener lingotes de material cristalizado. El dispositivo incluye medios de generación de un gradiente térmico en el interior del crisol 10. Los medios de generación del gradiente térmico incluyen una fuente de calor 6 que puede estar dispuesta, por ejemplo, encima del crisol 10 o en los laterales del crisol 10. Los medios de generación del gradiente térmico incluyen igualmente un extractor de calor 7 que está dispuesto bajo el crisol 10. Dicho dispositivo se ilustra en la figura 14 a modo de ejemplo.

Modulando la cantidad de calor emitida por la fuente de calor 6 y absorbida por el extractor de calor 7, es posible modular la temperatura en el crisol 10 y la forma del gradiente térmico en el interior del crisol 10.

En una forma de realización preferente, el extractor de calor 7 está dispuesto frente a las partes primera 2a y segunda 2b del fondo del crisol 10. El extractor de calor 7 absorbe entonces calor a través de la primera parte 2a del crisol, pero también a través de la segunda parte 2b del crisol. Esto permite mantener isotermas más planas y más paralelas al fondo del crisol 10. Los granos obtenidos son más perpendiculares al fondo del crisol que en la técnica anterior. Preferentemente, el extractor de calor 7 está enfrente de la integralidad de la superficie del fondo del crisol 10 con el fin de tener isotermas muy planas y paralelas al fondo del crisol en todo el crisol.

Al ser la resistencia térmica de la segunda parte 2b más baja que la resistencia térmica de la primera parte 2a, existe un mejor enfriamiento del fondo 2 del crisol 10 en la segunda parte 2b. El material para solidificación en contacto con la primera parte 2a puede encontrarse en estado líquido mientras que el mismo material permanece en estado sólido cuando está en contacto con la segunda parte 2b. Es posible de manera sencilla y económica modular la temperatura del fondo del crisol, por ejemplo con un único extractor de calor que recubre todo el fondo del crisol lo que facilita la gestión del gradiente térmico durante la fusión y/o la solidificación.

Esta arquitectura permite igualmente una mayor flexibilidad en la extensión de los procedimientos que pueden usarse. Así, es posible usar en el mismo dispositivo de solidificación crisoles y contra-crisoles convencionales y crisoles 10 y contra-crisoles 5 con resistencias térmicas variables con el fin de facilitar el crecimiento a partir de semillas 3. Igualmente es posible asociar un crisol 10 modificado con un contra-crisol 5 convencional según las formas de realización planteadas anteriormente. Preferentemente, la semilla 3 recubre parcialmente el fondo de la pieza estanca y más preferentemente todavía las zonas de resistencias térmicas más bajas. Esta particularidad permite conservar más fácilmente la semilla en estado sólido durante todo el procedimiento de fusión/solidificación.

El material para solidificación depositado en el crisol 10 es, por ejemplo, silicio, germanio, arseniuro de galio... La semilla 3 usada en el fondo 2 del crisol 10 puede ser una semilla monocristalina o multicristalina.

En un primer ejemplo de realización, el crisol tiene base cuadrada por ejemplo de tipo 840 x 840 mm². El fondo 2 del crisol es mecanizado de manera que se forma al menos una zona en rebaje circular que tiene un diámetro igual a 125 mm. La profundidad de rebaje es igual a 8 mm. El grosor de las paredes del crisol es de 20 mm.

Las paredes interiores del crisol están recubiertas por una capa antiadherente de nitruro de silicio con el fin de evitar todo contacto directo entre el silicio para cristalizar y el crisol 10 de sílice. Las segundas partes 2b están desprovistas de capa antiadherente.

En cada segunda parte 2b se dispone una semilla 3 monocristalina de silicio con una orientación <100>.

En el crisol 10 se deposita una carga de silicio de calidad solar sustancialmente igual a 400 kg. La carga se funde y entra en contacto con la semilla 3 monocristalina. La solidificación se inicia a partir de la semilla 3 monocristalina con el fin de imponer la orientación cristalina buscada. Se dispone uno o varios termopares bajo el crisol 10 con el fin de determinar la posición de la temperatura de fusión del silicio en el crisol con respecto al fondo del crisol 10.

Clásicamente, el gradiente térmico en el interior del crisol 10 es vertical, con la temperatura disminuyendo desde la parte alta del crisol 10 hacia el fondo 2. Así, la solidificación del material en el interior del crisol 10 conlleva la formación de uniones de granos perpendiculares al fondo del crisol 10. Esta configuración es ventajosa para su uso en dispositivos fotovoltaicos.

La regulación térmica en el crisol 10 se realiza mediante cualquier medio conocido de forma que se mantenga, estable y vertical, el gradiente térmico en el crisol 10.

Preferentemente, la semilla o las semillas tienen un grosor comprendido entre 5 y 25 mm de manera que se tenga

un cierto margen de maniobra en la fusión parcial de la semilla al inicio de la fase de solidificación. De manera todavía más preferente, la semilla tiene un grosor comprendido entre 8 y 12 mm con el fin de poder integrarlo en un endentado del crisol sin que tenga demasiado impacto en las isotermas en el crisol 10.

- 5 El grosor del crisol 10 está comprendido preferentemente entre 12 y 40 mm. En una forma de realización en particular, el grosor del crisol está comprendido entre 20 y 30 mm. Cuanto más fino es el crisol mejor es la extracción de calor, pero es más frágil. Sin embargo, en esta gama de temperatura, es posible formar un crisol con una buena diferencia de resistencia térmica entre las diferentes partes sin reducir acusadamente la solidez del crisol. En una forma de realización todavía más en particular, el grosor del crisol está comprendido entre 20 y 22 mm. Esta gama
- 10 ha producido el mejor compromiso entre extracción térmica, solidez del crisol y diferencia de resistencia térmica.

El grosor del contra-crisol 5 está comprendido, preferentemente, entre 5 y 200 mm de manera que tenga simultáneamente una buena resistencia mecánica y una resistencia térmica moderada. En una forma de realización preferente, el grosor del contra-crisol 5 está comprendido entre 10 y 60 mm cuando este último es de grafito.

- 15 Aumentar el grosor del contra-crisol permite aumentar su resistencia mecánica. En otra forma de realización, el grosor del contra-crisol 5 está comprendido entre 10 y 30 mm cuando este último es de material compuesto de carbono CFC.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo que forma un crisol para la fabricación de material cristalino por cristalización dirigida que incluye un fondo (2) y al menos una pared lateral (4) en el que el fondo (2) incluye:
5
 - una primera parte (2a) que presenta una primera resistencia térmica y una segunda parte (2b) que presenta una segunda resistencia térmica inferior a la primera resistencia térmica y destinada a recibir una semilla (3) en el segundo material cristalino para la fabricación de dicho material cristalino,
- 10 estando el fondo (2) y dicha al menos una pared lateral (4) formados al menos en parte por una pieza estanca (1) que incluye al menos un endentado que participa para definir dichas partes primera y segunda (2a, 2b),

dispositivo **caracterizado porque** la primera parte (2a) está recubierta por una primera capa antiadherente (9, 9a) que tiene una primera resistencia térmica adicional y **porque** la segunda parte (2b) está recubierta por una segunda
15 capa antiadherente (9b) que tiene una segunda resistencia térmica adicional inferior a la primera resistencia térmica o la segunda parte (2b) está desprovista de capa antiadherente.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la primera capa antiadherente (9a) es
20 más gruesa que la segunda capa antiadherente (9b).
3. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado porque** la primera capa antiadherente (9a) está hecha del mismo material que la segunda capa antiadherente (9b).
4. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** incluye una
25 pluralidad de partes primera y segunda (2a, 2b) con una alternancia entre las partes primera y segunda desde una primera cara lateral (4) hacia una segunda cara lateral (4) opuesta.
5. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la pared interna del fondo (2) de la pieza estanca (1) incluye un endentado representativo de la segunda parte (2b).
30
6. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la pared interna del fondo (2) de la pieza estanca (1) es plana.
7. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la pared
35 externa del fondo (2) de la pieza estanca (1) incluye un endentado representativo de la primera parte (2a), y porque incluye una pieza suplementaria (8B) dispuesta en dicho endentado representativo de la primera parte (2a), estando dicha pieza suplementaria (8B) configurada para que la suma de su resistencia térmica con la resistencia térmica de la pieza estanca (1) en la primera parte (2a) es superior al valor de resistencia térmica de la pieza estanca (1) en la
40 segunda parte (2b).
8. Dispositivo según la reivindicación 7, **caracterizado porque** dicha pieza suplementaria (8B) está hecha de un material que presenta una resistividad térmica superior a la del fondo de la pieza estanca (1).
9. Procedimiento de fabricación de un crisol según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para
45 cristalización dirigida que incluye un fondo (2) y al menos una pared lateral (4) **caracterizado porque** incluye:
 - la formación de una máscara (11) en el fondo (2) del crisol (10) de manera que se definen zonas recubiertas por la máscara (11) y zonas descubiertas,
- 50
 - el depósito de un recubrimiento (12) destinado a formar una capa antiadherente,
 - la eliminación de la máscara (11),
 - el recocido del recubrimiento (12) para formar la primera capa antiadherente (9).
- 55
10. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** la máscara (11) es una hoja de papel.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 y 10, **caracterizado porque** el recubrimiento (12) se deposita por pulverización.

12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizado porque** el recubrimiento (12) se somete a un recocido oxidante de manera que se forma una primera capa antiadherente (9, 9a) oxidada en la superficie.
- 5 13. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, **caracterizado porque** incluye el depósito de un recubrimiento adicional en la primera parte (2a) y en la segunda parte (2b), formando el recocido la primera capa antiadherente (9a) en la primera parte (2a) y la segunda capa antiadherente (9b) en la segunda parte (2b).
- 10 14. Sistema de solidificación de material cristalino que incluye:
- un dispositivo que forma un crisol (10) según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,
- 15 - medios de generación de un gradiente térmico en el interior del dispositivo que forma un crisol (10) y
- un contra-crisol (5) hecho de un material que presenta una resistividad térmica inferior al material que forma el fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10).
- 20 15. Sistema según la reivindicación 14, **caracterizado porque** el contra-crisol (5) está dispuesto contra la cara externa del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10), presentando el contra-crisol (5) un fondo con una cara interna que tiene una forma complementaria de la cara externa del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10).
- 25 16. Sistema según una cualquiera de las reivindicaciones 14 y 15, **caracterizado porque** el fondo del contra-crisol (5) tiene un grosor constante.
17. Sistema según una cualquiera de las reivindicaciones 14 y 15, **caracterizado porque** la cara externa del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10) es plana.
- 30 18. Sistema según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, **caracterizado porque** incluye un extractor de calor enfrente de las partes primera (2a) y segunda (2b) del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10).
- 35 19. Sistema según la reivindicación 14, **caracterizado porque** incluye una resistencia térmica adicional dispuesta entre el contra-crisol (5) y un rebaje formado en la cara externa del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (10) de manera que se asegure la conducción térmica de la zona en rebaje con el contra-crisol (5).
20. Procedimiento de fabricación de un material cristalino por cristalización dirigida de un material en fase líquida en un dispositivo que forma un crisol (10) de un sistema según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 19, **caracterizado porque** incluye:
- 40 - la previsión de un dispositivo que forma un crisol (10) según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 provisto de una semilla (3) de material cristalino dispuesta de manera que recubre al menos parcialmente la segunda parte (2b) del fondo del dispositivo que forma un crisol (10), estando el dispositivo que forma un crisol (10) al menos parcialmente lleno de una carga de material para solidificación,
- 45 - la generación de un primer gradiente térmico en el dispositivo que forma un crisol (10) de manera que se funda el material para solidificación, quedando la semilla (3) al menos parcialmente en estado sólido,
- 50 - la generación de un segundo gradiente térmico en el dispositivo que forma un crisol (10) de manera que se solidifique el material en estado fundido a partir de la semilla (3).
21. Procedimiento según la reivindicación 20, **caracterizado porque** la semilla está dispuesta en un
- 55 endentado del fondo (2) del dispositivo que forma un crisol (1).

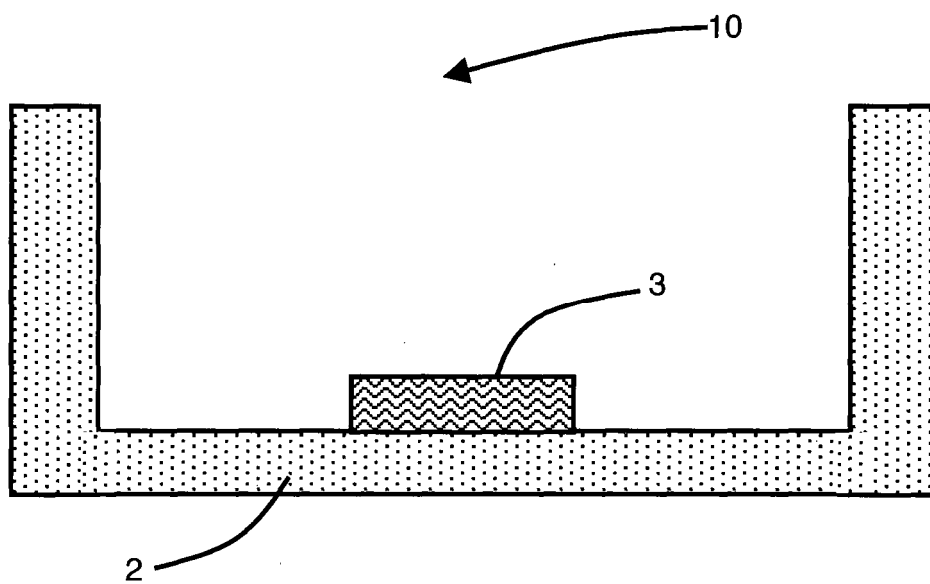


Figura 1

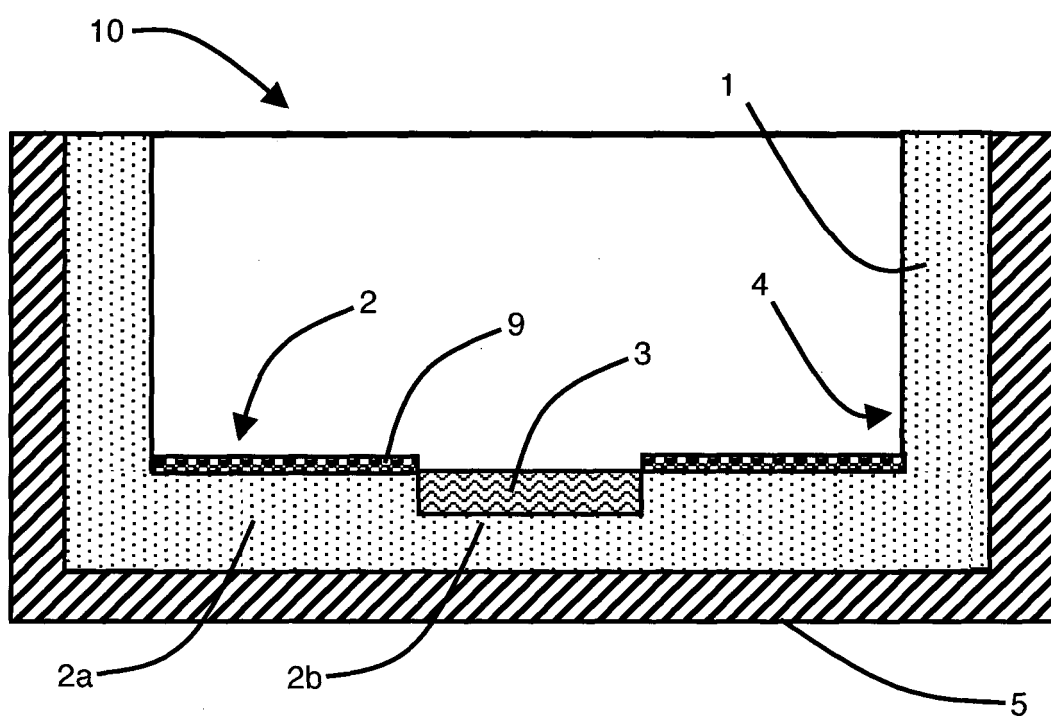


Figura 2

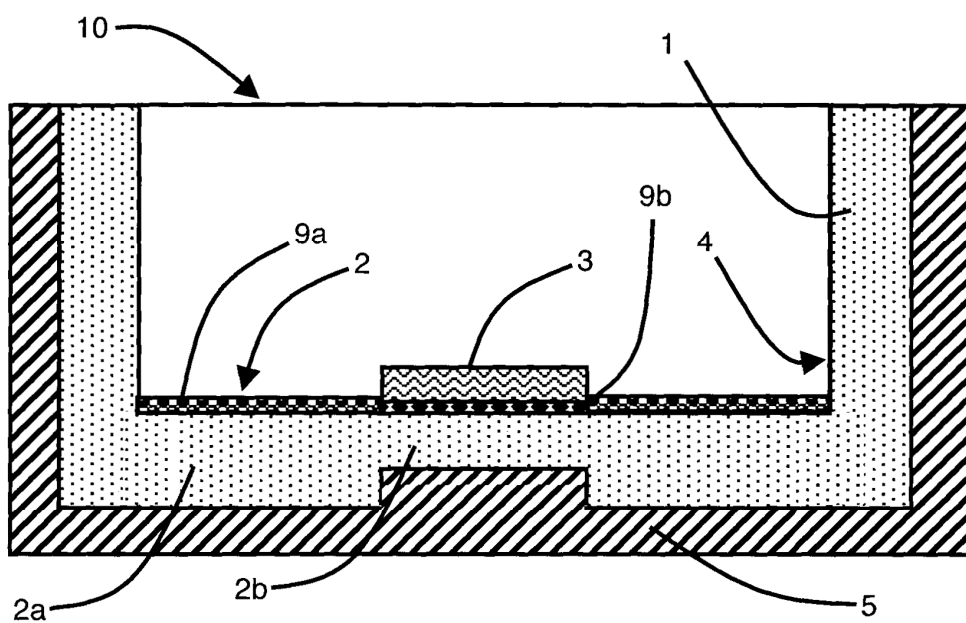


Figura 3

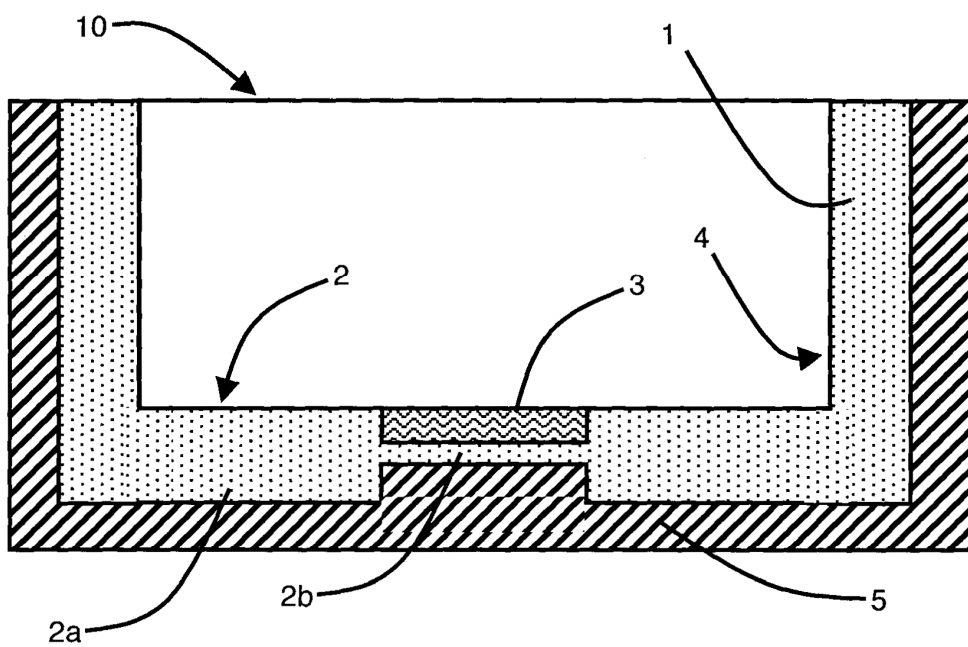


Figura 4

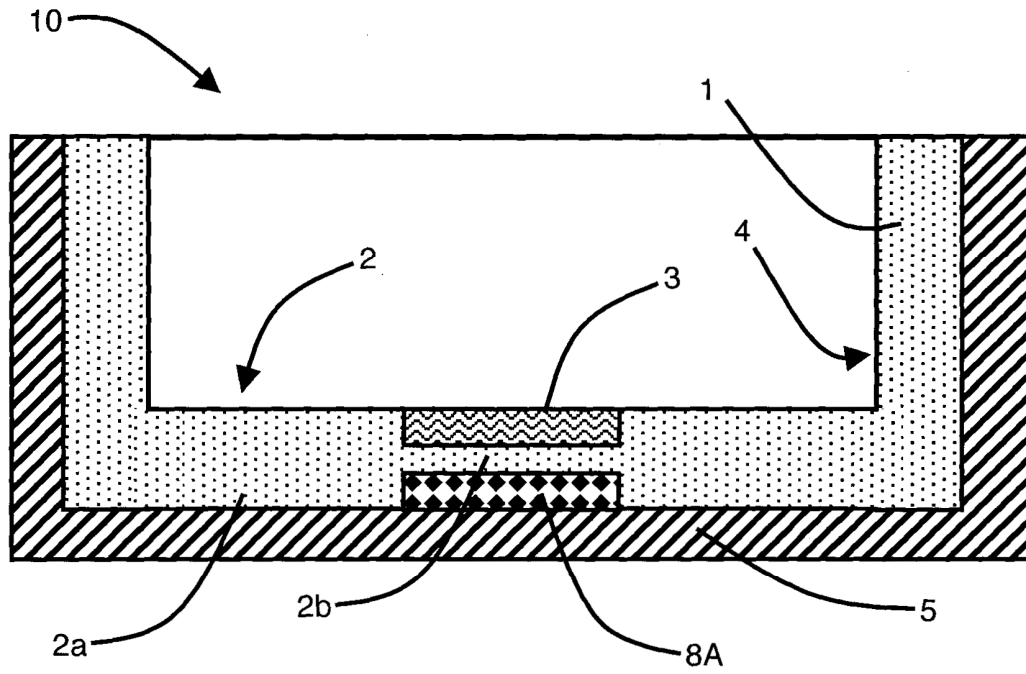


Figura 5

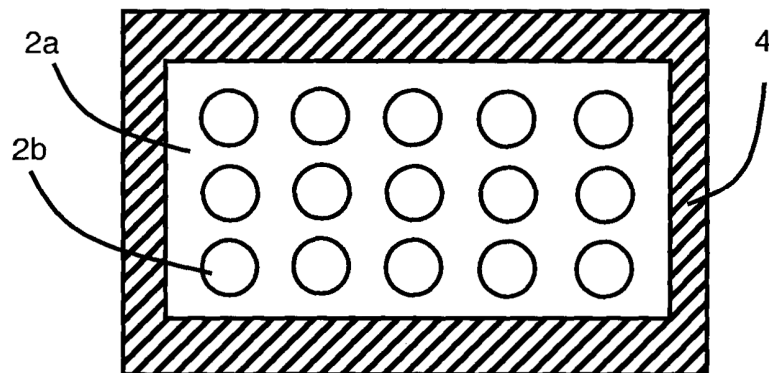
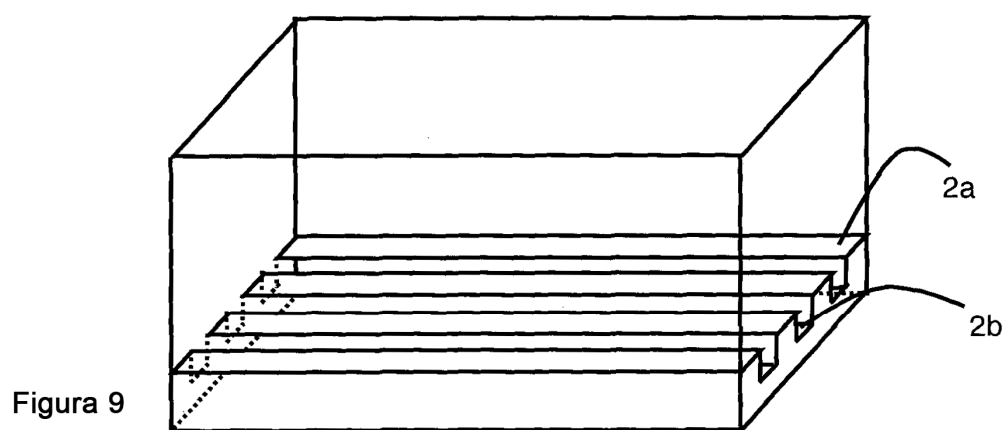
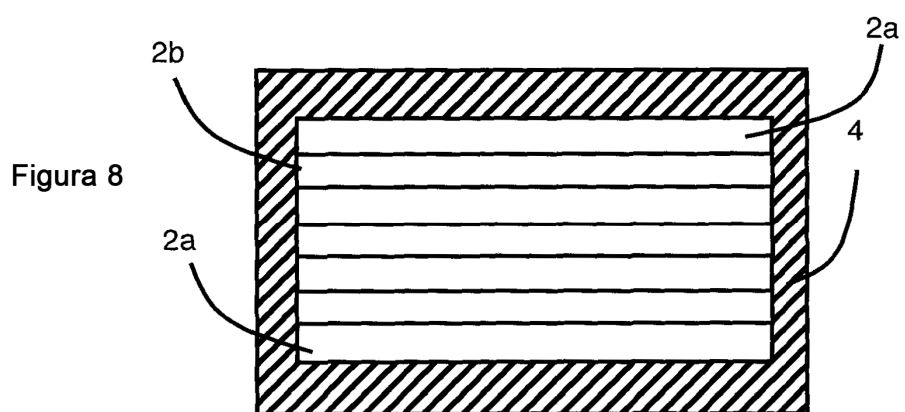
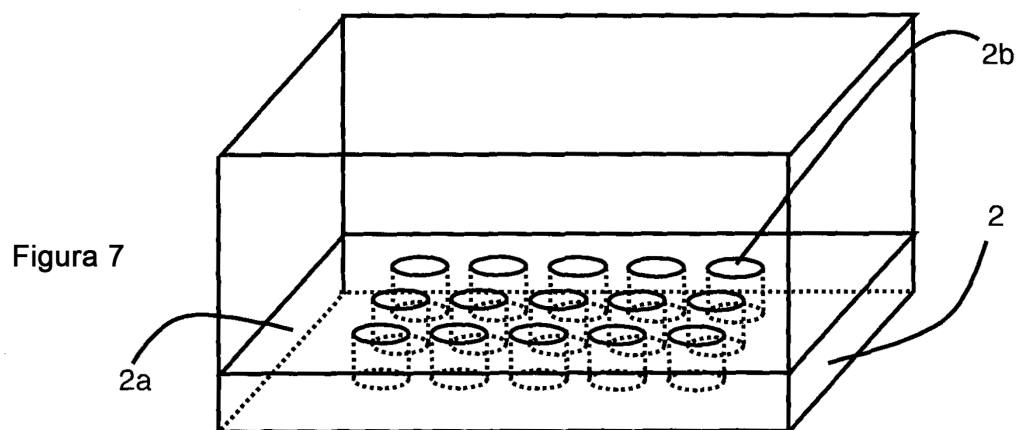
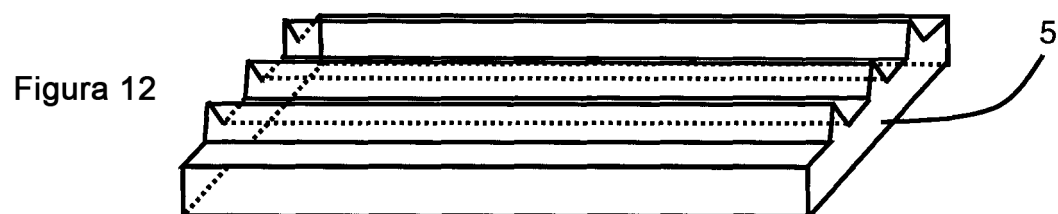
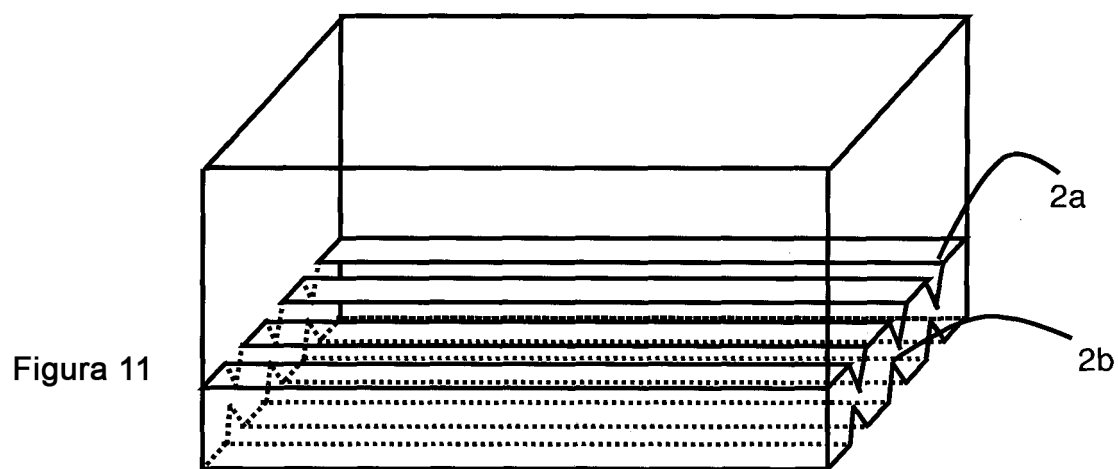
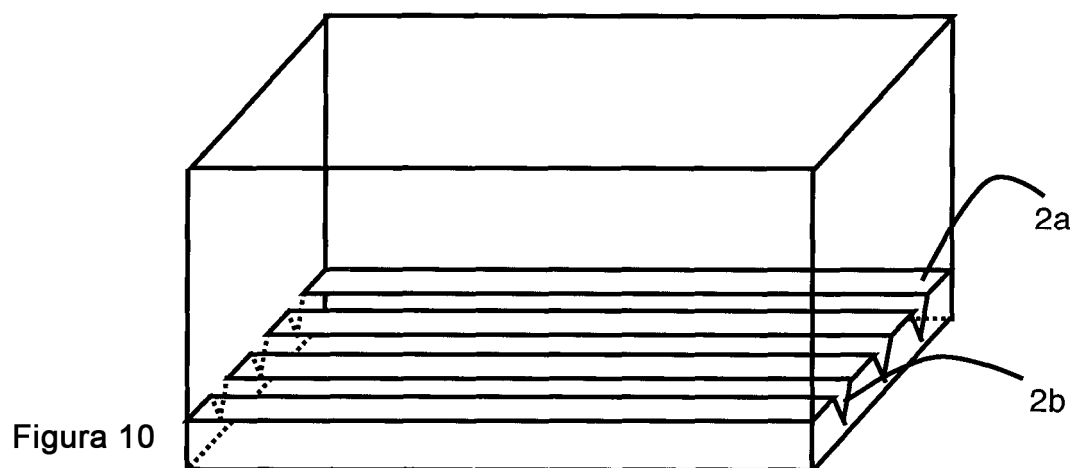


Figura 6





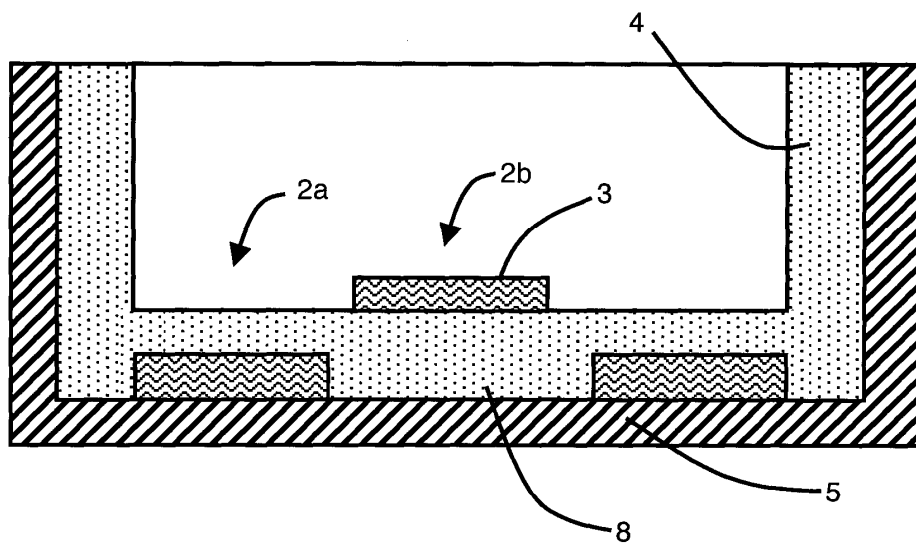


Figura 13

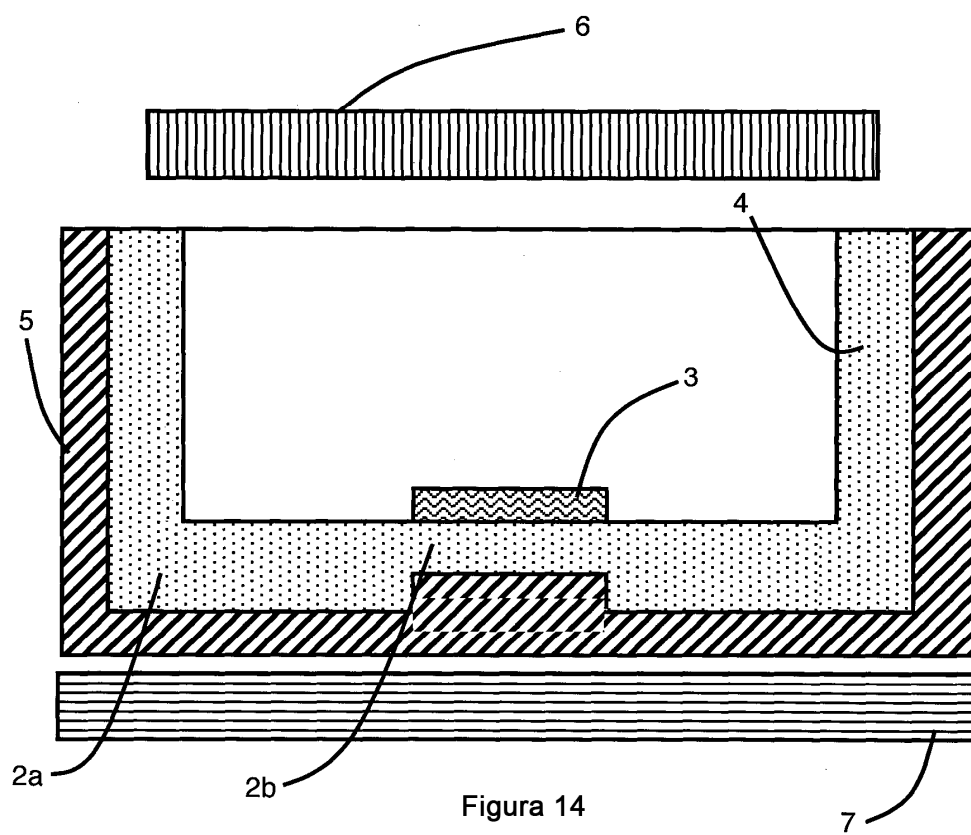


Figura 14

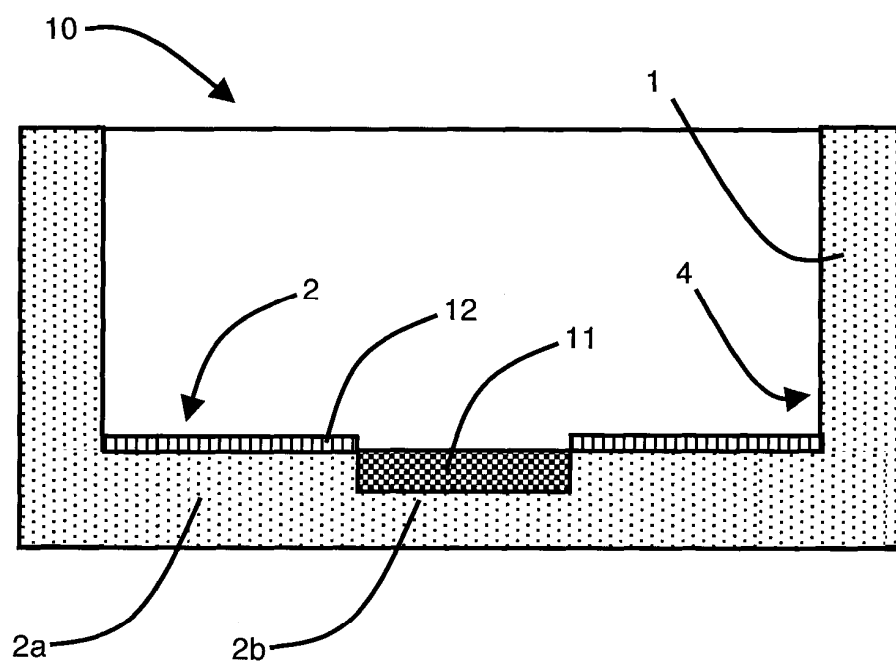


Figura 15

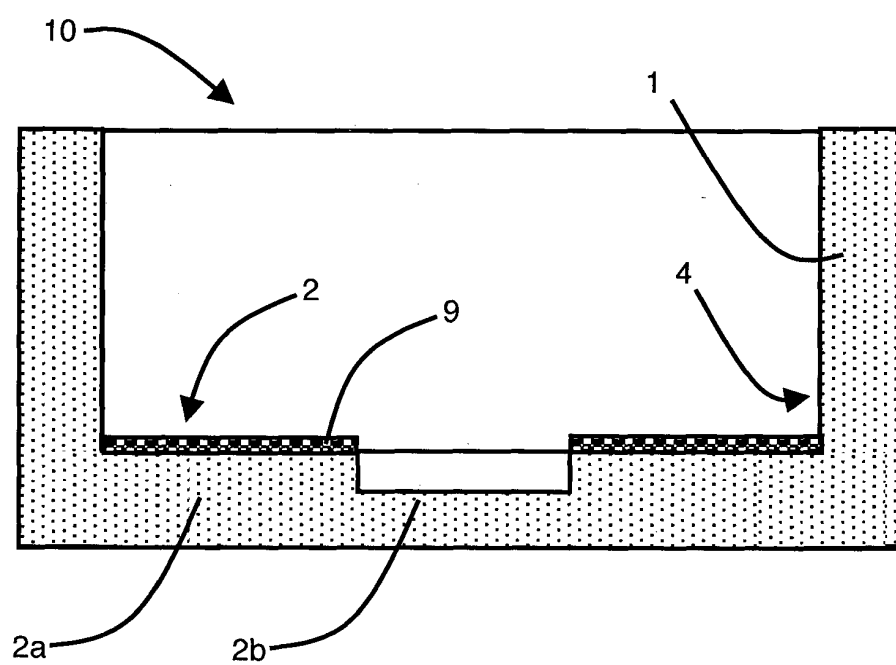


Figura 16