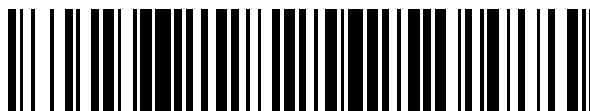


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 204**

51 Int. Cl.:

C30B 11/00 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 35/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.12.2015 PCT/EP2015/078424**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.06.2016 WO16087549**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.12.2015 E 15802172 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2019 EP 3227475**

54 Título: **Crisol reutilizable para la fabricación de material cristalino**

30 Prioridad:

02.12.2014 FR 1461768

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

24.02.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**TESTARD, JOHANN;
CAMEL, DENIS;
RAYMOND, OLIVIER y
THUMMEN, FRÉDÉRIC**

74 Agente/Representante:

POLO FLORES, Carlos

ES 2 744 204 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

Crisol reutilizable para la fabricación de material cristalino

5 Dominio técnico de la invención

La invención se refiere a un crisol para la fabricación de un material cristalino como el silicio, por solidificación y ventajosamente por cristalización dirigida, el cual está dotado de un fondo y de paredes laterales.

10 Estado de la técnica

El silicio utilizado en la industria fotovoltaica es mayoritariamente silicio cristalizado de estructura multicristalina, es decir, granos monocristalinos sin orientación fija los uno respecto de los otros y rodeados por juntas de granos. El crecimiento de este tipo de material se realiza en el interior de un crisol en un horno de cristalización de tipo Bridgman.

15

Para reducir los costes de fabricación del silicio cristalino de calidad fotovoltaica, es interesante mejorar el rendimiento de purificación del silicio metalúrgico y asimismo reducir la cantidad de materia necesaria para la fabricación de una célula solar.

20 De manera clásica, el crisol se realiza con sílice y está recubierto con un revestimiento antiadherente. Los crisoles de sílice no son particularmente ventajosos porque presentan una conductividad térmica débil, lo que limita la agilidad térmica del dispositivo de cristalización.

Para corregir este problema, es preferible sustituir el crisol de sílice por un crisol constituido por materiales refractarios que permitan su reutilización.

25

A modo de ejemplo, los documentos WO 2012/149151, US 6 334 898 y US 2006/0219162 describen crisoles reutilizables de grafito. En los dos casos, se utiliza un revestimiento de superficie específico para reducir las interacciones entre el material fundido y el crisol. Esta disminución de las interacciones entre la carga que hay que cristalizar y el crisol debe permitir mejorar la duración de vida de los crisoles.

30

Sin embargo, en todos los casos, los revestimientos de superficie propuestos no son estancos al aire: presentan así una permeabilidad residual al aire, lo que presenta en concreto dos inconvenientes principales, que conducen a una reducción de la duración de vida y de la seguridad de estos crisoles en su utilización en contacto con el silicio:

35

- La permeabilidad del aire favorece la desoxidación del revestimiento, a la vez por el silicio y por el carbono subyacente. Las especies SiO y O₂ salidas de la reducción del sílice pueden evacuarse por los poros del revestimiento y del crisol mismo, y así reaccionar con el carbono que lo constituye. Esto tiene el efecto de aumentar la velocidad de infiltración del revestimiento por el silicio, ya que esta está controlada por la cinética de desoxidación del revestimiento.

40

- En caso de que el silicio se infiltre a través del revestimiento hasta entrar en contacto con el crisol, incluso muy localmente, la infiltración sigue dentro del mismo crisol que a su vez es permeable. Si el material presenta poros de tamaños elevados (típicamente superiores a 10 mm en el caso de los composites), esta infiltración puede continuar a través de todo el espesor del crisol. Además, en el caso del grafito extruido, el material explota bajo el efecto de la hinchazón de los granos gráfiticos durante su transformación en carburo de silicio.

45

Para remediar estos inconvenientes, se ha propuesto formar una capa estanca al aire en la superficie de un crisol de grafito en la solicitud de patente WO- A-201026344. Esta, de carburo de silicio puede obtenerse por diferentes métodos, en concreto por depósito químico en fase vapor (CVD), o por reacción del silicio líquido con el grafito.

50 Esta solución, aunque está adaptada a los crisoles de fusión con los que el líquido se vierte a continuación en una lingotera para que se solidifique, no se puede utilizar como tal en crisoles destinados a la fusión y a la recristalización del silicio. De hecho, el material de crisol que permite la utilización de esta solución tiene un coeficiente de dilatación térmico más elevado que el del silicio. La diferencia de contracción de los materiales durante el enfriamiento que seguiría a la cristalización del silicio provocaría tensiones que causarían la rotura del crisol y del silicio.

55

Objetivo de la invención

El objetivo de la invención es proporcionar un dispositivo que forme un crisol, en concreto un crisol para la solidificación dirigida reutilizable y que presenta una duración de vida y una seguridad mejoradas respecto de los crisoles actuales al tiempo que preserva la calidad estructural y/o química del material cristalizado, es decir evitando introducir tensiones y/o fisuras en el material y/o contaminarlo.

60

Se pretende alcanzar este objetivo mediante un crisol para la fabricación de un material cristalino por solidificación, y en concreto por cristalización dirigida, como se describe en la reivindicación 1.

5 Esto es posible por la presencia de un sistema de apriete configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales adyacentes si se aplica una tensión umbral sobre los medios de apriete.

Hasta el momento, no se había planteado en los crisoles de cristalización propuestos en la técnica anterior, realizar los crisoles con un material refractario con un coeficiente de dilatación térmica superior al del silicio porque, en ese caso, el material cristalino se ve aprisionado por el crisol durante su enfriamiento para el estado sólido, lo que conduce a una acumulación de tensiones tanto en el silicio como en el crisol, y conduce a la imposibilidad de desmoldar el lingote, o a la rotura del crisol y eventualmente del silicio.

10 El hecho de proponer en el marco de la invención, un sistema de apriete configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales adyacentes si se aplica una tensión umbral sobre los medios de apriete posibilita la utilización de un tal material. Además, en caso de que el material refractario sea grafito o carburo de silicio macizo hace posible asimismo el empleo de una capa impermeable al aire.

En ese caso, el material grafito utilizado para formar al menos una parte de las paredes del crisol se elige de manera ventajosa para presentar un coeficiente de dilatación térmica ventajosamente del orden del del material que constituye la capa impermeable al aire. Con el silicio como material cristalino y el SiC para la capa impermeable al aire, esto supone que sea superior al del silicio.

La invención también tiene por objeto proponer un procedimiento de fabricación del crisol.

25 Se pretende alcanzar este objetivo mediante un procedimiento que comprende:

- Proporcionar al menos dos paredes laterales formadas al menos parcialmente por un material refractario con un coeficiente de dilatación térmica medio, en un rango de temperatura comprendido entre la temperatura ambiente y la temperatura de fusión del material cristalino, superior o igual al coeficiente de dilatación térmica de dicho material cristalino en dicho rango de temperatura;
- Ensamblar las paredes laterales, con las al menos dos paredes laterales adyacentes conectadas mediante el sistema de apriete, el sistema de apriete está configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales adyacentes si se aplica una tensión umbral sobre los medios de apriete;
- Ensamblar el fondo a las paredes laterales.

30 La invención también tiene por objeto proporcionar un procedimiento de cristalización mediante dicho crisol de un lingote de silicio, como se define en la reivindicación 13.

Descripción resumida de los dibujos

40 Otras ventajas y características se verán más claramente a partir de la descripción que se dará posteriormente de las realizaciones particulares de la invención proporcionadas a título de ejemplos no limitantes y representados en los dibujos adjuntos, en los que:

- 45 - la figura 1 representa una vista esquemática, en corte transversal, de un crisol que comporta un núcleo, según la invención;
- las figuras 2 y 3 representan de manera esquemática, en una vista superior dos modos de realización de un crisol con una disposición particular de las paredes laterales;
- las figuras 4 a 6 representan de manera esquemática, en una vista superior los desplazamientos de las paredes laterales en un crisol;
- la figura 7 representa, de manera esquemática, en una vista cortada, un sistema de apriete formado por un tornillo, una tuerca y un elemento compresible;
- la figura 8 representa, de manera esquemática, en una vista cortada, un crisol relleno por un lingote que se apoya sobre las paredes laterales.

55 Descripción de los modos de realización de preferidos de la invención

Como se ilustra en la figura 1, el dispositivo que forma el crisol 1, en adelante denominado crisol, comporta un fondo 2 y paredes laterales 3. El crisol 1 tiene cualquier forma. A modo de ejemplo, la sección, es decir la forma dibujada por el fondo 2 del crisol puede ser cuadrada, rectangular o poligonal o circular. Ventajosamente, las paredes laterales 3 están formadas por placas que son ventajosamente planas.

ES 2 744 204 T3

En el caso de un crisol, por ejemplo, de sección cuadrada o rectangular, el crisol 1 comporta varias paredes laterales 3 unidas de dos en dos de manera que delimitan, con el fondo 2, el espacio interior del crisol está destinado a recibir el material cristalino durante la fusión y la solidificación por cristalización dirigida. En el caso de un crisol de sección cilíndrica, por ejemplo cilíndrica de revolución, el crisol 1 comporta al menos dos paredes laterales 3 que se extienden
5 siguiendo la periferia del fondo de manera que delimite, con el fondo 2 el espacio interior del crisol. Las paredes laterales 3 son perpendiculares al fondo 2 del crisol 1 o sensiblemente perpendiculares al fondo 2.

El fondo 2 y las paredes laterales 3 del crisol 1 forman una superficie interna estanca al material fundido.

10 El crisol 1 está realizado con un material refractario, resistente a las fuertes temperaturas sufridas durante las fases de fusión y de solidificación del material que hay que fundir y después solidificar. El material refractario se elige, en particular, entre el grafito, el carburo de silicio y el nitruro de boro.

A modo de ejemplo, se genera un primer gradiente térmico en el crisol 1 de manera que se funda el material que hay
15 que solidificar. En el crisol 1 se genera un segundo gradiente térmico de manera que solidifica el material que está en estado fundido.

De manera ventajosa, para presentar una buena agilidad térmica, el crisol puede estar al menos parcialmente formado de grafito. El crisol comporta así un fondo 2 y paredes laterales 3 formadas al menos parcialmente de grafito. De
20 manera más ventajosa, el fondo y las paredes laterales 3 son de grafito.

El crisol 1 comporta asimismo un sistema de apriete 4 configurado para mantener juntas al menos dos paredes laterales adyacentes del crisol 1.

25 El sistema de apriete 4 puede asimismo utilizarse para solidarizar las paredes laterales con el fondo del crisol 1. En un modo de realización particular, el fondo no está solidarizado con las paredes laterales. El fondo soporta las paredes laterales.

Como se ilustra en las figuras 2 y 3, el sistema de apriete 4 está configurado para mantener en contacto las paredes
30 laterales 3 durante la fase de fusión de la carga que hay que cristalizar. El sistema de apriete 4 está configurado asimismo para mantener en contacto las paredes laterales 3 durante la fase de cristalización o durante una parte de la fase de cristalización.

El sistema de apriete 4 está configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales 3 adyacentes si se
35 aplica una tensión umbral sobre los medios de apriete. Esta tensión umbral puede aparecer durante la fase de solidificación cuando el material que forma el crisol presenta un coeficiente de dilatación térmica medio superior al coeficiente de dilatación térmica medio de dicho material cristalino en fase de solidificación. Es particularmente ventajoso comparar los coeficientes de dilatación térmica medios en el rango de temperatura que va de la temperatura ambiente a la temperatura de fusión del material cristalino.

40 La presión ejercida por el material fundido es baja. La presión ejercida por el material fundido está relacionada con la altura de material que hay que cristalizar en el crisol. Al principio de la cristalización, la diferencia de coeficiente de dilatación no genera una tensión importante porque las dimensiones de la fase sólida están definidas por las dimensiones del crisol. Esta tensión aumenta a medida que se produce el enfriamiento.

45 Como el crisol no es monolítico, incluso aunque la puesta en contacto de las paredes laterales 3 no sea perfecta, se puede obtener la estanqueidad al material fundido. En particular, el experto en la materia deberá prestar atención a no humedecer con un líquido las dos caras enfrentadas. En caso de que aparezcan resquicios finos entre dos paredes adyacentes, si la anchura del resquicio es suficientemente baja, la resistencia capilar se opone a la penetración del
50 material fundido en el resquicio. De este modo, la resistencia capilar se opone a la salida del material fundido fuera del crisol 1.

El valor del juego aceptable entre dos placas laterales 3 adyacentes puede determinarse mediante el ángulo de humectación entre el material fundido y el material que forma el revestimiento de superficie interna del crisol 1. El valor
55 del juego aceptable entre dos placas laterales 3 consecutivas está determinado asimismo mediante la presión hidrostática aplicada por el material fundido y que corresponde a la altura de material fundido en el crisol 1.

Es particularmente ventajoso formar un revestimiento 5 con propiedades antihumectantes en las zonas de contacto entre dos paredes laterales 3 adyacentes, para limitar los riesgos de fuga de material fundido. El material
60 antihumectante aumenta el ángulo de humectación entre el material fundido y el revestimiento 5 lo que va a reducir los riesgos de fuga.

A modo de ejemplo, para una altura de silicio líquido igual a 30 cm en un crisol 1 dotado de un revestimiento a base de Si_3N_4 oxidado, se puede aceptar un resquicio con una anchura inferior o igual a 100 mm.

Lo que acaba de explicarse para dos paredes laterales 3 adyacentes también puede aplicarse para la zona de contacto 5 entre una pared lateral 3 y el fondo 2.

El revestimiento 5 también puede presentar propiedades antiadherentes. En ese caso el revestimiento 5 se deposita preferentemente sobre todas las caras del crisol que están en contacto con el material que se va a cristalizar. Esta especificidad permite evitar un pegado del material solidificado con el crisol.

10

La capa antiadherente es ventajosamente una capa porosa que está poco o nada infiltrada por el material cristalino por ejemplo por el silicio (en concreto en el estado fundido) de manera que el silicio solidificado presenta una baja adhesión con la capa antiadherente.

15 A modo de ejemplo, una capa antiadherente constituida por un polvo de nitruro oxidado con un espesor comprendido entre 50 mm y 1000 mm ha dado buenos resultados experimentales.

Según los modos de realización, el revestimiento 5 puede estar formado por una capa con propiedades de antiadherencia y/o por una capa con propiedades antihumectantes. Se puede realizar un apilamiento de estas capas.

20 También es posible depositar una capa que comporte las dos propiedades.

En un modo de realización particular, los diferentes materiales que permiten formar un revestimiento 5 con propiedades antihumectantes y de antiadherencia se depositan simultáneamente sobre los diferentes elementos que forman el crisol antes de ensamblar el crisol.

25

Asimismo es posible depositar una capa adicional de revestimiento localmente a la altura de las juntas entre los elementos, en el interior del crisol, después de su ensamblaje.

30 La calidad de antiadherencia de una capa antiadherente puede analizarse por el depósito de una gota de silicio sobre la capa antiadherente y con el estudio de la variación de su volumen en el tiempo. Cuanto más importante sea la variación de volumen de la gota de silicio más se introduce el silicio en la capa antiadherente. De ahí resulta que cuanto más importante sea la variación de volumen menos buenas son las cualidades de antiadherencia de la capa estudiada. De manera clásica, la capa antiadherente estudiada se deposita sobre una capa del material que forma el crisol 1 para acercarse al máximo a las condiciones reales de uso.

35

En un modo particular de realización ilustrado en la figura 1, el fondo 2 y/o las paredes laterales 3 del crisol 1 están parcialmente o completamente recubiertas del revestimiento 5.

40 Además, en concreto en el caso de un crisol de grafito, las paredes internas del crisol están en general recubiertas previamente de una capa impermeable 5a a los gases y preferentemente a los gases presentes en el crisol 1 durante la fase de fusión/solidificación, de preferencia impermeable al aire. La capa impermeable recubre entonces al menos una parte interna del crisol 1.

45 La utilización de una capa impermeable a los gases permite efectivamente reducir la desoxidación del revestimiento 5 en concreto mediante silicio y/o mediante carbono que puede estar presente en la carga que hay que cristalizar. Es particularmente ventajoso disponer esta capa impermeable entre la pared del crisol 1 y la capa antiadherente. En un modo de realización preferido, la capa impermeable es impermeable al aire y es a base de carburo de silicio.

50 Los revestimientos a base de nitruro de silicio y/o de óxido de silicio no son efectivos en lo que respecta a la impermeabilidad al aire. Para aumentar la duración de vida del crisol 1 es por tanto particularmente ventajoso disponer entre la pared del crisol 1 y la capa antiadherente 5 una capa impermeable 5a en un material más adaptado.

55 En el caso de una carga a base de silicio en el interior de un crisol de grafito, los inventores han descubierto que el carácter estanco de la capa impermeable 5a impide la evacuación de las especies SiO y O_2 que provienen de la reducción del sílice. De esta manera, las especies SiO y O_2 ya no pueden evacuarse por los poros del crisol 1 y reaccionar con el grafito que constituye el crisol 1, lo que limita la desoxidación de la capa antiadherente, que conduciría a la pérdida de sus características de antiadherencia. La utilización de una capa impermeable a los gases reduce así el riesgo de contacto entre el material fundido y el crisol, y de pegado del material cristalizado al crisol 1, para una mejor resistencia del crisol 1 en el tiempo.

60

Un ejemplo de aplicación de un revestimiento a base de SiC se describe en el documento WO 2010/026344.

En ausencia de capa impermeable, una vez que el material líquido (aquí el silicio) se filtra en el crisol 1, por ejemplo a través de la capa antiadherente, es posible formar carburo de silicio. Esta transformación del crisol a base de grafito puede conducir a un estallido del material durante la fase de enfriamiento.

- 5 Es particularmente ventajoso formar una capa impermeable de carburo de silicio (SiC) en un crisol de grafito, porque la capa de revestimiento impermeable presenta una muy buena adherencia y una buena cobertura con el material que forma el crisol 1. Para un crisol de grafito, la capa de SiC puede formarse mediante técnicas diferentes, por ejemplo mediante un depósito químico en fase vapor o por reacción del silicio líquido con el grafito.
- 10 La capa impermeable está formada ventajosamente por una capa superficial de SiC sobre el crisol 1 antes de formar las capas antiadherentes/antihumectantes. La capa de SiC presenta la ventaja de ser un material impermeable a los gases y en concreto al aire. Un revestimiento a base de SiC es particularmente interesante porque muestra una resistencia importante hasta una temperatura sensiblemente igual a 1550 °C.
- 15 La utilización de una capa de SiC da mejores resultados de lo que se describe en el documento US 2006/0219162. El documento US 2006/0219162 divulga un crisol de grafito que está formado por varios elementos que están ensamblados juntos mecánicamente. El revestimiento interior del crisol está realizado mediante una triple capa de $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ recocida con aire a 600 °C o con gas neutro a 1500 °C.
- 20 El documento WO 2012/149151 divulga un crisol monobloque de grafito dotado de un revestimiento interior a base de una mezcla de polvo de SiO_2 y Si_3N_4 .

Para un crisol de grafito, una manera de saber si una capa puede considerarse como permeable o impermeable al aire es aplicarle un tratamiento térmico de 4 horas a 1100 °C con aire.

- 25 La capa se considera impermeable si la pérdida de peso es inferior a $10^{-3}\text{g}/\text{cm}^2$ de superficie recubierta. La capa estudiada recubre un sustrato de grafito.

- 30 Durante un tal recocido, si el material que recubre las paredes del crisol no es impermeable, se quema una parte del crisol y en concreto el grafito. Entonces se produce un consumo del crisol, lo que se traduce por una disminución de la masa del crisol.

En cambio, si se utiliza una capa impermeable de SiC, se observa un aumento de la masa a causa de la oxidación superficial de la capa de SiC.

- 35 Así, para aumentar la duración de vida del crisol, es particularmente interesante depositar un revestimiento que comporta una capa de SiC sobre un material con un coeficiente de dilatación térmica igual o sensiblemente igual al del carburo de silicio. Es particularmente ventajoso comparar los coeficientes de dilatación térmica medios, es decir, el valor medio de los coeficientes de dilatación térmica sobre un rango de temperatura predefinida. De una manera más general, es interesante aumentar la duración de vida de la capa impermeable ajustando el coeficiente de dilatación térmica del revestimiento impermeable al del material que forma el crisol recubierto por esta capa. El rango de temperatura es ventajosamente el definido anteriormente. A modo de ejemplo, es ventajoso comparar los coeficientes de dilatación térmica medios en un rango de temperatura comprendido entre la temperatura ambiente y la temperatura de fusión del material que se va a solidificar. Sin embargo, también es posible tomar otro rango de temperatura. Por
- 40 temperatura ambiente se entiende una temperatura igual o sensiblemente igual a 20 °C.
- 45

Así, de preferencia, al menos una parte del crisol está recubierta por la capa impermeable. Ventajosamente, al menos las paredes laterales están recubiertas por la capa impermeable.

- 50 La capa impermeable recubre ventajosamente el fondo 2 y las paredes laterales 3 internas del crisol, es decir, todas las caras que estarán en contacto con el material que se va a cristalizar. El espesor de la capa impermeable está comprendido ventajosamente entre 50 mm y 200 mm para evitar la infiltración del material fundido en el crisol 1 y/o el paso de los gases.
- 55 De esta forma, además de sus propiedades antiadherentes ya comentadas, el revestimiento de superficie 5 permite proteger el crisol 1 contra una infiltración del material fundido lo que permite garantizar la resistencia a lo largo del tiempo del crisol.

- 60 Para acercarse al coeficiente de dilatación térmica del revestimiento de SiC o base de SiC, es particularmente interesante formar un crisol de grafito que presente un coeficiente de dilatación superior al del silicio. Esta configuración permite limitar las tensiones entre el material del crisol y el material de la capa impermeable al aire.

A modo de ejemplo, puede formarse un grafito con un coeficiente de dilatación térmica superior al del silicio y ventajosamente sensiblemente igual al del carburo de silicio por extrusión para obtener grafito extruido o por vibrocompactación para obtener grafito vibrocompactado. Un grafito isostático también permite tener un coeficiente de dilatación térmico superior al del silicio y ventajosamente sensiblemente igual al del carburo de silicio. El grafito isostático puede formarse mediante cualquier procedimiento adaptado.

De manera preferente, la capa a base de SiC está realizada sobre un crisol formado en un material que presenta una porosidad fina para obtener un buen agarre al crisol 1. A modo de ejemplo, un tamaño mediano de poros de unos cuantos micrómetros ha dado buenos resultados, típicamente para un tamaño medio de poros comprendido entre 1 y 10 mm.

La capa superficial de SiC presenta una mayor resistencia en los elementos de grafito isostático lo que le confiere una duración de vida importante y permite utilizar varias veces el crisol. Así, el crisol está protegido y dura más tiempo que los crisoles de la técnica anterior.

En una variante de realización, la capa de SiC puede asociarse a una capa de nitruro de silicio que está ventajosamente oxidada en la superficie de contacto con la futura carga de manera que forma un revestimiento antihumectante.

En un modo de realización particular, es interesante formar al menos una pared lateral del crisol con un material que tenga un coeficiente de dilatación térmica superior al del silicio y ventajosamente sensiblemente igual al de la capa de carburo de silicio. Ventajosamente, todas las paredes laterales están formadas con este material. De manera preferente, las paredes laterales del crisol están constituidas por el material refractario.

En un modo de realización preferente, el fondo también está realizado con un material que presenta un coeficiente de dilatación térmica superior al del silicio y ventajosamente sensiblemente igual al de la capa de carburo de silicio para limitar las tensiones mecánicas durante los ciclos térmicos.

Así, para el caso de una capa impermeable de carburo de silicio, el material del crisol, por ejemplo, el grafito, tiene ventajosamente un coeficiente de dilatación medio, en el rango 0 °C y 1000 °C, superior a $4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ e inferior a $8,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ y aún más ventajosamente entre $4,4 \times 10^{-6}$ y $5,4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. A modo de ejemplo, puede tratarse de un grafito de grado 2020 o 2320 comercializado por la sociedad MERSEN.

En un modo de realización particular, el crisol 1 está realizado con grafito isostático, preferentemente con grafito isostático de granos finos, como el grado 2320 comercializado por la sociedad MERSEN. Este grado está particularmente adaptado al depósito de una capa estanca de SiC y en concreto por un depósito de tipo depósito químico en fase vapor (CVD). De manera ventajosa, el grafito utilizado presenta una masa volúmica del orden de $1,82 \text{ g/cm}^3$. Presenta asimismo una porosidad del orden del 10 % y un tamaño de grano igual a 13 mm. Para este tipo de material, el coeficiente de dilatación térmica medio entre 0 °C y 1000 °C es del orden de $4,8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.

Asimismo es posible utilizar el grado 2020 de grafito comercializado por la sociedad MERSEN. Este grado está particularmente adaptado al depósito de una capa estanca de SiC y en concreto por infiltración reactiva. De manera ventajosa, el grafito utilizado presenta una masa volúmica del orden de $1,77 \text{ g/cm}^3$. Presenta igualmente una porosidad del orden del 15 % y un tamaño de grano igual a 15 m. Par este tipo de material, el coeficiente de dilatación térmica medio en 0 °C y 1000 °C es igual a $4,2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. El tamaño medio de los poros se ha medido entre 1 y 3 m (medición por porosimetría de mercurio).

El sistema de apriete 4 está configurado para separar al menos una pared lateral 3 cuando la tensión ejercida sobre esta pared sea superior a un valor umbral. Así, siempre que la presión ejercida por el lingote sobre la pared lateral sea inferior al valor umbral, las dos paredes laterales 3 están en contacto para formar un crisol estanco. Cuando se alcanza el valor umbral, la pared lateral se desplaza. La pared que se desplaza no está fija respecto del fondo 2. La pared lateral 3 por tanto está montada móvil, pero solo se desplaza si la tensión aplicada es superior al valor umbral. El crisol 1 ya no es estanco, pero al menos el fondo 2 del crisol 1 está recubierto por el material cristalizado.

La utilización de un tal sistema de apriete 4 permite controlar la presión ejercida sobre las caras que están en contacto para garantizar la estanqueidad durante la fase de fusión. El sistema de apriete 4 permite asimismo limitar la tensión generada sobre el lingote 9 en proceso de cristalización cuando el coeficiente de dilatación térmica del material solidificado es inferior al coeficiente de dilatación térmica del material que forma al menos una parte del crisol 1.

En un modo de realización particular, el sistema de apriete 4 está configurado de manera que la tensión de compresión ejercida por las paredes laterales 3 del crisol 1 sobre el lingote sea inferior a 1 MPa lo que es inferior a las tensiones de origen termomecánico generalmente engendradas en los lingotes por los gradientes de temperatura presentes

durante el enfriamiento. De manera particularmente ventajosa, el sistema de apriete 4 está configurado para que la tensión de compresión ejercida por las paredes laterales 3 del crisol sobre el lingote sea inferior a 0,2 MPa.

Al inicio de la solidificación, las dimensiones del lingote vienen impuestas por las dimensiones del crisol 1. A medida que baja la temperatura, las dimensiones del crisol 1 disminuyen y lo mismo ocurre con la porción del material que se solidifica. Sin embargo, la parte ya solidificada ve cómo evolucionan sus dimensiones en función de su coeficiente de dilatación o en función de las tensiones aplicadas por el crisol 1. Si el crisol se contrae más rápidamente que el lingote, el descenso de temperatura se traduce por un aumento de las tensiones ejercidas entre el lingote y el crisol 1. El sistema de apriete 4 permite definir una tensión máxima que no se sobrepasará porque el crisol 1 comenzará a abrirse.

En otro modo de realización, la pared lateral 3 está conectada a las otras dos paredes laterales 3 mediante un sistema de apriete 4 de manera que la tensión se reduzca en toda la pared lateral que está montada de forma móvil y no solamente sobre una parte de la pared lateral. De esta forma, los riesgos de debilitamiento del crisol se reducen. En este modo de realización, la tensión puede reducirse en una dirección del crisol y del lingote materializado por la perpendicular a la pared móvil del crisol, lo que corresponde sensiblemente al eje de desplazamiento de la pared lateral respecto a las dos paredes laterales adyacentes.

En una variante de realización ilustrada en la figura 4, las dos paredes laterales 3 opuestas están montadas de forma móvil lo que permite reducir las tensiones en el eje de desplazamiento de las paredes laterales 3 reduciendo el desplazamiento del lingote sobre el fondo 2 del crisol lo que permite garantizar la calidad cristalográfica del lingote.

En otro modo de realización, dos paredes laterales 3 no opuestas están asociadas a las otras paredes laterales 3 mediante el sistema de apriete 4. En este modo de realización, las tensiones aplicadas pueden liberarse en dos ejes diferentes.

En un modo de realización particularmente ventajoso ilustrado en las figuras 5 y 6, todas las paredes laterales 3 están montadas de forma móvil, lo que permite limitar al máximo las tensiones en el lingote y limitar el desplazamiento del lingote respecto del fondo 2 del crisol. Cada pared lateral 3 está ventajosamente conectada a la pared lateral 3 adyacente mediante un sistema de apriete 4.

El sistema de apriete 4 está formado con materiales que conservan sus características mecánicas en todo el rango de temperatura utilizado por el crisol, es decir, desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de fusión del material que se va a cristalizar. A modo de ejemplo, para el silicio, el sistema de apriete 4 soporta temperaturas superiores o iguales a 1410 °C.

En un modo de realización que puede combinarse con los modos de realización anteriores, el desplazamiento procurado por el sistema de apriete 4 es continuo y progresivo a medida que se produce el enfriamiento de manera que se tiene en cuenta la diferencia dimensional que existe entre el crisol 1 y el lingote.

De manera ventajosa, el sistema de apriete 4 comporta un elemento deformable 6 que se va a deformar, de preferencia a comprimirse, para soportar una parte de las tensiones presentes en el crisol. Es posible utilizar un elemento deformable elásticamente o plásticamente. Es preferible utilizar un elemento deformable 6 elásticamente porque puede reutilizarse varias veces mientras que el elemento deformable plásticamente es más difícil de reutilizar.

En un modo de realización particularmente ventajoso, el elemento deformable 6 es un elemento formado por un material compresible refractario que puede deformarse durante la fase de fabricación de un lingote y/o que presenta una forma que autoriza su compresión durante la aplicación de la tensión umbral de tracción, por ejemplo en forma de resorte. Entre los materiales compresibles refractarios, se pueden citar los materiales refractarios metálicos, cerámicos, de carbono, por ejemplo un grafito flexible, y los compuestos carbono-carbono.

De manera ventajosa, el elemento deformable de grafito flexible tiene una compresibilidad máxima comprendida entre el 42 % y el 52 %. En un modo de realización particular, tras el apriete, el elemento deformable tiene un índice de compresión comprendido entre el 10 % y el 30 %, es decir, que la variación de volumen respecto del estado no forzado está comprendido entre el 10 % y el 30 %. La débil compresión aplicada sobre el elemento deformable en estado inicial permite garantizar una buena resistencia mecánica del crisol y evitar fugas cuando la carga está en estado fundido.

En la medida en que el elemento deformable presenta un margen de compresibilidad importante, durante la fase de enfriamiento, el elemento deformable puede comprimirse más para absorber las tensiones (o desplazamientos) provenientes de la diferencia de coeficiente de dilatación térmica entre el material que forma el crisol 1 y el material que forma la carga que se va a cristalizar.

El elemento deformable puede ser una arandela compresible, por ejemplo una lámina de grafito flexible, que puede comprimirse fácilmente. En una variante también es posible prever un resorte de carbono o de otro material apto para resistir al ciclo térmico aplicado. Es particularmente ventajoso utilizar una arandela de grafito flexible compresible porque presenta un bajo riesgo de fallo.

5

En una variante de realización, el sistema de apriete 4 comporta un resorte configurado para alejar las paredes laterales 3 y el resorte se mantiene comprimido mediante un bloqueador. También es posible fijar directamente las paredes laterales 3 mediante el bloqueador. De este modo, a medida que la temperatura disminuye, la tensión aumenta hasta alcanzar el valor umbral que genera la deformación del bloqueador autorizando un desplazamiento de la pared lateral.

10

En otra variante de realización, las paredes laterales están estructuradas de manera que se imbrican a la fuerza la una con la otra, por ejemplo con una estructura en forma de peine.

15 En una variante de realización, el desplazamiento de la pared lateral se hace una sola vez desde que se alcanza la tensión umbral, de forma instantánea. Como se ha dicho anteriormente, el sistema de apriete 4 puede comportar un resorte asociado a un bloqueador. Cuando se alcanza la tensión umbral, y el bloqueador cede, lo que libera la pared lateral que puede desplazarse. A modo de ejemplo, se puede utilizar un clip de sujeción de carbono que trabaja en flexión o un cantiléver sencillo o doble.

20

El sistema de apriete 4, puede realizarse mediante cualquier medio adaptado. Preferentemente, el sistema de apriete 4 comporta medios de fijación de carbono, por ejemplo de carbono, de grafito o de carbono compuesto. Los medios de fijación pueden ser un tornillo y una tuerca u otro sistema de acoplamiento que comporta un elemento macho y un elemento hembra o una pieza única que solidariza dos paredes laterales. La figura 7 ilustra un modo de realización con una arandela compresible mantenida en compresión mediante un tornillo 7 que se clava en dos paredes laterales para cooperar con una tuerca 8 alojada en un orificio de fijación. Las posiciones de la cabeza de los tornillos y de la tuerca también pueden invertirse. También es posible colocar el material compresible en el orificio de fijación. En un modo de realización particular, el sistema de apriete 4 comporta un tornillo, una tuerca y una arandela 6 de grafito flexible que forma el elemento deformable, la arandela está configurada para comprimirse cuando la tensión umbral de tracción se aplica entre el tornillo 7 y la tuerca 8.

25

30

El sistema de apriete 4 puede prever también que el tornillo se inserte en una de las paredes adyacentes que comporta un roscado interior. Inversamente, una de las paredes puede comportar una porción roscada en saliente que coopere con una tuerca para solidarizar otra pared lateral.

35

Cada placa comporta dos caras principales opuestas (una cara interna y una cara externa) y dos caras secundarias opuestas. En un modo de realización ilustrado en la figura 2, la sección del crisol es un cuadrilátero y hay dos paredes laterales 3a opuestas separadas por las otras dos paredes laterales 3b. Dos caras exteriores opuestas del crisol están formadas por dos caras principales externas de dos primeras placas. Las otras dos caras exteriores están formadas por dos caras principales externas de dos segundas placas prolongadas por las caras secundarias de las dos primeras placas.

40

En esta configuración, cada sistema de apriete 4 está ventajosamente configurado para autorizar un desplazamiento de las placas según dos ejes diferentes.

45

En otra configuración ilustrada en la figura 3, una cara secundaria de una primera placa se apoya sobre una cara principal interna de una segunda placa adyacente. La cara secundaria de esta segunda placa se apoya sobre la cara principal interna de la primera placa opuesta. La cara secundaria de esta primera placa opuesta se apoya contra la cara principal interna de la segunda placa opuesta. La cara secundaria de esta segunda cara opuesta se apoya contra la cara principal interna de la primera placa para cerrar el crisol.

50

Este modo de realización particular es particularmente ventajoso porque permite el desplazamiento de las paredes laterales 3 según los dos ejes, disponiendo los sistemas de apriete 4 de manera que atraviesen las dos caras principales de una pared para insertarse en la cara secundaria de la pared adyacente. Esta configuración puede utilizarse con un sistema de apriete 4 que trabaje en un solo eje o con un sistema de apriete 4 que autorice un desplazamiento en dos ejes diferentes.

55

En un modo de realización particular, las paredes laterales 3 se apoyan sobre el fondo 2 del crisol. En otra configuración, las paredes laterales 3 están separadas por el fondo 2 del crisol.

60

En un modo de realización particular, el crisol está realizado con un grado de grafito 2320 comercializado por la sociedad MERSEN. Este grado de grafito presenta una diferencia de dilatación con el silicio igual al 0,18 % entre la

temperatura ambiente y la temperatura de fusión del silicio. Así, para un crisol de tipo G1 con una dimensión lateral igual a 200 mm, el desplazamiento de cada pared lateral entre la posición no forzada y la posición forzada es igual a 180 mm durante la solidificación del silicio. En otras palabras, para reducir las tensiones entre el crisol y el lingote, las dos paredes laterales 3 opuestas deben desplazarse 180 mm para tener en cuenta la retracción más fuerte del crisol
5 durante el enfriamiento. Para un crisol de tipo G5 con una dimensión lateral igual a 800 mm, el desplazamiento que hay que prever es de aproximadamente 0,7 mm.

Para este tipo de crisol, el elemento deformable puede ser una hoja o un apilamiento de hojas de grafito con un espesor por ejemplo igual a 2 mm. En un modo de realización particular, es ventajoso utilizar grafito expandido comprimido
10 para realizar el elemento deformable. A modo de ejemplo, se puede utilizar un grafito expandido comprimido de tipo Papyex® comercializado por Mersen.

Ventajosamente, para la formación de un crisol con una sección cuadrada o rectangular, cuatro placas forman las paredes laterales 3 y una quinta placa forma el fondo 2 del crisol. Puede ser preferible utilizar una sexta placa para
15 formar la cima del crisol, es decir, una tapadera. En un modo de realización particular, la tapadera comporta un orificio pasante que puede autorizar el paso de una caña de soplado. La caña de soplado permite la inyección de un gas en la superficie de la carga o en la carga.

A modo de ejemplo, el fondo 2 puede estar formado por una placa de sección cuadrada con las siguientes
20 dimensiones: 240*240 mm². El espesor de la placa es ventajosamente igual a 20 mm. Se pueden utilizar dimensiones similares para formar la tapadera del crisol. El orificio para la caña de soplado puede tener un diámetro igual a 40 mm.

Las cuatro placas que forman las paredes laterales 3 tienen las siguientes dimensiones 300*220 mm². El espesor de las placas es ventajosamente igual a 20 mm. Estas placas permiten obtener un lingote que tenga sensiblemente las
25 siguientes dimensiones 200*200*150 mm³.

Si el sistema de fijación se realiza mediante tornillos y tuercas, las placas están mecanizadas para prever los orificios necesarios para la colocación de los tornillos y de las tuercas. Según las dimensiones de los orificios respecto de los tornillos y de las tuercas, el sistema de apriete 4 puede autorizar o prohibir un desplazamiento de las placas según
30 dos ejes diferentes.

De manera ventajosa, las placas adyacentes están ensambladas de dos en dos mediante tres tornillos compuestos M8. La superficie de contacto de las tuercas es igual a 14*15 mm². Se utiliza una película de grafito expandido comprimido como elemento deformable. Se utilizan dos arandelas, cada una con un espesor igual a 2 mm. El material
35 utilizado presenta una deformación sensiblemente igual al 10 % para una tensión del orden de 4,2 MPa y una deformación sensiblemente igual al 52 % para una tensión del orden de 17,5 MPa.

En una tal configuración, si los tornillos compuestos están apretados inicialmente con una tensión igual a 26 MPa, después de la solidificación la tensión es sensiblemente igual a 44 MPa. Este valor es claramente inferior a la tensión
40 admitida por este tipo de material (aproximadamente 100M Pa)

La tensión aplicada sobre un lingote de silicio es inferior a 0,25 MPa, lo que es muy inferior a las tensiones de orígenes termomecánicos generalmente engendradas en los lingotes por los gradientes de temperaturas presentes durante el enfriamiento. La deformación elástica correspondiente del lingote al final del enfriamiento es de aproximadamente
45 $2 \cdot 10^{-6}$.

Los diferentes modos de realización evocados aquí arriba pueden combinarse entre sí en un mismo crisol, así como las diferentes variantes descritas.

50 Para los crisoles más grandes, se puede plantear un diseño en dos partes. El crisol puede comportar entonces una parte inferior que está dimensionada para formar el lingote. La parte inferior está asociada a una parte superior que permite recibir la carga inicial (antes de la fusión). La parte inferior está dotada de un sistema de apriete. La superior o el realce puede estar desprovista del sistema de apriete.

55 Es particularmente ventajoso prever un orificio en el crisol 1 que está configurado para permitir el paso de una sonda que autorice la extracción de gas. El gas extraído se analiza para determinar la composición de la atmósfera en el crisol y en concreto el contenido en CO.

El crisol 1 está ventajosamente destinado a ser utilizado en un dispositivo de solidificación dirigida para obtener lingotes
60 de material cristalizado. El dispositivo comporta medios de generación de un gradiente térmico en el interior del crisol 1. Los medios de generación del gradiente térmico comportan una fuente de calor que puede estar dispuesta, por ejemplo, por encima del crisol 1 o sobre los laterales del crisol 1. Los medios de generación del gradiente térmico

comportan asimismo un extracto de calor que está dispuesto bajo el crisol 1.

Al modular la cantidad de calor emitida por la fuente de calor y absorbida por el extractor de calor, es posible modular la temperatura en el crisol 1 y la forma del gradiente térmico en el interior del crisol 1.

5

En un modo de realización preferente, el extractor de calor está dispuesto frente al fondo 2 del crisol 1. El extractor de calor absorbe entonces calor a través del fondo 2 del crisol. Esto permite mantener las isotermas más planas y más paralelas al fondo 2 del crisol 1. De manera preferente, el extractor de calor está enfrentado a la integralidad de la superficie del fondo 2 del crisol 1 para tener isotermas muy planas y paralelas al fondo 2 del crisol en todo el crisol.

10

El material que se va a solidificar depositado en el crisol 1 es, por ejemplo, silicio, germanio, arseniuro de galio... Se puede utilizar un núcleo en el fondo 2 del crisol 1. Este núcleo puede ser un núcleo monocristalino o multicristalino.

15

Se deposita una carga de silicio de calidad solar en el crisol 1. La carga se funde. La solidificación se inicia por ejemplo a partir del núcleo monocristalino para imponer la orientación cristalina buscada. Se disponen uno o varios termopares debajo del crisol 1 para determinar la posición de la temperatura de fusión del silicio en el crisol respecto del fondo 2 del crisol 1.

20

Clásicamente, el gradiente térmico en el interior del crisol 1 es vertical, la temperatura disminuye desde la parte de arriba del crisol 1 hacia el fondo 2. Así, la solidificación del material en el interior del crisol 1 conlleva la formación de juntas de granos perpendiculares al fondo 2 del crisol 1. Esta configuración es ventajosa para una utilización en dispositivos fotovoltaicos.

25

La regulación térmica dentro del crisol 1 se realiza mediante cualquier medio conocido de manera que se mantenga estable y vertical el gradiente térmico dentro del crisol 1.

Se realizaron varios ciclos de cristalización mediante un crisol de grafito dotado de un sistema de apriete 4 y de una capa impermeable.

30

El crisol es de grafito de grado 2320 comercializado por la sociedad MERSEN. Todas las superficies están recubiertas con una capa impermeable de SiC. La capa antiadherente se realiza a partir de polvo de nitruro de silicio.

35

El sistema de apriete 4 está asegurado mediante un juego de tornillos y de tuercas asociado a una o varias arandelas de grafito. Ventajosamente, se superponen dos arandelas de grafito. El espesor del elemento deformable 6 es igual a 4 mm.

Una carga de silicio igual a 11 kg está dispuesta en un crisol de tipo G1 con una sección cuadrada de 200 mm de lado. Esta carga se funde, se cristaliza y se desmolda.

40

El crisol anterior se utiliza y se vuelve a recubrir con la capa antiadherente 5. Es ventajoso cambiar los elementos deformables 6 después de cada ciclo de fusión solidificación.

Se dispone una segunda carga de silicio igual a 11 Kg en el crisol. Esta carga se funde, se cristaliza y se desmolda.

45

Una tercera carga de silicio y una cuarta carga de silicio se funden y cristalizan en el mismo crisol. Cada vez la carga antiadherente se vuelve a formar siguiendo el mismo protocolo anterior.

50

Después del desmoldado, se inspeccionan las placas que forman el fondo 2 y las paredes laterales 3. Como las placas no están deterioradas, pueden reutilizarse, lo que permite utilizar un mismo crisol 1 para varios ciclos de fusión/cristalización.

El mismo resultado se obtuvo también reutilizando las placas sin volver a depositar un nuevo revestimiento antiadherente antes de la nueva cristalización.

55

Para el ensamblaje de un crisol es ventajoso fijar juntas las paredes laterales 3 para formar inicialmente un crisol por ejemplo sin fondo. Después, el fondo 2 se fija a las paredes laterales. En un modo de aplicación particularmente interesante, las placas que forman las paredes laterales 3 están ensambladas juntas verticalmente lo que permite facilitar el alineamiento de los extremos inferiores de las placas en un mismo plano horizontal.

60

En los modos de realización descritos, la carga es de silicio y el crisol es de grafito, de manera que el crisol presenta un coeficiente de dilatación térmica que es superior al del silicio. El experto en la materia deberá tener en cuenta que el material que forma el crisol y el material que forma la carga pueden ser diferentes. De hecho, no hay nada que

impida utilizar una carga cuyo material posea un coeficiente de dilatación superior al del crisol. El crisol descrito anteriormente puede utilizarse por tanto con un mayor abanico de materiales que los crisoles según la técnica anterior sin preocuparse por el coeficiente de dilatación del material que se va a cristalizar.

- 5 Esta configuración permite formar un crisol 1 que comporta un fondo 2 y paredes laterales 3 cuyo fondo y/o al menos una de las paredes laterales está formado por un material con un coeficiente de dilatación térmica medio en un rango de temperatura comprendido entre la temperatura ambiente y la temperatura de fusión del material cristalino que es superior al coeficiente de dilatación térmica del material cristalino en dicho rango de temperatura. De esta manera, es posible formar un crisol con materiales que estaban considerados como inadaptados para la realización de un crisol.

10

REIVINDICACIONES

1. Crisol (1) para la fabricación de un lingote de silicio por solidificación que comporta un fondo (2) y paredes laterales (3) formadas al menos parcialmente por un material refractario,
5 **caracterizado porque:**
- el material refractario es grafito que presenta un coeficiente de dilatación térmica medio, en un rango de temperatura comprendido entre la temperatura ambiente y la temperatura de fusión del silicio, superior o igual al coeficiente de dilatación térmica de dicho silicio en dicho rango de temperatura;
- 10 - las paredes laterales (3) del crisol (1) están al menos en parte recubiertas por una capa impermeable al aire a base de carburo de silicio; - y el crisol comporta un sistema de apriete (4) que conecta dos paredes laterales (3) adyacentes, el sistema de apriete (4) está configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales (3) adyacentes si se aplica una tensión umbral sobre el sistema de apriete (4), el sistema de apriete (4) comporta un elemento deformable comprimido, que autoriza el desplazamiento de las dos paredes por deformación del elemento deformable.
- 15 2. Crisol según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el sistema de apriete (4) está configurado de manera que la tensión aplicada por las paredes laterales (3) sobre el silicio cristalizado (9) es inferior a 1 MPa.
3. Crisol según una de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado porque** el sistema de apriete (4) comporta un elemento deformable (6) configurado para comprimirse si la tensión umbral de tracción se aplica sobre el sistema de apriete (4).
20
4. Crisol según la reivindicación 3, **caracterizado porque** el elemento deformable está formado por un material compresible refractario y/o presenta una forma que autorice su compresión durante la aplicación de la tensión umbral de tracción, por ejemplo en forma de un resorte.
25
5. Crisol según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el material compresible refractario se elige entre los materiales refractarios metálicos, cerámicos, de carbono como un grafito flexible, y los compuestos carbono-carbono.
30
6. Crisol según una de las reivindicaciones 3 a 5, **caracterizado porque** el sistema de apriete (4) comporta un tornillo, una tuerca y una arandela (6) de grafito flexible que forma el elemento deformable, la arandela está configurada para comprimirse cuando la tensión umbral de tracción se aplica entre el tornillo (7) y la tuerca (8).
35
7. Crisol según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el material refractario es grafito, se elige entre el grafito extruido, el grafito vibrocompactado y el grafito isostático.
8. Crisol según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** las paredes laterales (3) del crisol (1) están al menos en parte, recubiertas por una capa antiadherente.
40
9. Crisol según la reivindicación 8, **caracterizado porque** la capa antiadherente es a base de nitruro de silicio y/o de óxido de silicio.
10. Crisol según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** las paredes laterales (3) del crisol (1) están constituidas por el material refractario.
45
11. Crisol según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** cada pared lateral (3) está conectada a la pared lateral (3) adyacente mediante un sistema de apriete (4).
- 50 12. Procedimiento de fabricación de un crisol (1) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** consiste en:
- Proporcionar al menos dos paredes laterales (3) formadas al menos parcialmente por un material refractario de grafito con un coeficiente de dilatación térmica medio, en un rango de temperatura comprendido entre la temperatura ambiente y la temperatura de fusión del silicio, superior o igual al coeficiente de dilatación térmica de dicho material cristalino en dicho rango de temperatura;
 - Ensamblar las paredes laterales (3), las al menos dos paredes laterales (3) adyacentes están conectadas mediante el sistema de apriete (4), el sistema de apriete (4) está configurado para autorizar la separación de las dos paredes laterales (3) adyacentes si se aplica una tensión umbral sobre los medios de apriete (4);
 - Ensamblar el fondo (2) con las paredes laterales (3).
- 60
13. Procedimiento de fabricación de un lingote de silicio por solidificación de un material en fase líquida en

un crisol (1) **caracterizado porque** consiste en:

- prever un crisol (1) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, el crisol (1) está al menos parcialmente relleno con una carga de material que hay que solidificar;
- 5 - generar un primer gradiente térmico en el crisol (1) de manera que se funda el material que hay que solidificar;
- generar un segundo gradiente térmico en el crisol (1) de manera que se solidifique el material en el estado fundido.

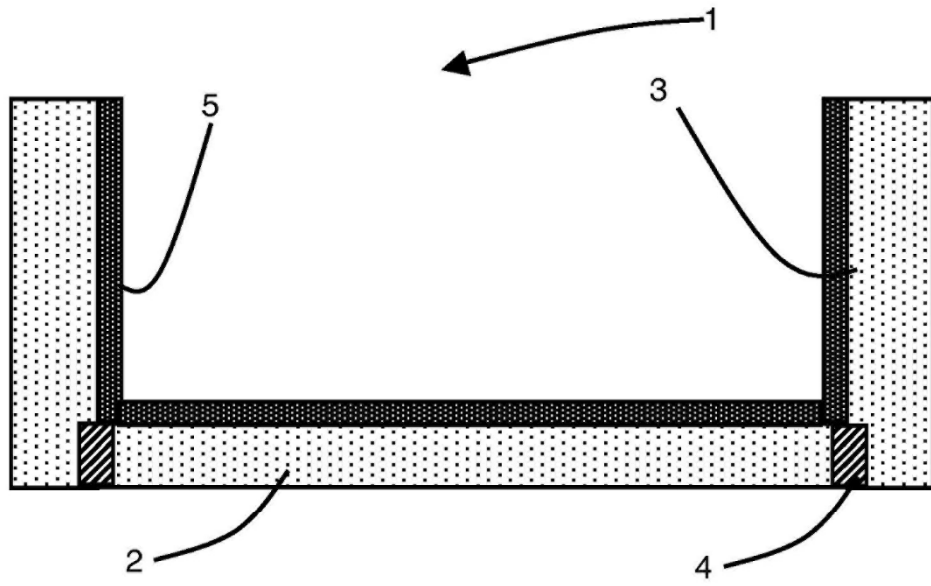


Figura 1

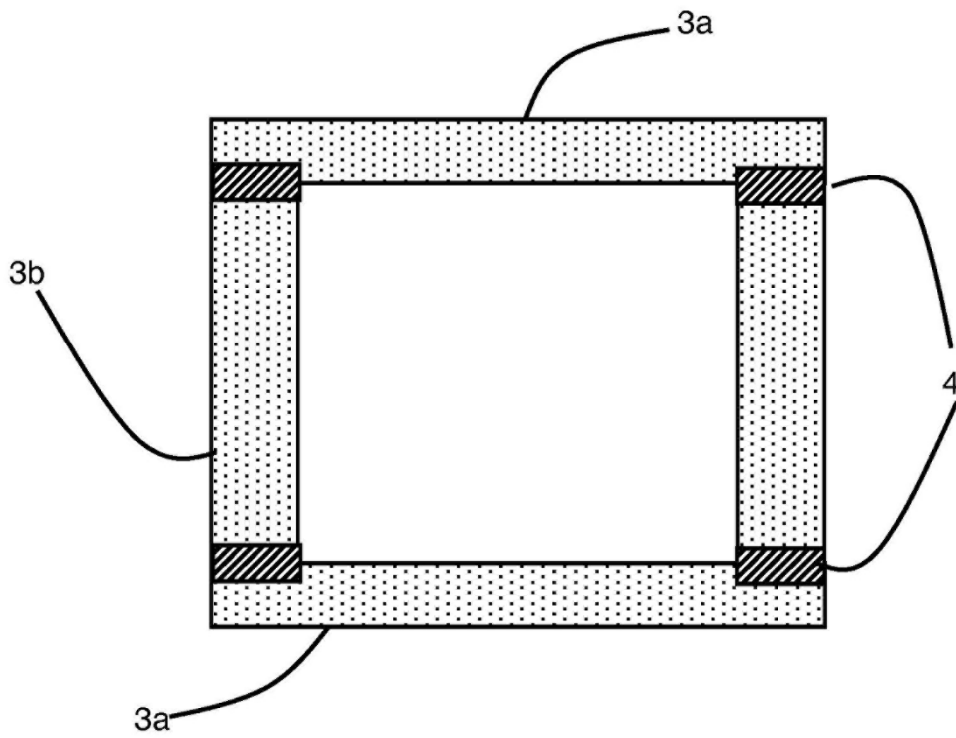


Figura 2

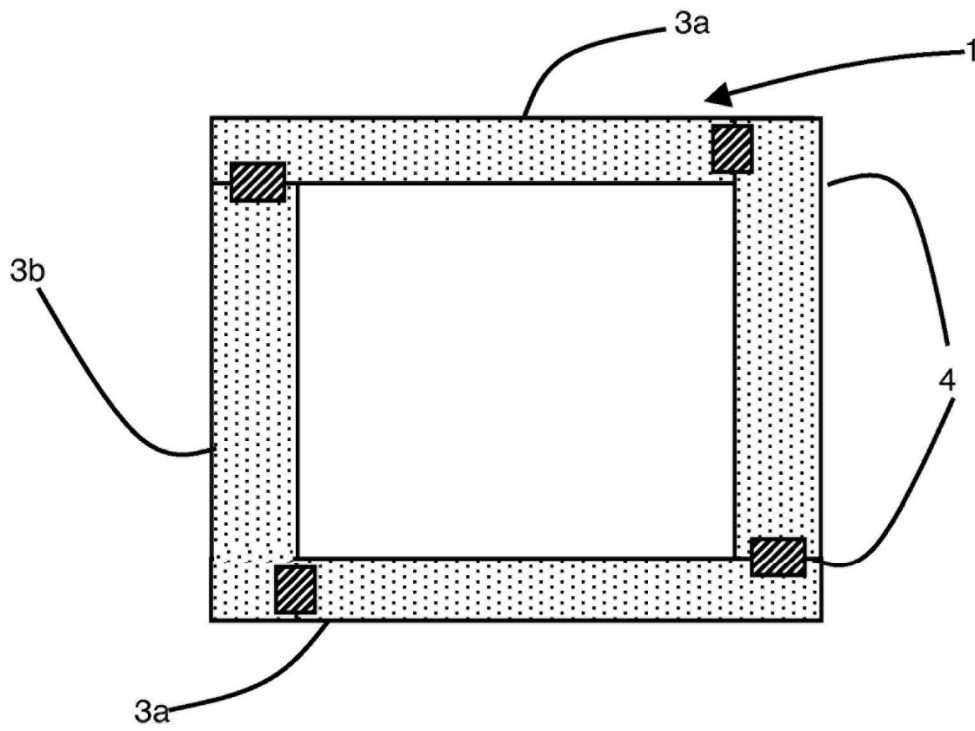


Figura 3

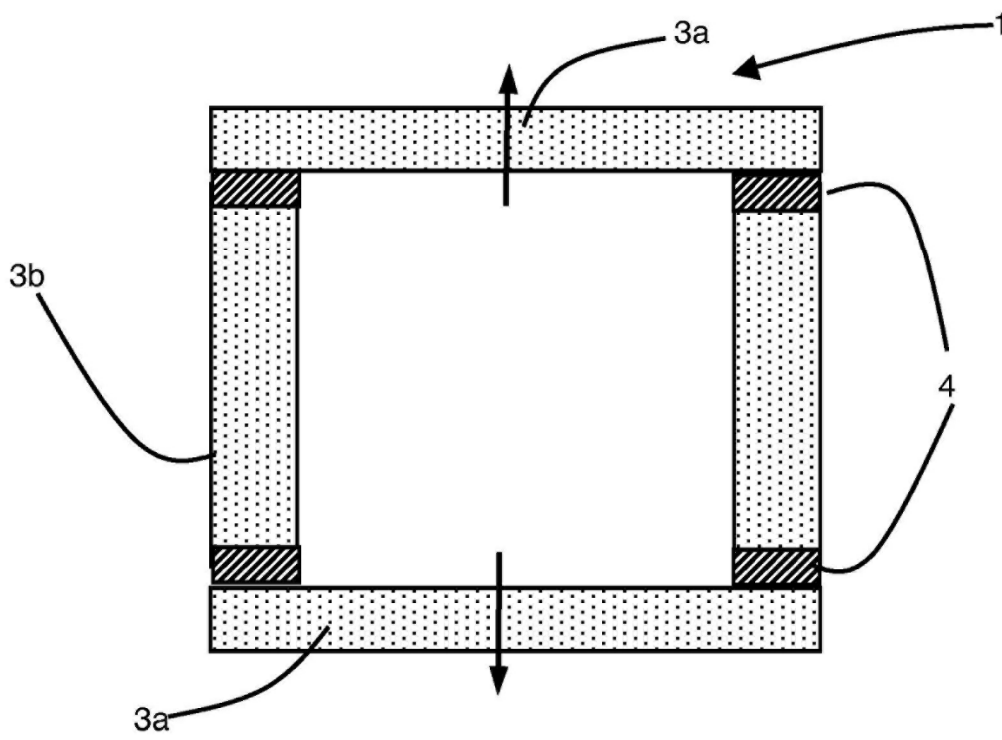


Figura 4

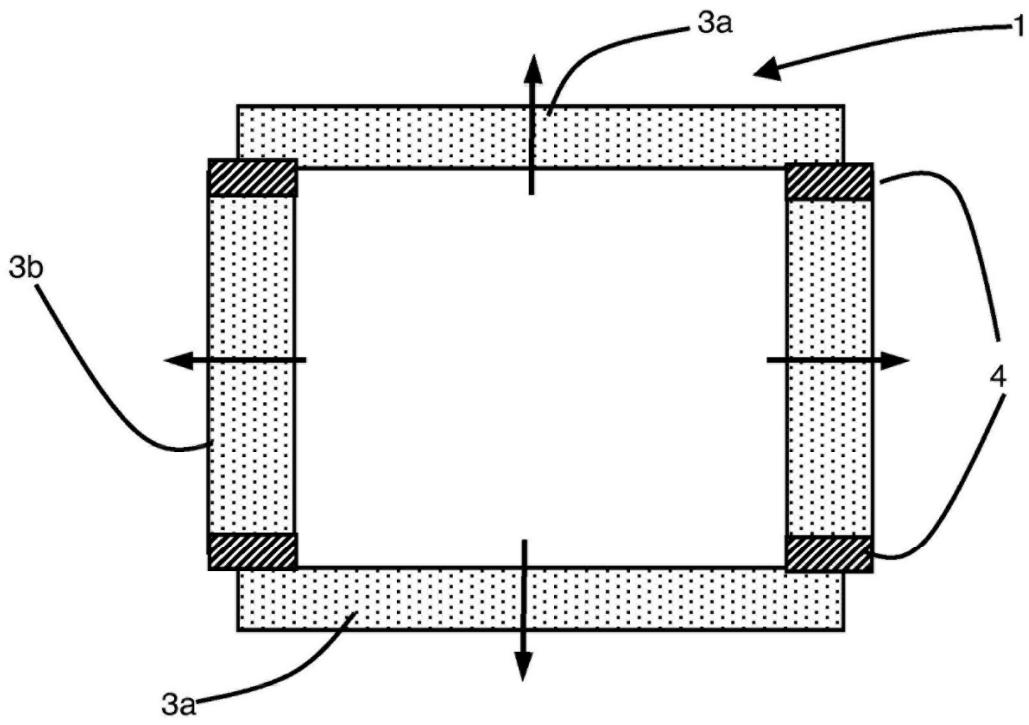


Figura 5

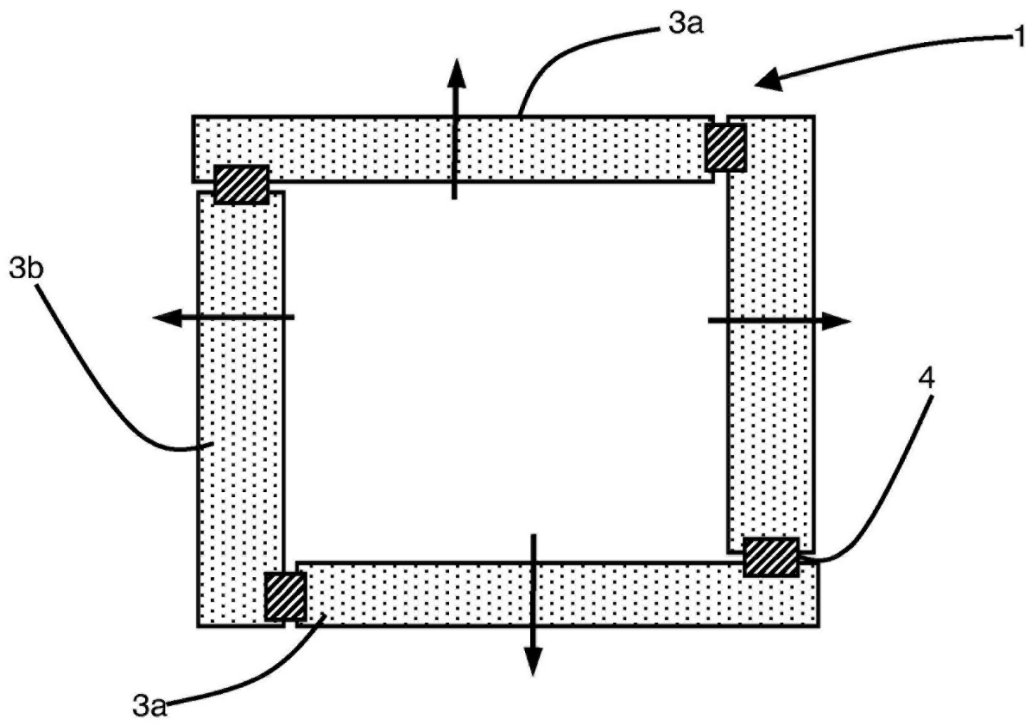


Figura 6

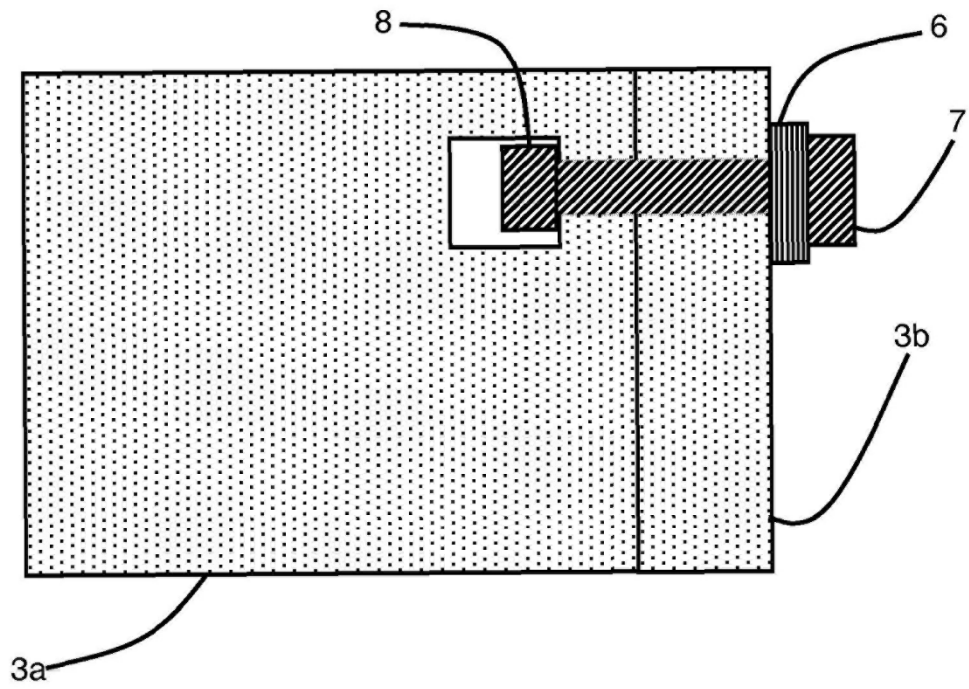


Figura 7

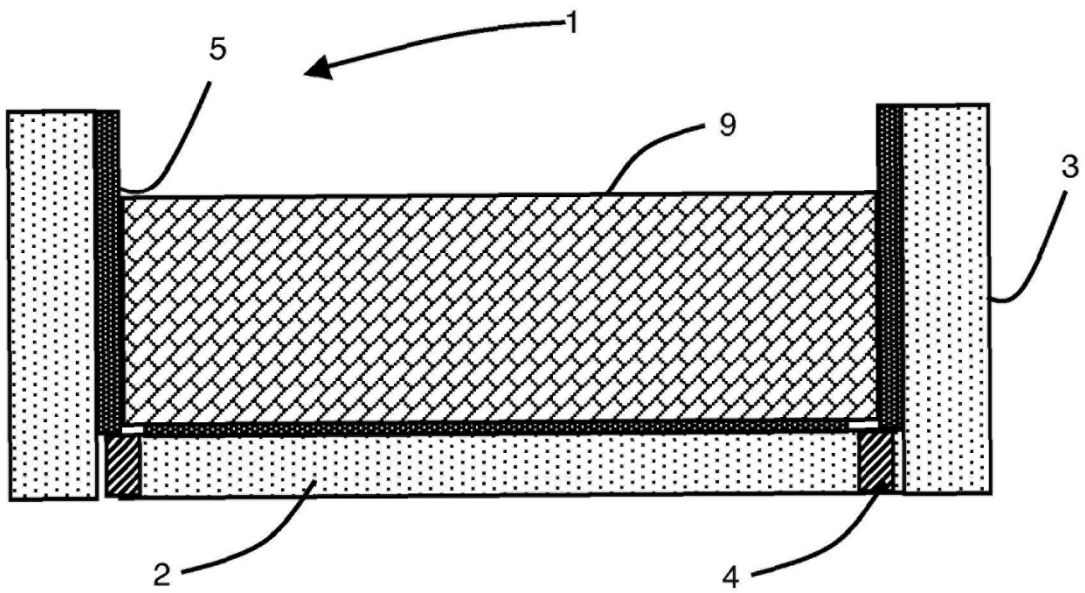


Figura 8