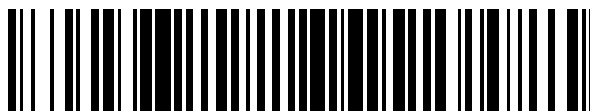


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 900**

51 Int. Cl.:

**C30B 11/14** (2006.01)

**C30B 29/06** (2006.01)

**B28D 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.05.2014 PCT/IB2014/061722**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.12.2014 WO14191899**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.05.2014 E 14729450 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.09.2018 EP 3004430**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de un lingote de silicio mediante la recuperación de semillas en un horno de solidificación dirigida**

30 Prioridad:

**27.05.2013 FR 1354759**

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

**06.03.2019**

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ENERGIE ATOMIQUE ET  
AUX ENERGIES ALTERNATIVES (100.0%)  
Bâtiment "Le Ponant D", 25, rue Leblanc  
75015 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**PIHAN, ETIENNE;  
AMARAL DE OLIVEIRA, VANESSA;  
CAMEL, DENIS;  
CHAVRIER, DENIS;  
FORTIN, GAUTIER;  
JOUINI, ANIS;  
MARIE, BENOIT y  
PLASSAT, NELLY**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 702 900 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento de fabricación de un lingote de silicio mediante la recuperación de semillas en un horno de solidificación dirigida

5 La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de fabricación de un lingote de silicio, que presenta una proporción de zona monocristalina incrementada, ventajosamente empobrecida en defectos cristalinos, en particular en maclas.

10 Tal zona monocristalina puede estar dedicada, ventajosamente, a dar, mediante corte, unas plaquetas de silicio monocristalino de excelente calidad cristalina. Tales plaquetas son particularmente ventajosas en el ámbito de la elaboración de células y módulos fotovoltaicos.

15 Actualmente, las células fotovoltaicas se fabrican principalmente a partir de silicio mono o multicristalino. El sector de producción de silicio cristalino más corriente utiliza la solidificación de lingotes a partir de baño de silicio líquido. Estos lingotes se cortan después en plaquetas que pueden transformarse en células fotovoltaicas.

20 Los lingotes de silicio multicristalino se realizan clásicamente por fusión de una carga de silicio, seguida de una solidificación dirigida. Esta técnica permite ventajosamente cristalizar grandes volúmenes de silicio; y el tamaño de los lingotes mecanizados puede ajustarse variando la dimensión de los crisoles.

25 Desafortunadamente, este procedimiento muy productivo presenta un inconveniente principal frente a la estructura cristalina de los lingotes de silicio así realizados. De hecho, esta técnica conduce a lingotes que presentan una estructura cristalina caracterizada por un número muy importante de granos y de orientaciones cristalinas diferentes, pero también por una densidad de dislocaciones elevada, repartiéndose estas dislocaciones de manera no homogénea en el lingote. En consecuencia, este procedimiento no es eficaz para obtener un lingote de silicio casi-monocristalino, denominado "mono-like", es decir constituido muy principalmente (en particular a más del 90%) de material monocristalino.

30 Desde hace algunos años, unas técnicas se han desarrollado para elaborar unos lingotes de silicio mono-like por solidificación dirigida en un horno con estructuras cristalinas mejoradas, en particular a través de un mejor control de la germinación, como se describe en el documento Fujiwara *et al.*, Growth of structure-controlled polycrystalline silicon ingots for solar cells by casting, Acta Materialia, 54 (2006), 3191-3197, o también a través de la utilización de semillas monocristalinas que pavimentan el fondo del crisol (técnica denominada de recuperación de semillas), como se propone en los documentos WO 2007/084934, US 2010/0192838, US 2010/0193989, US 2010/0193664, WO 2009/014963, US 2010/0197070 y US 2013/0095028.

40 El documento WO 2009/014957 describe un procedimiento de solidificación dirigida de un lingote de silicio según el preámbulo de la reivindicación 1 del presente documento, en particular a partir de un pavimento de semillas que comprende unas semillas centrales de orientación (100) rodeados de semillas periféricas de orientación (111).

45 El artículo KUTSUKAKE K *ET AL*: "Control of grain boundary propagation in mono-like Si: utilization of functional grain boundaries", Applied Physics Express 6 (2013) 025505 enseña la utilización de interfaces de juntas de grano de baja energía, con  $\Sigma=5$  para separar las semillas periféricas de las semillas centrales y, por lo tanto, limitar el crecimiento de un dominio multicristalino a partir de la periferia de un crisol.

50 Desafortunadamente, la fabricación de un lingote de silicio, por recuperación de semillas en un horno de solidificación dirigida, plantea un problema de disminución de la protección de cristales procedentes de las semillas con la altura del lingote. Esta disminución es perjudicial para la calidad del lingote obtenido, dado que los cristales procedentes de las germinaciones en la periferia de las zonas de semillas presentan una cantidad de defectos cristalinos inaceptables para una utilización como células fotovoltaicas. De hecho, una zona multicristalina, que se desarrolla a partir de los bordes del crisol sobre toda la altura del lingote, es probable que degrade la calidad del lingote formado a partir de las semillas en el fondo del crisol.

55 Para mejorar la calidad de los lingotes elaborados por recuperación de semillas, es importante, por lo tanto, aumentar la proporción de los cristales procedentes de las semillas.

60 Varios factores pueden ser el origen de la disminución de la proporción de los cristales procedentes de las semillas con la altura del lingote: pueden estar relacionados en particular con la térmica del horno, o con el crecimiento de defectos cristalinos.

La térmica de un horno de solidificación dirigida se caracteriza por la forma del avance del frente de fusión y de solidificación.

65 Por "frente de fusión y de solidificación" del horno, denominado más simplemente a continuación en el texto "frente de solidificación" del horno, se entiende designar la interfaz silicio sólido/silicio líquido (o fundido) durante la

solidificación dirigida del silicio en el crisol.

Existen dos grandes tipos de térmicas de horno: los hornos con frente de solidificación convexo y los hornos con frente de solidificación cóncavo.

5 Un frente de solidificación cóncavo, convexo respectivamente, es tal que la interfaz sólido-líquido se sitúa verticalmente a una altitud más elevada, menos elevada respectivamente, a nivel de las paredes del crisol como al centro del crisol, durante la solidificación dirigida.

10 En el caso de una térmica convexa, incluso muy convexa, los tiempos de ciclos son largos, ya que la solidificación de las esquinas en final de ciclo es lenta (típicamente de 8 a 9 horas).

15 Un frente de solidificación cóncavo, incluso muy próximo a la planicidad, permite librarse de los principales inconvenientes relacionados con una térmica convexa. Las térmicas con un frente de solidificación, espacial o temporalmente, cóncava o próxima a la planicidad son las más adecuadas para la producción de lingotes por recuperación de semillas. Se prefiere particularmente un frente de solidificación próximo a la planicidad ya que permite utilizar semillas en el fondo del crisol de grosor mínimo.

20 Desafortunadamente, la porción monocristalina a nivel del silicio solidificado en el borde de las paredes del crisol disminuye drásticamente con la altura del lingote. Este fenómeno resulta, por un lado, de la propagación de granos parásitos que proceden de la germinación en la pared lateral del crisol o sobre unas zonas periféricas que no presentan semillas y, por otro lado, de la propagación de maclas hacia el núcleo del lingote.

25 Así, las maclas y germinaciones reducen la proporción monocristalina del lingote explotable para producir unos ladrillos. La figura 1 ilustra esta consecuencia para el recorte de un lingote denominado "G5" en 25 ladrillos. Si las semillas depositadas en el fondo del crisol cubren esta superficie de futuros ladrillos, la superficie efectivamente monocristalina en lo alto del lingote se reduce a la zona interna del trazado T, debido a efectos de borde que se desarrollan sobre toda la altura de lingote durante su solidificación.

30 La presente invención tiene precisamente como objetivo paliar los inconvenientes antes citados y optimizar la proporción monocristalina explotable de un lingote de silicio obtenido por recuperación de semillas en un horno con frente de solidificación, espacial o temporalmente, cóncavo.

35 La presente invención se refiere así, según un primer de sus aspectos, a un procedimiento de fabricación de un lingote de silicio mediante la recuperación de semillas en un horno de solidificación dirigida, que comprende al menos las etapas que consisten en:

40 (i) disponer de un crisol (1) de eje (Z) longitudinal, cuyo fondo comprende un pavimento de semillas (2) de silicio monocristalino en forma de prisma recto; y

(ii) proceder a la solidificación dirigida de silicio mediante recuperación de semillas, según una dirección de crecimiento colineal al eje (Z) y con un frente de solidificación, espacial o temporalmente, cóncavo;

45 Caracterizado por que el pavimento en la etapa (i) está formado:

- de una o varias semillas centrales  $G_c$ ; y
- de una o varias semillas periféricas  $G_p$ , contiguas a las semillas  $G_c$ ,

50 presentando una semilla  $G_p$  una red cristalina simétrica de la red cristalina de la semilla  $G_c$  contigua, con respecto al plano P definido por la frontera (3) entre dichas semillas  $G_p$  y  $G_c$ ;

55 presentando dicha o dichas semillas  $G_p$ , en un plano vertical de corte, un ancho ( $l_p$ ) estrictamente inferior al ancho total ( $l_u$ ) de dicha o dichas semillas centrales; y

estando las semillas periféricas  $G_p$  dimensionadas de manera que:

$$l_p = d - b$$

60 con:

- d que verifica:  $d \geq H \cdot \tan \theta_{\max}$  con  $\theta_{\max}$  el valor máximo del ángulo  $\theta$  del frente de solidificación del horno utilizado; y H la altura, medida según el eje (Z), del lingote de silicio deseado; y

65 -  $b=0$  para un crisol de ángulos rectos, y  $b=R_{\text{interno crisol}}$ , con  $R_{\text{interno crisol}}$  el tamaño del biselado para un crisol de aristas redondeadas.

Por "espacial o temporalmente" cóncavo, se entiende significar que en un instante dado de la progresión del frente de solidificación, o en un punto dado del frente de solidificación, la interfaz sólido/líquido es de forma cóncava.

5 A continuación en el texto, y salvo que se indique lo contrario, una semilla y/o un lingote y/o plaqueta, definidos a continuación, se caracterizan para el referencial ortogonal de ejes (x), (y) y (z), que corresponden a las tres direcciones principales, respectivamente de la semilla, del lingote o de la plaqueta. El eje (z) de una semilla y/o de un lingote es colineal al eje (Z) longitudinal del crisol.

10 El eje (Z) longitudinal del crisol designa la línea que une el conjunto de los baricentros de secciones transversales de dicho crisol (paredes del crisol incluidas). El eje longitudinal puede ser más particularmente un eje de simetría para el crisol.

15 Se entiende por supuesto por "forma de prisma recto" una forma aproximadamente de tipo prisma recto. En particular, las semillas presentan unas paredes laterales verticales o sustancialmente verticales (desviación de  $\pm 5^\circ$ ). Por otro lado, las semillas del pavimento en el fondo del crisol presentan unas superficies aproximadamente planas, con irregularidades de superficie aproximadas.

20 Se designará a continuación en el texto como siendo la "base de la semilla", la superficie globalmente plana de la semilla en frente del fondo del crisol.

25 Como se detalla a continuación, la base de las semillas puede ser de forma variada, en particular de forma cuadrada o rectangular o también un paralelogramo. Preferentemente, es de forma cuadrada o rectangular, siendo entonces las semillas aproximadamente de forma de adoquín recto.

El ancho " $l_p$ " de una semilla periférica corresponde, en un plano vertical de corte, a la distancia entre dos paredes sucesivas de dicha semilla periférica.

30 De manera ventajosa, los inventores han descubierto así que es posible mantener el crecimiento de la zona monocristalina procedente de las semillas  $G_c$  sobre toda la altura del lingote formado, mediante el posicionamiento de semillas periféricas  $G_p$  dimensionadas de manera apropiada como se ha descrito anteriormente.

35 En efecto, con un pavimento de semillas conforme a la invención, como se desarrolla más precisamente a continuación en el texto, la zona multicristalina que germina a partir de las paredes del crisol no interfiere con la junta de granos que se propaga a partir del interfaz entre semillas  $G_p$  y  $G_c$ . Por otra parte, las maclas, creadas a partir de la zona multicristalina, se detienen a nivel de esta junta de granos, y no pueden, por lo tanto, propagarse libremente hacia el núcleo monocristalino del lingote.

40 La zona monocristalina central del lingote, también denominada a continuación en el texto "lingote central", que se desarrolla a partir de las semillas centrales, es así de excelente calidad cristalina.

45 Se describe también en la presente solicitud un lingote de silicio, obtenido según el procedimiento definido anteriormente, que presenta un núcleo monocristalino separado por unas juntas de granos, preferentemente sustancialmente verticales, de una zona multicristalina periférica.

50 Se refiere también, según otro de sus aspectos, a un procedimiento de fabricación de un lingote de silicio monocristalino, que comprende al menos una etapa (iii), de recorte del lingote tal como se ha definido anteriormente, a lo largo de los planos P definidos por el interfaz entre dos semillas  $G_p$  y  $G_c$  contiguas, a fin de eliminar las zonas multicristalinas formadas en la vertical de las semillas  $G_p$ .

Otras características, ventajas y modos de aplicación del procedimiento y del lingote de silicio obtenido según la invención, aparecerán mejor a la lectura de la descripción detallada siguiente, del ejemplo de realización de la invención y al examen de los dibujos anexos, en los que:

55 - la figura 1 representa, de manera esquemática y en vista por arriba, la superficie monocristalina, delimitada externamente por el trazado T, en lo alto del lingote, para una solidificación clásica por recuperación de semillas e un lingote G5;

60 - la figura 2 representa, de manera esquemática y parcial, un pavimento en el fondo del crisol, conforme a la invención, con la ayuda de las semillas  $G_c$  y  $G_p$  en corte transversal (figura 2a) y en vista por arriba (figura 2b);

- la figura 3 representa, de manera esquemática, la determinación del frente de solidificación con la ayuda de un método cristalográfico (figura 3a) o con la ayuda de una cartografía de resistividad (figura 3b);

65 - la figura 4 representa, de manera esquemática y parcial, en sección transversal, el posicionamiento de una semilla periférica  $G_p$  en el caso de un crisol de ángulos rectos (figura 4a) y de un crisol con biseles (figura 4b);

- 5 - la figura 5 representa, de manera esquemática y parcial, en sección transversal, la evolución de la zona multicristalina 4 y de las maclas 5 en un lingote formado según la invención, a partir de semillas  $G_c$  y  $G_p$  que presentan unas redes cristalinas simétricas;
- 10 - la figura 6 representa esquemáticamente, en vista 3D, la formación de semillas contiguas por rotación de un ángulo de  $180^\circ$  (o retorno) alrededor del eje (y) o del eje (x);
- 15 - la figura 7 representa, en vista 3D, la formación de ladrillos de un lingote central de silicio 7 monocristalino según los planos  $P_c$  ( $P_{c1}$ ,  $P_{c2}$ ,  $P_{c3}$ , etc.).
- 20 - la figura 8 representa la determinación, con la ayuda de un estudio cristalográfico, del ángulo  $\theta_{max}$  durante el ensayo de solidificación dirigida efectuada en ejemplo.
- 25 - la figura 9 es una imagen fotográfica de una franja vertical de lingote de sección  $388 \times 180$  mm. Las condiciones de obtención son aquellas detalladas en el ejemplo; y la estructura de las semillas se revela por la operación de corte y de limpieza que se traducen por un contraste óptico que varía para cada orientación cristalina;
- 30 - la figura 10 representa, de manera esquemática y parcial, en corte transversal, la evolución de la zona multicristalina 4 y de las maclas 5 en un lingote formado por recuperación de semillas, a partir de semillas  $G_c$  y  $G_p$  que no presentan redes cristalinas simétricas.
- Conviene señalar que, por razones de claridad, los diferentes elementos en las figuras se representan a escala libre, no respetándose las dimensiones reales de las diferentes partes.
- 35 A continuación en el texto, las expresiones “comprendido entre...y...”, “que va de...a...” y “que varía de...a...” son equivalentes y quieren significar que los límites están incluidos, salvo que se mencione lo contrario.
- Salvo que se indique lo contrario, la expresión “que comprende/que comprende uno(una)” debe entenderse como “que comprende/que comprende al menos uno(una)”.
- Pavimento en el fondo del crisol (etapa (i))
- 40 Como se ha precisado anteriormente, el procedimiento de la invención utiliza un pavimento, en el fondo del crisol, mediante unas semillas 2 de silicio monocristalino en forma de prisma recto.
- El pavimento de semillas 2 puede estar formado en el fondo de un crisol clásico. Se puede también considerar unos crisoles cuyo fondo en sí está formado del pavimento de semillas.
- 45 Según un modo de realización particularmente preferido, las semillas 2 están en forma de adoquín recto, de base cuadrada o rectangular.
- Según una característica esencial de la invención, el pavimento de semillas 2 está formado:
- 50 - de una o varias semillas centrales, designadas  $G_c$ ; y
- de una o varias semillas periféricas, designadas  $G_p$ , contiguas a las semillas  $G_c$ .
- Dimensionamiento de las semillas periféricas
- 55 Como se ha representado en la figura 2a, una semilla  $G_p$  según la invención está dimensionada de manera que el ancho (anotado  $l_p$ ) de la semilla periférica en un plano vertical de corte, verifica:
- $$l_p = d - b;$$
- 60 con:
- siendo d de tal modo que  $d \geq H \cdot \tan \theta_{max}$  con  $\theta_{max}$  el valor máximo del ángulo  $\theta$  del frente de solidificación del horno utilizado y y H la altura deseada para el lingote; y
- 65 -  $b=0$  para un crisol de ángulos rectos, y  $b=R_{interno\ crisol}$ , con  $R_{interno\ crisol}$  el tamaño del bisel para un crisol con aristas redondeadas.
- d representa más particularmente el espaciamiento, en un plano vertical de corte, entre el interfaz 3 entre una semilla periférica  $G_p$  y una semilla central  $G_c$  contigua, y la pared lateral del crisol más próxima.

## ES 2 702 900 T3

Para definir el ancho  $l_p$  de una semilla periférica  $G_p$ , es necesario determinar en una primera etapa la distancia  $d$ . Ésta se selecciona de manera que  $d \geq H \cdot \tan \theta_{\max}$ .

5 De manera clásica, la altura  $H$ , medida según el eje  $Z$  de crecimiento, del lingote, puede seleccionarse superior o igual a 100 mm, en particular comprendida entre 180 y 800 mm.

El valor  $\theta_{\max}$  puede determinarse, por ejemplo, al final de un ensayo de solidificación dirigida, efectuada en el mismo crisol 1, de un lingote de silicio de altura  $H_{\text{ensayo}}$  similar a la altura  $H$  del lingote deseado, obtenido por recuperación de semillas.

10 El ensayo de solidificación dirigida para la determinación del ángulo  $\theta_{\max}$  puede realizarse, por ejemplo, pavimentando el fondo del crisol de semillas  $C_z$ , dicho de otra manera de semillas procedentes de un lingote de silicio elaborado según una técnica de tirado de Czochralski (también denominado lingote "Cz"), o pavimentando el fondo del crisol de semillas "Fz", dicho de otra manera de semillas procedentes de un lingote elaborado según un procedimiento de zona de flotación (o "float-zone" en inglés), también denominado procedimiento "Fz".

Pertenece al experto en la materia determinar, mediante unos métodos convencionales, el valor  $\theta_{\max}$  a partir del ensayo de solidificación realizado.

20 Como se ilustra en la figura 3a, el valor  $\theta_{\max}$  se puede determinar con la ayuda de un método cristalográfico, observando el cambio de estructura entre la zona monocristalina 8 y la zona multicristalina 4 en la parte alta del lingote formado de altura  $H_{\text{ensayo}}$ , que da información sobre la desviación de la zona multicristalina de abajo a arriba del lingote.

25 El valor  $\theta_{\max}$  puede así calcularse, al final del ensayo de solidificación dirigida, mediante la fórmula siguiente:  $\tan \theta_{\max} = d_{\text{ensayo}}/H_{\text{ensayo}}$ , siendo  $d_{\text{ensayo}}$  la distancia más alejada del borde de crisol en la que se sitúa la zona multicristalina para el lingote de altura  $H_{\text{ensayo}}$  obtenido durante el ensayo, como se representa esquemáticamente en la figura 3a.

30 Otros métodos de determinación del ángulo  $\theta_{\max}$  pueden utilizarse. A título de ejemplo, se puede determinar con la ayuda de una cartografía de resistividad durante un ensayo de solidificación dirigida de un lingote de silicio con un dopado de boro.

35 De hecho, el boro, que presenta un coeficiente de segregación  $k=0,8$  segrega de manera homogénea en el volumen del lingote durante la solidificación. Resulta una variación local de la resistividad del lingote, que sigue la evolución de la interfaz sólido-líquido durante la cristalización del silicio. Una línea de isoresistividad 9 observada sobre la cartografía de resistividad corresponde así al frente de solidificación a un instante dado. El ángulo de frente de solidificación  $\theta_{\max}$  puede por lo tanto medirse directamente sobre las curvas de isoresistividad definidas sobre la cartografía de resistividad, como se representa esquemáticamente en la figura 3b.

40 Según un modo de realización preferido, se selecciona  $d$  igual a  $H \cdot \tan \theta_{\max}$ , a fin de optimizar el ancho total ( $l_u$ ) del lingote central obtenido.

Dicha o dichas semillas  $G_p$  pueden presentar, en un plano vertical de corte, un ancho  $l_p$  inferior o igual a 157 mm, en particular comprendida entre 5 y 40 mm.

45 En una primera variante de realización, el crisol utilizado puede ser un crisol de ángulos rectos (dicho de otra manera,  $b=0$ ). Como se representa en la figura 4a, la semilla  $G_p$  puede estar, en este caso, unida a la pared lateral 1 del crisol.

50 En el ámbito de esta variante, una semilla  $G_p$  es de ancho  $l_p = d$ , siendo  $d$  tal como se ha definido anteriormente, preferentemente  $d = H \cdot \tan \theta_{\max}$ .

En una segunda variante de realización, el crisol utilizado puede ser un crisol de aristas redondeadas, también denominado crisol con biseles. Como se representa en la figura 4b, la semilla  $G_p$  puede estar, en este caso, separada de la pared lateral 1 del crisol de una distancia  $b$  igual al tamaño del bisel del crisol  $R_{\text{interno crisol}}$  (típicamente comprendido entre 2 y 40 mm).

55 En el ámbito de esta variante, una semilla  $G_p$  es de ancho  $l_p = d-b$ , siendo  $d$  tal como se ha definido anteriormente, preferentemente  $d = H \cdot \tan \theta_{\max}$ .

60 Como se representa en la figura 5, la semilla periférica  $G_p$  así dimensionada permite ventajosamente que la zona multicristalina 4, que se propaga a partir de la pared del crisol, no tenga ninguna interferencia con la junta de granos 6 creada a partir del interfaz 3 entre  $G_p$  y  $G_c$ .

65 Así, gracias a la utilización de semillas periféricas según la invención, las germinaciones sobre las paredes del crisol no inducen a la disminución de la proporción de zona monocristalina procedente de las semillas  $G_c$  sobre la altura

del lingote.

Las dimensiones diferentes del ancho  $l_p$  de una semilla periférica pueden seleccionarse independientemente de la térmica del horno.

5 Según un modo de realización particular, una semilla  $G_p$  puede presentar un grosor  $e$  según el eje Z, superior o igual a 5 mm. A título de ejemplo, puede ser de aproximadamente 20 mm.

10 Preferentemente, las semillas periféricas presentan un grosor próximo, incluso idéntico, a aquel de la o de las semillas centrales.

15 Según un modo de realización particularmente preferido, las semillas  $G_p$  tienen forma de adoquín recto, de ancho  $l_p$  y de longitud  $L_p$  seleccionada de manera que un solo tipo de semilla  $G_p$  sea necesario para el pavimento a lo largo del lado del crisol, como se representa, por ejemplo, en la figura 2b.

El pavimento central puede estar formado de una o varias semillas centrales  $G_c$ .

20 Se designará por " $l_u$ " (por "ancho útil", el ancho total, en un plano vertical de corte, de las semillas centrales.  $l_u$  verifica más particularmente  $l_u = l_{\text{crisol}} - 2d$ , con  $l_{\text{crisol}}$  el ancho del crisol, en el plano de corte, y  $d$  tal como se ha definido anteriormente.

25 Dicha o dichas semillas  $G_c$  pueden así presentar, en un plano vertical de corte, un ancho  $l_c$  inferior o igual a  $l_u$ , en particular comprendido entre 110 mm y  $l_u/n$ , con  $n$  el número de semillas centrales unidas, pudiendo  $n$  estar comprendido en particular entre 1 y 10.

30 Las semillas centrales tienen preferentemente forma de adoquín recto, de base cuadrada o rectangular. Tales semillas permiten ventajosamente un pavimento central en el fondo del crisol en forma de cuadrícula regular. Como se detalla a continuación en el texto, tal pavimento es ventajoso, en el ámbito de la formación de juntas de granos simétricos en el lingote central, en particular para la briquetación del lingote formado al final del procedimiento de la invención.

35 Según una primera variante de realización, el pavimento central se realiza con la ayuda de semillas  $G_c$  en forma de adoquín recto de base cuadrada, como se representa en la figura 2b, por ejemplo de lado ( $l_c$ ) de un cuadrado comprendido entre 110 mm y  $l_u/n$ , con  $l_u$  y  $n$  definidos anteriormente, en particular de lado  $l_c$  de un cuadrado superior o igual a 95 mm.

A título de ejemplo, la figura 2b representa un pavimento central en forma cuadrada, denominado "G2", formado de 4 semillas centrales en forma de adoquín recto de base cuadrada.

40 Según una segunda variante de realización, el pavimento central se realiza con la ayuda de semillas  $G_c$  en forma de adoquín recto de base rectangular, por ejemplo de ancho de un rectángulo comprendido entre 110 mm y  $l_u/n$ , en particular de ancho superior o igual a 95 mm y de longitud superior o igual a dos veces el ancho.

45 Las semillas  $G_c$  pueden presentar un grosor según el eje Z, superior o igual a 5 mm. Preferentemente, el conjunto de las semillas  $G_c$  que forman el pavimento en el fondo del crisol presenta el mismo grosor ( $e$ ) según el eje Z.

Como se ha evocado anteriormente, en un modo de realización particularmente preferido, las semillas centrales y periféricas presentan unos grosores similares, incluso idénticos.

50 Las semillas  $G_c$  y  $G_p$  de silicio monocristalino utilizados para el pavimento según la invención pueden proceder de un lingote de silicio elaborado según una técnica de tizado Czochraslski (también denominado lingote "Cz"), técnica en la que un cristal de silicio se pone en contacto con un baño de silicio en fusión, a fin de hacer crecer un lingote monocristalino.

55 Este método proporciona generalmente unos lingotes Cz de forma cilíndrica. Pueden mecanizarse, de manera convencional, y recortados en láminas perpendiculares o paralelamente al eje del cilindro, para obtener unas semillas en forma de adoquín recto.

60 Según otra variante de realización, las semillas  $G_c$  y  $G_p$  de silicio monocristalino provienen del reciclaje de un lingote elaborado durante una anterior solidificación dirigida según el procedimiento de la invención, por ejemplo por extracción de una lámina horizontal del lingote de silicio formado.

65 Como se ha indicado anteriormente, una semilla  $G_c$  presenta una red cristalina simétrica de la red cristalina de la semilla  $G_p$  que le es contigua, con respecto al plano P definido por la junta de semillas 3 entre dichas semillas  $G_p$  y  $G_c$ .

Tal simetría de las redes cristalinas de las semillas  $G_c$  y  $G_p$  permite, durante la etapa (ii) de solidificación dirigida de silicio, la propagación de juntas de grano simétricas 6 a partir de las juntas de semillas 3, como se representa esquemáticamente en la figura 5.

5 Por "junta de granos simétrica" se entiende designar una junta de granos plana, presente en el lingote de silicio formado al final de la solidificación dirigida de silicio, y que define un plano de simetría cristalina P para las redes cristalinas situadas a ambos lados de este plano.

10 Como se representa esquemáticamente en la figura 5 y se ilustra en el ejemplo 1 (figura 10), la junta de granos 6 permite ventajosamente bloquear la propagación de las maclas 5 creadas a partir de la zona multicristalina en el borde del crisol.

15 Según una variante de realización particular, el pavimento central puede también estar formado de semillas  $G_c$  que presentan unas redes cristalinas simétricas las unas de las otras; dicho de otra manera cada semilla  $G_c$  presenta una red cristalina simétrica de la red cristalina de la semilla  $G_c$  que le es contigua, con respecto al plano definido por la frontera entre las dos semillas  $G_c$  contiguas.

20 Este modo de realización es particularmente ventajoso para controlar la propagación de las juntas de granos en el lingote central monocristalino formado.

En un primer modo de realización, una semilla periférica  $G_p$  puede poseer unas orientaciones según las direcciones (x), (y) y (z), idénticas, a las incertidumbres de recorte y de posicionamiento aproximado en el fondo del crisol, a las de la semilla central  $G_c$  que le es contigua.

25 A título de ejemplo, las semillas  $G_c$  y  $G_p$  se pueden extraer en un mismo lingote Cz, por ejemplo por recorte del lingote Cz perpendicularmente a la dirección de crecimiento del cristal utilizado en el procedimiento de Czochralski.

30 En un segundo modo de realización, la semilla periférica  $G_p$  y la semilla central  $G_c$  pueden presentar unas orientaciones cristalográficas distintas. Preferentemente, la desorientación, tal como se define a continuación, entre las semillas  $G_p$  y  $G_c$  se efectúa alrededor de un eje de desorientación paralelo al eje (z). Dicho de otra manera, las semillas  $G_c$  y  $G_p$  presentan unas orientaciones cristalinas distintas según las direcciones (x) e (y).

35 De manera general, la diferencia de orientación entre las redes cristalinas de dos semillas 2 se denomina "desorientación". Esta desorientación se traduce por una operación de rotación alrededor de un eje de desorientación  $\langle u \ v \ w \rangle$  y de un ángulo de desorientación  $2\phi$ . A continuación, se denominará "desorientación total" el ángulo de desorientación  $2\phi$  más pequeño entre todas las operaciones de rotación antes citadas: y se denominará "eje de desorientación" el eje asociado a este ángulo.

40 Preferentemente, la desorientación total  $2\phi$  entre las redes cristalinas simétricas de dos semillas (2) contiguas, designadas para diferenciarlos "semilla A" y "semilla B" (ya se trate de dos semillas  $G_p$  y  $G_c$  contiguas o, en la variante antes citada, de dos semillas  $G_c$  contiguas) es superior o igual a  $4^\circ$ , en particular superior o igual a  $5^\circ$ , y más particularmente comprendido entre  $6^\circ$  y  $45^\circ$ .

45 Según un modo de realización particular, las redes cristalinas de dos semillas simétricas 2 contiguas presentan ambos una dirección colineal al eje (Z), preferentemente una dirección  $\langle 100 \rangle$  o próxima de  $\langle 100 \rangle$  colineal al eje (Z), siendo cada uno de las semillas ventajosamente desorientada según un mismo ángulo  $\theta$  con respecto a esta dirección según (x) y/o (y).

50 La desorientación  $\theta$  de una semilla puede determinarse mediante unos métodos de medición conocidos por el experto en la materia, por ejemplo por medición de los ángulos con el método de Laue, por difracción de rayos X o también por difracción de electrones retrodifundidos (ESBD por "Electron BackScattered Diffraction" en inglés).

55 Sin embargo, de manera ventajosa, es posible librarse de la medición de los ángulos de desorientación  $\theta$  de cada una de las semillas utilizadas, realizando el pavimento de semillas contiguas de redes cristalinas simétricas la una con respecto a la otra, a partir de un único tipo de semillas.

60 Así, según un modo de realización particular, el pavimento en el fondo del crisol por unas semillas 2 contiguas, designadas semilla A y semilla B, de redes cristalinas simétricas la una de la otra, se puede realizar a partir de semillas de silicio idénticas, obteniéndose la semilla B a partir de una semilla A que ha sufrido una rotación de un ángulo de  $180^\circ$  alrededor de uno de los vectores perpendiculares a las caras laterales de la semilla, es decir en el ámbito de un pavimento en forma de una cuadrícula, alrededor del eje (x) o (y).

A título de ejemplo, la figura 6 representa la obtención de las semillas A y B de tipo adoquín recto, obteniéndose la semilla B por rotación de un ángulo de  $180^\circ$  alrededor del eje x y/o del eje (y).

65 Según un modo de realización preferido, en el caso de la realización de semillas  $G_c$  de redes cristalinas simétricas la



una con respecto a la otra, la desorientación entre las redes cristalinas de dos semillas  $G_c$  contiguas se efectúa alrededor de un eje  $\langle 001 \rangle$ . Preferentemente, el eje  $\langle 001 \rangle$  está confundido con el eje (Z) del crisol y/o con el eje (z) de la semilla.

5 Tal modo de realización resulta particularmente ventajoso, frente a plaquetas que se formarán por recorte del lingote central monocristalino obtenido a partir de tal pavimento central de semillas.

De hecho, las superficies de las plaquetas procedentes del recorte de los ladrillos perpendicularmente a la superficie del lingote central, según los planos de juntas de granos verticales son, con irregularidades de recorte aproximadas, 10 sustancialmente paralelos a los planos (001). Estando en la orientación (001), las superficies de las plaquetas así formadas presentan la característica de estar eficazmente texturizadas por una texturización básica (a base de KOH o NaOH por ejemplo). Puede resultar una ganancia de reflectancia de aproximadamente del 5 al 12% relativo en frente, comparativamente a texturizaciones básicas sobre otras orientaciones o texturizaciones ácidas sobre una orientación cualquiera.

15 Según un modo particular de realización, el crisol puede estar ventajosamente dimensionado en función del ancho  $l_p$  de las semillas periféricas  $G_p$  previamente determinado como se ha descrito anteriormente, y del ancho  $l_u$  del lingote central deseado.

20 Dicho de otra manera, el ancho del crisol,  $l_{\text{crisol}}$ , se selecciona de manera que  $l_{\text{crisol}} = l_u + 2l_p + 2b$ , con b tal como se ha definido anteriormente.

Solidificación dirigida por recuperación de semillas (etapa (ii))

25 En una segunda etapa del procedimiento de la invención, se procede a la solidificación dirigida de silicio en el horno por recuperación de semillas según una dirección de crecimiento colineal al eje (Z) y con un frente de solidificación, espacial o temporalmente, cóncavo.

30 El experto en la materia es capaz de ajustar las condiciones de realización para la elaboración del lingote de silicio por solidificación dirigida.

El horno utilizado puede ser un horno convencional de solidificación dirigida, como por ejemplo un horno de cristalización de tipo HEM (que proviene del nombre inglés "Heat Exchange Method") o de tipo Bridgman con un calentamiento fijo por arriba y los lados, que permite cristalizar la carga de silicio con un gradiente de temperatura controlado.

35 De manera general, la solidificación dirigida se efectúa haciendo fundir, en una primera etapa, una carga de silicio en el crisol preparado en la etapa (i). Cuando el silicio está completamente en fusión, y cuando las semillas empiezan a fundirse, el silicio en fusión se solidifica, de manera dirigida, a baja velocidad (típicamente de 5 a 30 mm/h).

40 La solidificación dirigida puede realizarse por desplazamiento del sistema de calentamiento y/o por enfriamiento controlado, que permite un desplazamiento progresivo del frente de solidificación (frente de separación entre la fase sólida y la fase líquida) hacia la parte alta del crisol.

45 El lingote, de altura H, obtenido al final de la solidificación dirigida, puede enfriarse después, en particular hasta la temperatura ambiente ( $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ).

50 Como se representa de manera esquemática y parcial en la figura 5, el lingote de silicio obtenido según el procedimiento de la invención, presenta un núcleo monocristalino 7 separado de las zonas multicristalinas periféricas 4, por unas juntas de granos 6, que se desarrollan a partir de las juntas de semillas 3 entre semillas periféricas  $G_p$  y semillas centrales  $G_c$ .

Formación del lingote monocristalino (etapa (iii))

55 El lingote central monocristalino 7 puede aislarse de las zonas multicristalinas formadas en la vertical de las semillas  $G_p$ , por corte del lingote a lo largo de los planos P definidos por el interfaz entre dos semillas  $G_c$  y  $G_p$  contiguas.

60 Las posiciones de recorte del lingote son fácilmente identificables sobre el lingote, en la medida en la que se sitúan a nivel de las fronteras entre semillas  $G_p$  y  $G_c$  que tapizan el fondo del crisol.

El recorte a lo largo de los planos P puede llevarse a cabo mediante medios convencionales, conocidos por el experto en la materia, por ejemplo con la ayuda de un hilo de recorte.

65 El lingote monocristalino 7 así obtenido es de excelente calidad cristalina.

En particular, puede presentar una parte multicristalina inferior al 5% de su volumen total.

Plaquetas de silicio

El lingote de silicio 7 monocristalino, obtenido al final de la etapa (iii), puede después cortarse en ladrillos.

A partir de estos ladrillos pueden elaborarse plaquetas de silicio, según unas técnicas clásicas conocidas por el experto en la materia, en particular por recorte de los ladrillos, rectificación de las caras, recorte de los extremos altos y bajos para ajustar las dimensiones de la plaqueta, etc.

En el ámbito de la variante de realización en la que las semillas  $G_c$  utilizadas presentan unas redes cristalinas simétricas las unas de las otras, el lingote central monocristalino presenta ventajosamente unas juntas de granos simétricos según los planos ( $P_{c1}$ ,  $P_{c2}$ ,  $P_{c3}$ , etc.) definidos por las fronteras entre las semillas  $G_c$ .

Según una primera variante de realización, el recorte del lingote de núcleo de ladrillos puede llevarse a cabo independientemente de la posición de los planos de juntas de granos  $P_{c1}$ ,  $P_{c2}$ ,  $P_{c3}$ , etc. Los ladrillos resultantes contienen así unas juntas de granos simétricas.

Según una segunda variante de realización, el recorte del lingote de núcleo de ladrillos se puede llevar a cabo a lo largo de los planos  $P_{c1}$ ,  $P_{c2}$ ,  $P_{c3}$ , etc. Tal como se representa esquemáticamente en la figura 7.

El recorte del lingote de silicio a lo largo de estos planos permite así eliminar las juntas de granos simétricos y obtener ventajosamente unos ladrillos sin juntas de granos. Las posiciones de recorte del lingote central a lo largo de las juntas de granos simétricos son fácilmente identificables sobre el lingote en la medida en la que se sitúan a nivel de las fronteras entre las semillas  $G_c$  contiguas que tapizan el fondo del crisol.

Para un pavimento de semillas  $G_c$  de tipo cuadrícula como se representa esquemáticamente en la figura 2b, el recorte puede ser llevado a cabo, por ejemplo, con la ayuda de una máquina convencional de tipo Squarer o sierra de banda.

Pertenece al experto en la materia adaptar el paso de guía-hilos, con respecto a la dimensión de las semillas  $G_c$  de pavimento utilizada y del diámetro de los hilos de recorte utilizados, de manera que el recorte con la ayuda del Squarer se realice a lo largo de cada uno de los planos  $P_{c1}$ ,  $P_{c2}$ , etc., y permita eliminar las juntas de granos simétricas del lingote central.

Las plaquetas así obtenidas pueden utilizarse ventajosamente para la elaboración de células fotovoltaicas, por ejemplo para los sectores homounión o heterounión.

Se pueden considerar otras variantes de realización del pavimento en fondo de crisol por unas semillas centrales y periféricas.

Se describe un pavimento con semillas  $G_c$  y  $G_p$  que no presentan redes cristalinas simétricas la una con respecto a la otra.

Se describe que el pavimento en la etapa (i) en el fondo del crisol puede estar formado:

- de una o varias semillas centrales  $G_c$ ; y
- de una o varias semillas periféricas  $G_{p2}$ , contiguas a las semillas  $G_c$ ;

Las semillas  $G_{p2}$  presentan, en un plano vertical de corte, un ancho  $l_{p2}$  estrictamente inferior al ancho  $l_c$  de una semilla central  $G_c$ ; y dimensionándose de manera que

$$0 < l_{p2} < d_2 - b,$$

con:

-  $d_2$  que representa la distancia que separa la pared del crisol del interfaz zona multicristalina/monocristalina en la parte alta del lingote de altura  $H$ , verificando:  $d_2 = H \cdot \tan \theta_{max}$ , con  $\theta_{max}$  el valor máximo del ángulo  $\theta$  del frente de solidificación del horno utilizado; y siendo  $H$  la altura, medida según el eje (Z) del lingote de silicio deseada; y

-  $b = 0$  para un crisol de ángulos rectos, y  $b = R_{interno\ crisol}$ , con  $R_{interno\ crisol}$  el tamaño del bisel para un crisol de aristas redondeadas.

El valor  $\theta_{max}$  puede determinarse más particularmente por un ensayo previo de solidificación dirigida, como se ha descrito anteriormente.

Como se representa esquemáticamente en la figura 10, las juntas de granos 6 se propagan durante la etapa de solidificación dirigida del lingote, a partir de las juntas de semillas entre juntas periféricas  $G_{p2}$  y juntas centrales  $G_c$  no son unas juntas de granos simétricos.

5 Sin embargo, permiten detener eficazmente la propagación de las maclas 5 creadas a partir de la zona multicristalina 4.

10 Un lingote monocristalino, de excelente calidad cristalina, puede así obtenerse por corte del lingote obtenido al final de la etapa (ii) de solidificación dirigida, a lo largo de los planos  $P_2$  paralelos a las paredes laterales del crisol, y a una distancia  $d_2$  de la pared del crisol, como se representa en la figura 10.

15 En el caso de un frente de solidificación próximo a la planicidad al final de la solidificación del lingote, la junta de granos 6 que se propaga a partir de las juntas de semillas entre  $G_p$  y  $G_c$  adquiere una casi verticalidad en la parte alta del lingote. El recorte del lingote de núcleo es fácilmente identificable, en la medida en la que se sitúa a nivel de las fronteras entre semillas  $G_p$  y semillas centrales  $G_c$ .

La invención se describirá ahora mediante el ejemplo siguiente dado por supuesto a título ilustrativo y no limitativo de la invención.

## 20 Ejemplos

### 1. Determinación del valor máximo del ángulo $\theta$ del frente de solidificación del horno

25 El horno de cristalización utilizado para los ensayos de recuperación de semillas es un horno de tamaño "Gen 2" (60 a 80 kg de carga) que posee tres zonas de calentamiento controladas en temperatura o en potencia: una zona de calentamiento alta, una zona de calentamiento baja y una zona de calentamiento lateral.

El crisol utilizado para este ensayo es un crisol de sílice recubierto de  $Si_3N_4$  de tamaño G2 (390 x 390 mm<sup>2</sup>).

30 Se realiza un lingote multicristalino en el crisol, según una receta térmica específica desarrollada para obtener un lingote multicristalino que respeta los criterios de calidad de ladrillos estándares.

35 Este tipo de crisol está rodeado de un contra-crisol de grafito que sirve para limitar la dilatación de la sílice que, durante la subida en temperatura durante el ciclo y la transición vítrea asociada, se vuelve viscosa.

La carga está constituida de una masa de silicio electrónica (9N) o metalúrgica (6N) más o menos importante según el tamaño del lingote deseado, la cantidad en dopante, ya sea de tipo P (boro) o de tipo N (fósforo) se calcula en función de la resistividad y del tipo deseado.

40 Después del experimento, el lingote de silicio se recorta según un plano vertical de corte, para determinar el frente de solidificación del horno con la ayuda de un estudio metalográfico o de resistividad.

45 Con la ayuda de un estudio cristalográfico (como se representa esquemáticamente en la figura 8), es posible determinar fácilmente las diferentes dimensiones necesarias:

$$H_{\text{ensayo}} = 180 \text{ mm}$$

$$\theta_{\text{max}} = 10,7^\circ$$

$$50 \text{ y: } d_{\text{ensayo}} = H_{\text{ensayo}} \cdot \tan \theta_{\text{max}}$$

$$d_{\text{ensayo}} = 34 \text{ mm}$$

55 A la vista del ángulo  $\theta_{\text{max}}$  ( $10,7^\circ$ ) del frente de solidificación del horno utilizado, y del tamaño del bisel presente para este crisol ( $b=14$  mm), las semillas periféricas deben presentar un ancho mínimo de 20 mm.

### 2. Fabricación del lingote de silicio

#### 2.i. Realización del pavimento de semillas $G_c$ y $G_p$

60 Se realiza un pavimento del fondo del crisol (crisol y contra-crisol idénticos a los utilizados en el ensayo anterior), como se representa esquemáticamente en la figura 2b,

con:

65 - en la zona central, cuatro semillas  $G_c$  de tipo Cz de dimensiones 144 x 144 mm y de 20 mm de grosor. Estos lingotes se cortan en un lingote de diámetro de 8 pulgadas (202 mm) perpendicularmente a la dirección de

crecimiento del cristal. La recuperación de semillas tendrá por lo tanto un crecimiento idéntico a la dirección de crecimiento de la semilla Cz: próximo de  $\langle 100 \rangle$ ; y

- 5 - en la zona periférica cerca de las paredes del crisol y adyacentes a las semillas  $G_c$ , cuatro semillas periféricas  $G_p$  de dimensiones 28 x 317 mm y de grosor de 20 mm. Estas semillas se han extraído en un mismo lingote Cz y poseen unas orientaciones, según las tres direcciones, parecidas a las semillas centrales.

10 Estas semillas se limpiaron por ultrasonidos en un tanque de acetona y un tanque de etanol durante un tiempo de 30 minutos y después atacados en una solución de sosa al 10% másico.

Las características de las semillas utilizadas se presentan en la tabla 1 siguiente.

N°	Dimensiones (mm) ancho x longitud x grosor	Tipo	Resistividad ( $\Omega$ .cm)
$G_c$ 1	144 x 144 x 20	P	1,3
$G_c$ 2	144 x 144 x 20	P	1,4
$G_c$ 3	144 x 144 x 20	P	1,5
$G_c$ 4	144 x 144 x 20	P	1,7
$G_p$ 1	28 x 317 x 20	P	1,5 a 1,7
$G_p$ 2	28 x 317 x 20	P	1,5 a 1,7
$G_p$ 3	28 x 317 x 20	P	1,5 a 1,7
$G_p$ 4	28 x 317 x 20	P	1,3 a 1,5

Tabla 1: caracterización de las semillas  $G_c$  y  $G_p$

- 15 2.ii. Solidificación dirigida de silicio por recuperación de semillas en el horno

Se efectúa la solidificación dirigida de una carga de silicio, idéntica a aquella utilizada para la determinación del valor máximo del ángulo  $\theta$  del frente de solidificación del horno (punto 1.).

- 20 Resultados

En la salida del horno, la observación de la cara superior del lingote indica la presencia de una zona monocristalina, primer índice sobre el crecimiento monocristalino de abajo a arriba del lingote.

- 25 La observación de la estructura cristalina post-recorte (fotografía (180 mm x 388 mm) presentada en la figura 9) demuestra que el crecimiento de la zona monocristalina procedente de las semillas centrales se mantiene sobre toda la altura del lingote. Se puede observar que las maclas 5, creadas a partir de la zona multicristalina, se bloquean sobre los exteriores del lingote con la ayuda de las juntas de granos 6 creadas por los interfaces entre semillas
- 30 periféricas y semillas centrales.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación de un lingote de silicio por recuperación de semillas en un horno de solidificación dirigida, que comprende al menos las etapas que consisten en:

(i) disponer de un crisol (1) de eje (Z) longitudinal, cuyo fondo comprende un pavimento de semillas (2) de silicio monocristalino de forma en prisma recto, estando el pavimento formado:

- de una o varias semillas centrales  $G_c$ ; y

- de unas o varias semillas periféricas  $G_p$ , contiguas a las semillas  $G_c$ ; y

(ii) proceder a la solidificación dirigida de silicio por recuperación de semillas, según una dirección de crecimiento colineal al eje (Z);

caracterizado por que una semilla  $G_p$  presenta una red cristalina simétrica de la red cristalina de la semilla  $G_c$  contigua, con respecto al plano P definido por la frontera (3) entre dichas semillas  $G_p$  y  $G_c$ ;

en la etapa (ii), se procede a la solidificación dirigida con un frente de solidificación especial o temporalmente cóncavo;

dicha o dichas semillas  $G_p$  presentan, en un plano vertical de corte, un ancho ( $l_p$ ) estrictamente inferior al ancho total ( $l_u$ ) de dicha o dichas semillas centrales; y

las semillas periféricas  $G_p$  están dimensionadas de manera que:

$$l_p = d - b$$

con:

- d que verifica:  $d \geq H \cdot \tan \theta_{max}$  con  $\theta_{max}$  el valor máximo del ángulo  $\theta$  del frente de solidificación del horno utilizado; y H la altura, medida según el eje (Z), del lingote de silicio deseado; y

-  $b=0$  para un crisol de ángulos rectos, y  $b=R_{interno\ crisol}$ , con  $R_{interno\ crisol}$  el tamaño del bisel para un crisol de aristas redondeadas.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, determinándose el valor  $\theta_{max}$  al final de un ensayo de solidificación dirigida, en el mismo crisol (1), de un lingote de silicio de altura  $H_{ensayo}$  similar a la altura H del lingote deseado, obtenido por recuperación de semillas, en particular sobre semillas procedentes de un lingote de silicio elaborado según una técnica de tirado Czochralski, o unas semillas procedentes de un lingote elaborado según un procedimiento de zona de flotación.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, calculándose el valor  $\theta_{max}$ , al final del ensayo de solidificación dirigida, mediante la fórmula siguiente:  $\tan \theta_{max} = d_{ensayo} / H_{ensayo}$ , con  $d_{ensayo}$  siendo la distancia más alejada del borde del crisol en el que se sitúa la zona multicristalina para el lingote de altura  $H_{ensayo}$  obtenido durante el ensayo.

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las semillas  $G_c$  y  $G_p$  proceden de un lingote de silicio elaborado según una técnica de tirado Czochralski o de reciclado de un lingote elaborado durante una solidificación anterior dirigida según el procedimiento tal como se define en la reivindicación 1, por extracción de una lámina horizontal del lingote formado.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las semillas  $G_c$  y  $G_p$  presentan un grosor (e) según el eje (Z), superior o igual a 5 mm.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha o dichas semillas  $G_p$  presentan, en un plano vertical de corte, un ancho ( $l_p$ ) inferior o igual a 157 mm, en particular comprendido entre 5 y 40 mm.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha o dichas semillas  $G_c$  presentan, en un plano vertical de corte, un ancho ( $l_c$ ) comprendido entre 110 mm y  $l_u/n$  con n el número de semillas centrales unidas, estando n en particular comprendido entre 1 y 10.

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las semillas  $G_c$  presentan la forma de un adoquín recto de base cuadrada o rectangular.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el crisol es de aristas redondeadas, estando la semilla  $G_p$  separada de la pared lateral (1) del crisol de una distancia (b) igual al tamaño del bisel del crisol  $R_{\text{interno crisol}}$ , en particular que va de 2 a 40 mm.
- 5 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, dimensionándose el crisol en función del ancho ( $l_p$ ) de las semillas periféricas previamente determinado y del ancho ( $l_u$ ) deseado.
- 10 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que cada semilla  $G_c$  presenta una red cristalina simétrica de la red cristalina de la semilla  $G_c$  que le es contigua, con respecto al plano definido por la frontera entre las dos semillas  $G_c$  contiguas.
- 15 12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, siendo la desorientación total  $2\varphi$  entre las redes cristalinas simétricas de una semilla  $G_p$  y de una semilla  $G_c$  contigua, superior o igual a  $4^\circ$ , en particular superior o igual a  $5^\circ$ , y más particularmente comprendida entre  $6^\circ$  y  $45^\circ$ .
- 20 13. Procedimiento de fabricación de un lingote de silicio monocristalino según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende al menos una etapa (iii) de recorte del lingote obtenido al final de la etapa (ii), a lo largo de los planos P definidos por el interfaz entre dos semillas  $G_c$  y  $G_p$  contiguas, a fin de eliminar las zonas multicristalinas formadas en la vertical de las semillas  $G_p$ .
14. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que el lingote de silicio monocristalino aislado al final de la etapa (iii) presenta una parte multicristalina inferior al 5% de su volumen total.

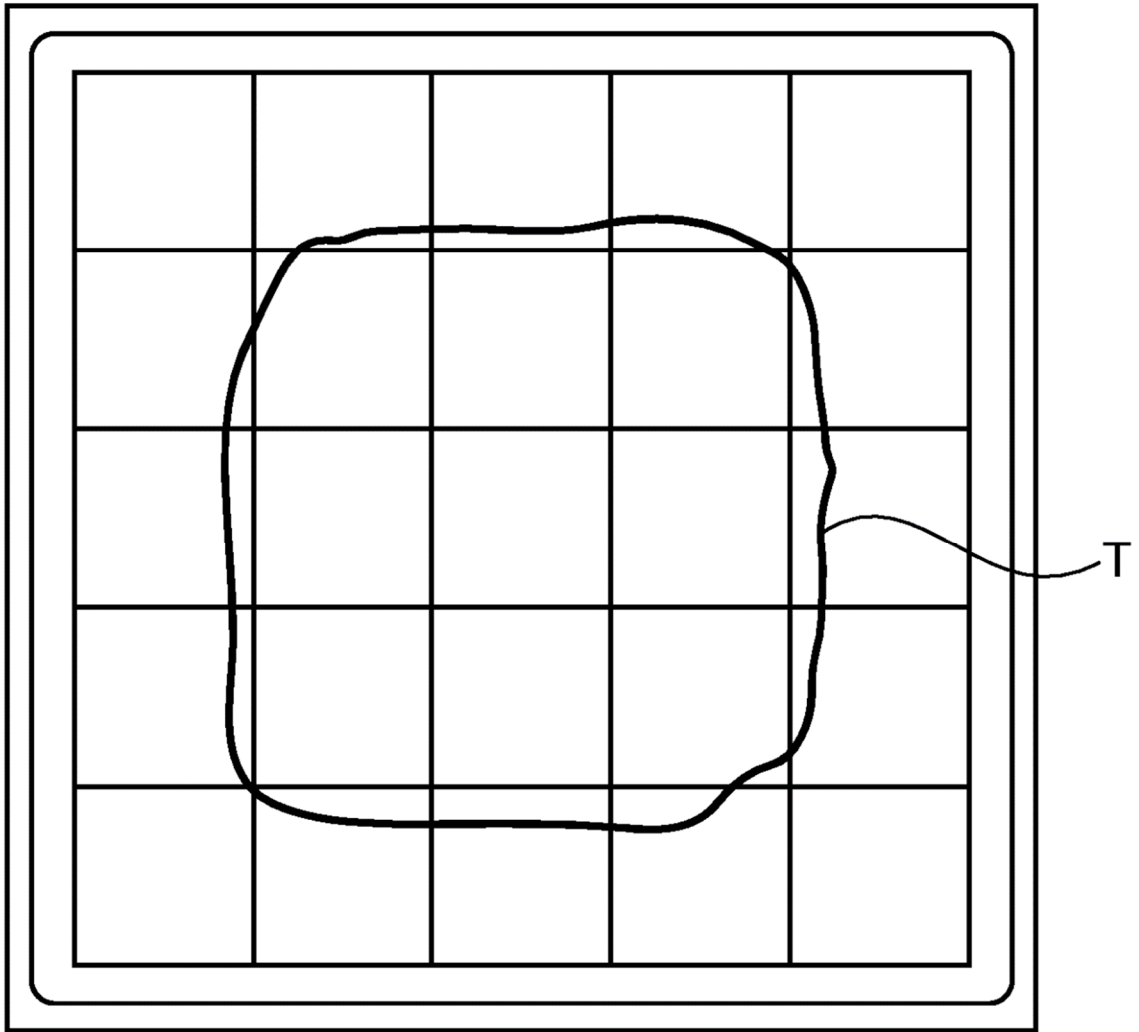


Fig. 1

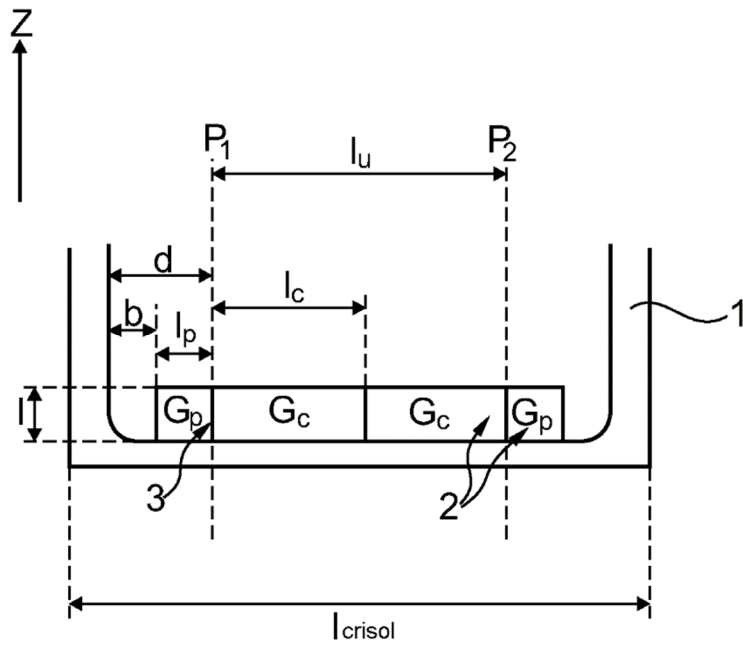


Fig. 2a

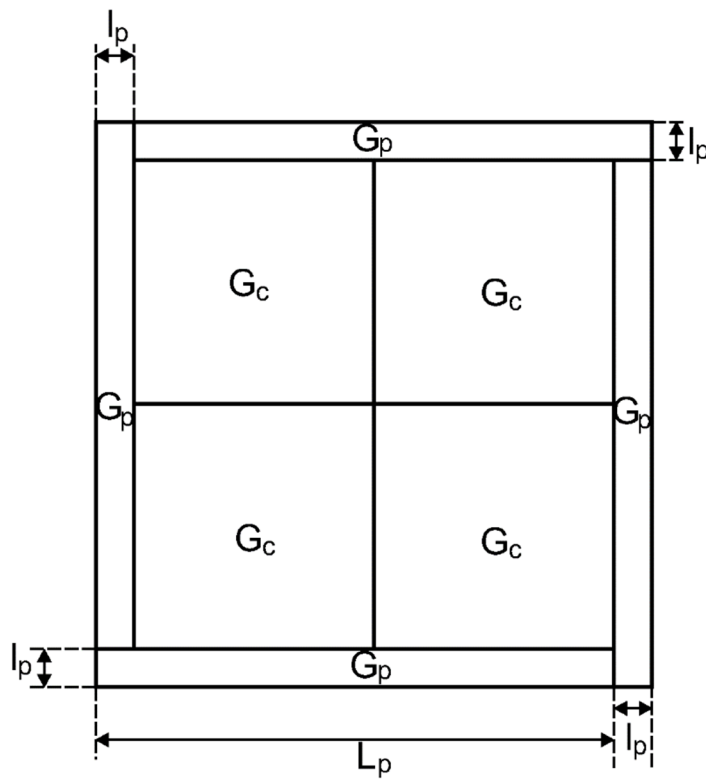


Fig. 2b

Fig. 2



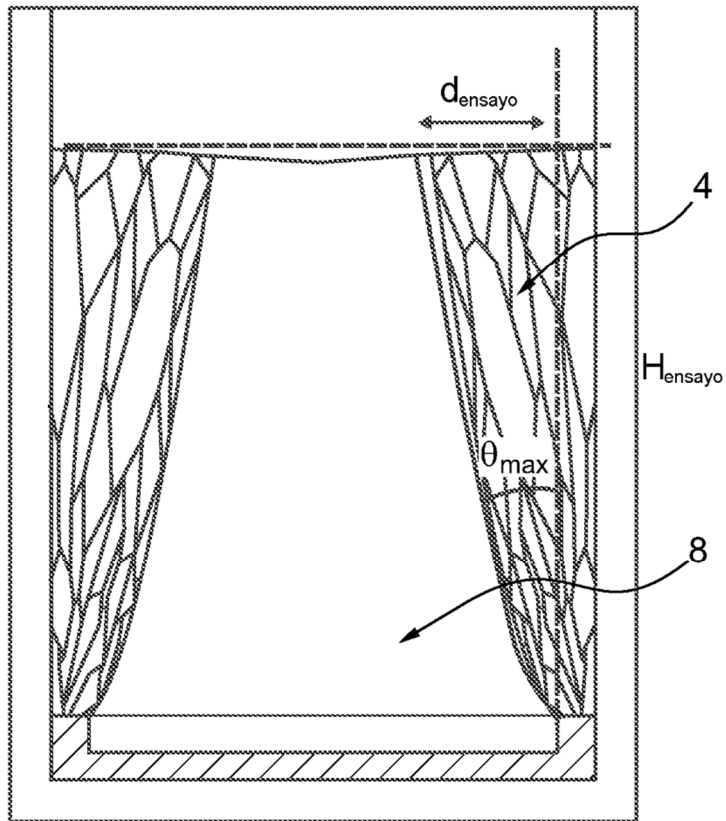


Fig. 3a

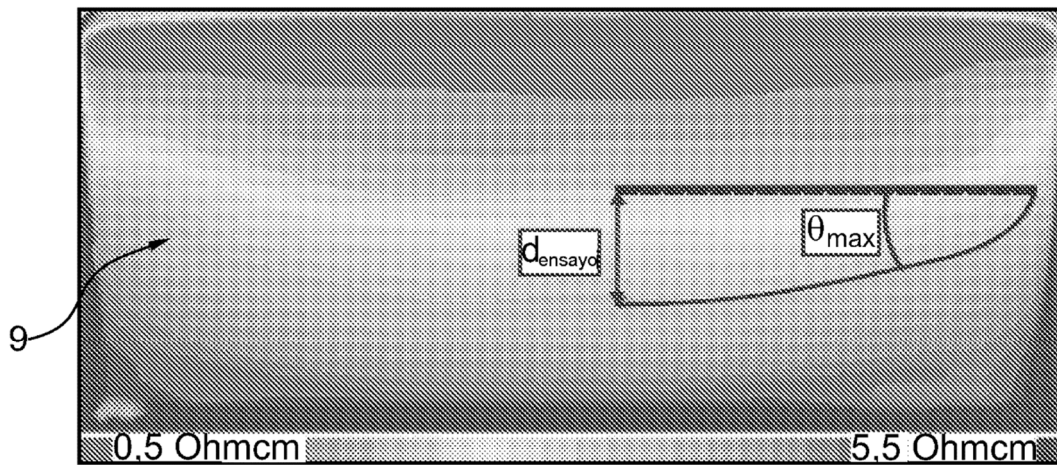


Fig. 3b

Fig. 3

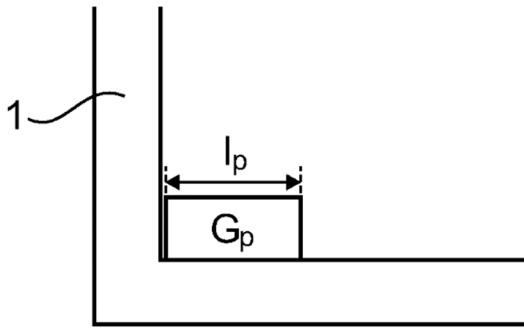


Fig. 4a

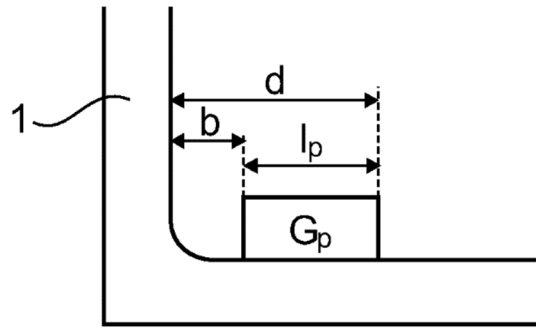


Fig. 4b

Fig. 4

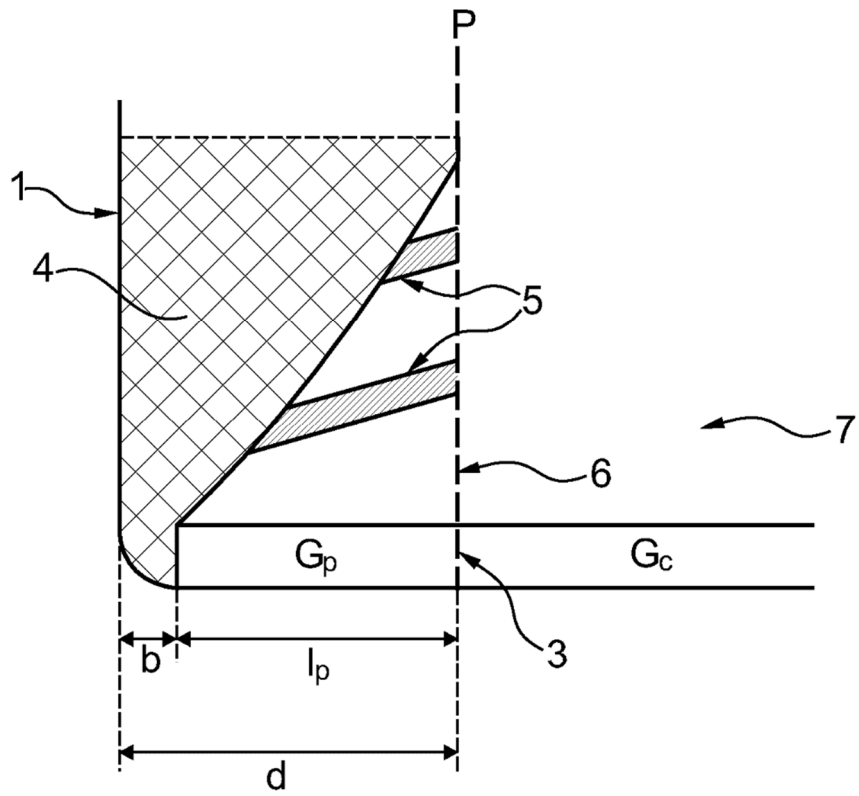


Fig. 5

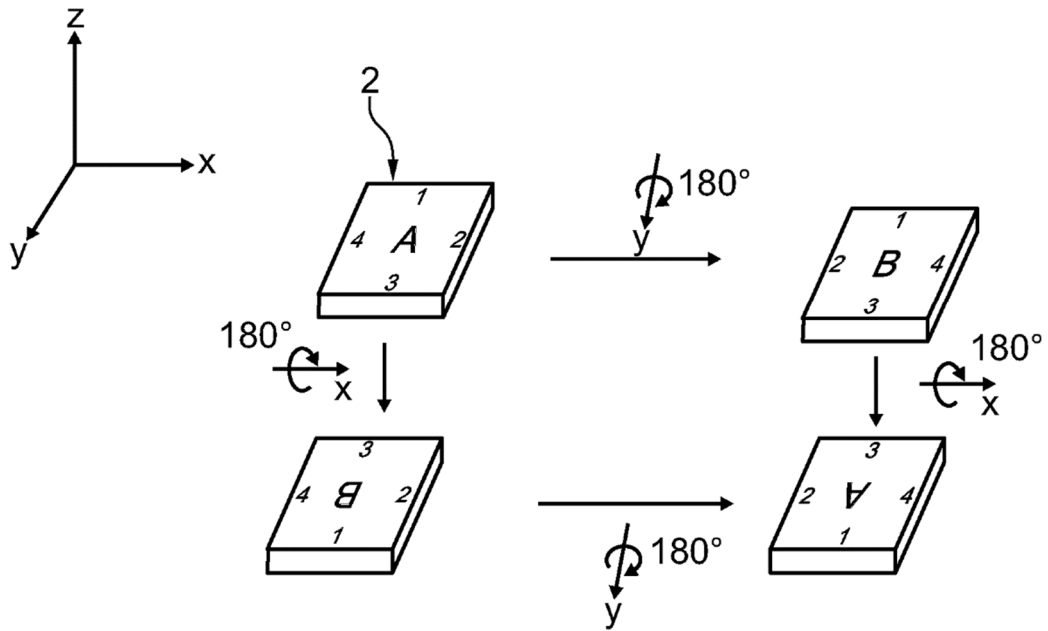


Fig. 6

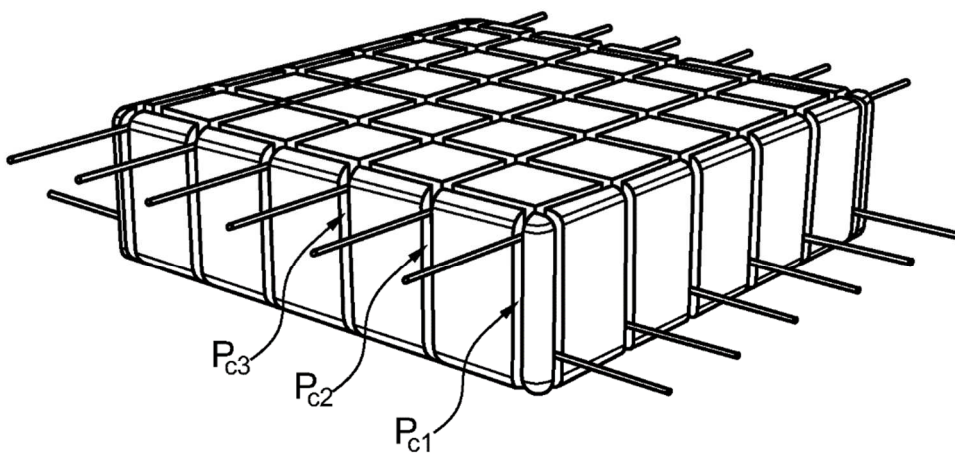


Fig. 7

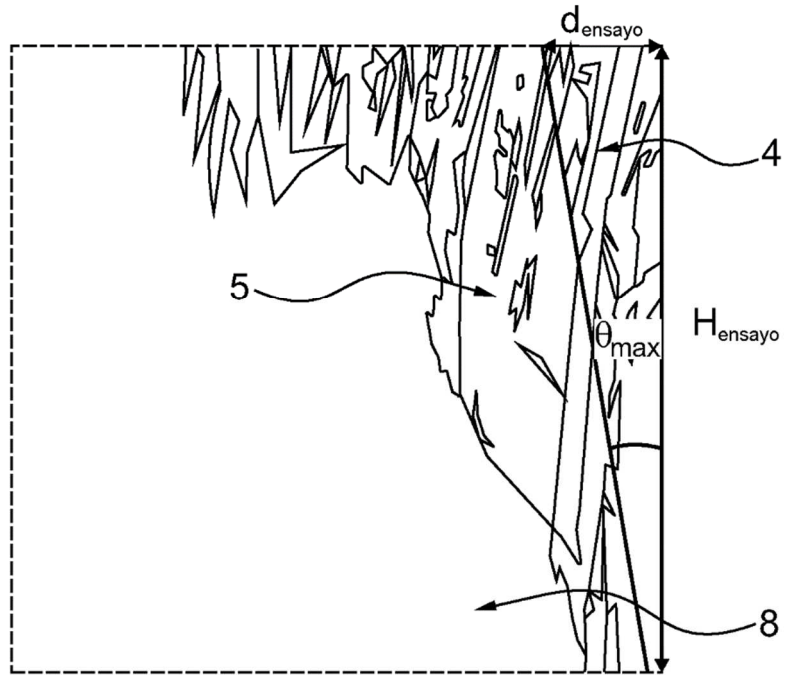


Fig. 8

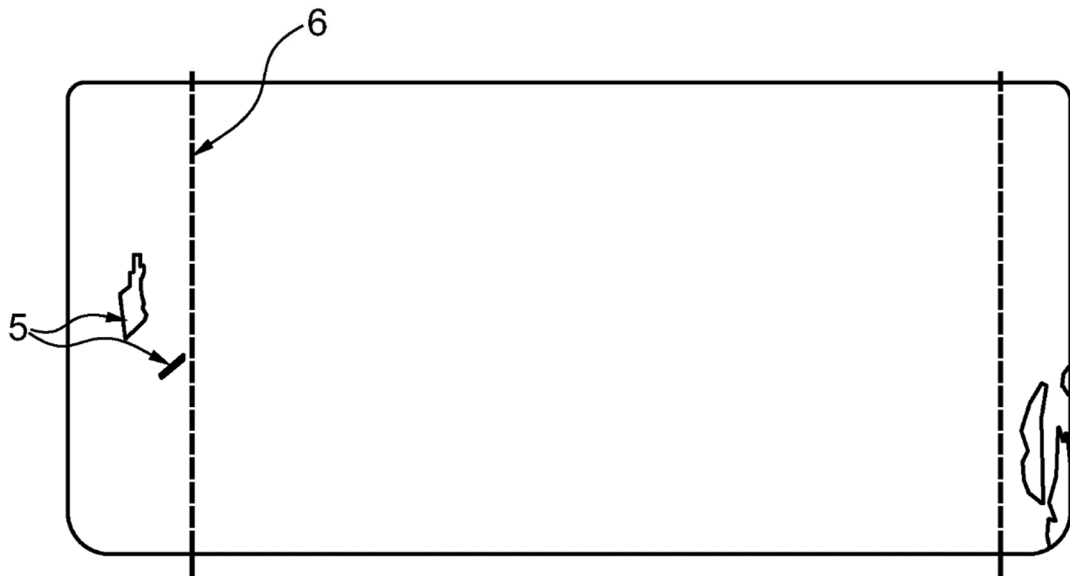


Fig. 9

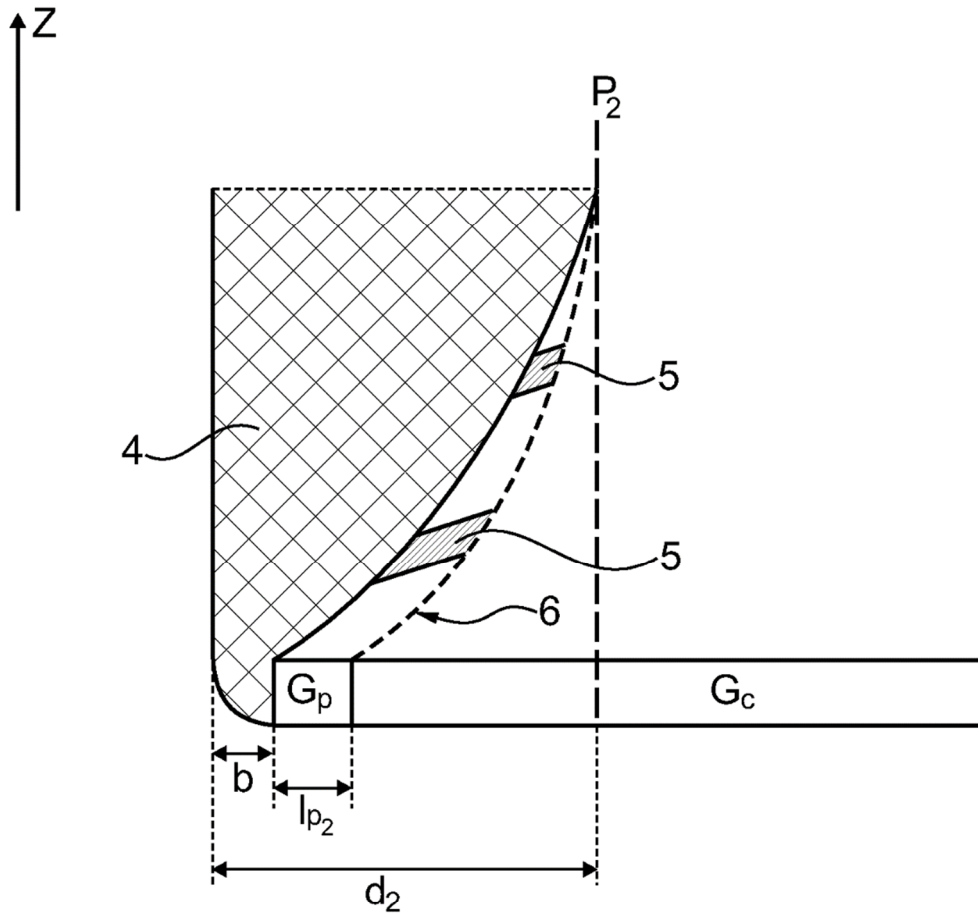


Fig. 10