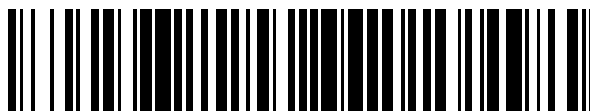


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 899**

51 Int. Cl.:

C30B 29/16 (2006.01)

C30B 11/00 (2006.01)

C30B 29/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.07.2014 PCT/EP2014/066173**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.03.2015 WO15028225**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2014 E 14744122 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.10.2019 EP 3041977**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo de tratamiento de la superficie libre de un material**

30 Prioridad:

02.09.2013 FR 1358366

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

24.04.2020

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:

**CHAMPLIAUD, JONATHAN;
ALBARIC, MICKAËL y
PATATUT, LOIC**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 755 899 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 y dispositivo de tratamiento de la superficie libre de un material

5 La invención se refiere al tratamiento de la superficie libre de un material ventajosamente contenido en un recipiente, por ejemplo en el marco de una aplicación para la cristalización de un material tal como el silicio.

10 En electrónica y en micro-electrónica, para fabricar unas "wafers" (u obleas), se recortan en rebanadas un lingote generalmente de silicio policristalino. Este lingote se fabrica mediante un proceso de crecimiento realizado por ejemplo por el procedimiento DSS (del inglés "Directional Solidification System") de solidificación direccional. Según este procedimiento DSS, se sitúan unas cargas sólidas de silicio en un molde, o crisol, en forma de paralelepípedo y llevadas hasta la fusión bajo una temperatura controlada en el interior de un horno. Después de la fusión, arranca la fusión en la parte baja del molde y posteriormente se desplaza hacia arriba. La fabricación del lingote debe realizarse bajo un flujo gaseoso de argón o de otro gas neutro, con relación al baño líquido, como por ejemplo el helio o el neón.

15 Normalmente el nivel de pureza del gas utilizado es superior a 5N. Este flujo gaseoso barre la superficie libre del baño de silicio líquido y juega dos papeles. Por una parte, facilita la evaporación de vapores de oxígeno y dióxido de silicio, presentes en la superficie del baño de silicio en fusión. Por otra parte, protege el baño de silicio de la atmósfera exterior.

20 Con referencia a la figura 1, el flujo gaseoso se realiza con ayuda de una canilla de soplado 7, colocada verticalmente por encima del baño de silicio 6 y cuya boquilla inferior se posiciona de manera central y a una quincena de centímetros por encima de la superficie del baño 6. Durante el funcionamiento, la canilla de soplado 7 expulsa, por su boquilla inferior, un flujo de argón dirigido hacia la parte baja y hacia el centro de la superficie del baño 6. La circulación creada por este modo de soplado genera unos bucles de recirculación 1A y 1B que perjudican la eficacia de la protección deseada por varias razones. Por una parte, estos bucles 1A, 1B tienen como efecto aspirar por los lados la atmósfera exterior (como se representa por las flechas 2A y 2B) hacia el interior del molde. Por otra parte, una parte del flujo de argón en elevación que ha lamido ya una primera vez la superficie del baño y que contiene debido a ello impurezas, se reinyecta hacia abajo y lame una segunda vez la superficie del baño (como se representa por las flechas 3A y 3B). Por último, la parte del flujo de argón en elevación que se reinyecta hacia abajo constituye un vector para transportar impurezas presentes en el ambiente del baño 6, procedentes por ejemplo de las paredes del horno. En definitiva, la circulación del flujo gaseoso que barre la superficie libre del material a tratar está mal controlada.

25

30

Se conocen por unos documentos CN201971920U, GB2490130A, DE102013203113A1 y EP1048758 diferentes sistemas y procedimientos destinados a la producción de silicio.

35 La presente invención viene a mejorar la situación.

Con este fin, la invención se refiere a un procedimiento de tratamiento como se describe en la reivindicación 1.

40 Gracias a la invención, el segundo flujo que se evacúa a través de la parte superior de la zona de evacuación crea una aspiración que garantiza una buena evacuación del primer flujo y evita por ejemplo la formación de bucles de recirculación. El segundo flujo actúa no solamente para proteger el material del ambiente alrededor del recipiente sino igualmente para ayudar a la evacuación directa del primer flujo que se eleva después de un primer y único barrido de la superficie libre del material.

45 El primer flujo gaseoso puede jugar un papel de purificación de la superficie libre del material. Se puede concebir de igual manera que este primer flujo juegue otro papel distinto a la purificación. Por ejemplo, podría tratarse por ejemplo de un gas, o de una mezcla de gases, reactivo con relación al material líquido a tratar.

50 En una realización particular, estando contenido el material en un recipiente provisto de al menos una abertura de evacuación, el segundo flujo se evacúa a través de una parte superior de dicha abertura de evacuación y el primer flujo se evacúa a través de una parte inferior restante de la abertura de evacuación.

55 En una realización particular, un número N de segundos flujos gaseosos se emite posteriormente evacuado respectivamente a través de N aberturas de evacuación del recipiente, siendo N superior o igual a dos, principalmente igual a cuatro.

En este caso, los segundos flujos se difunden de manera que cubran las diferentes aberturas de evacuación del recipiente.

60 Ventajosamente, se emite un conjunto de primeros flujos, incluyendo dicho conjunto un flujo central dirigido verticalmente hacia abajo y una pluralidad de flujos laterales orientados respectivamente hacia una pluralidad de zonas periféricas de la superficie libre del material. Gracias a esto, la superficie libre del material líquido está mejor cubierta por los primeros flujos.

65 En una realización particular, el segundo flujo se dimensiona para cubrir la anchura horizontal de dicha abertura de evacuación. Gracias a esto, la aspiración creada por el segundo flujo es óptima.

Ventajosamente, el primer flujo central se emite desde una zona de emisión situada por debajo de la abertura de evacuación.

5 Gracias a esto, no hay riesgo de que el primer flujo sea evacuado hacia el exterior del recipiente antes de haber barrido la superficie libre del material.

También ventajosamente, el primer y segundo flujos se emiten desde unas zonas de emisión situadas sobre o en la proximidad de un eje central vertical del recipiente.

10 De este modo, los flujos se difunden de manera óptima y homogénea en el recipiente.

Según unos modos de realización particulares:

- 15 - dicha parte superior de la abertura de evacuación ocupa hasta un 50-70 % de la altura total de la abertura, en particular;
- los primeros flujos laterales se dirigen según una dirección que forma un ángulo comprendido estrictamente entre 0° y 90° con relación a la vertical, en particular inferior o igual a 45°;
- 20 - el primer flujo es un flujo de purificación de la superficie libre del material, que comprende un gas, o una mezcla de gases, inerte con relación al material a tratar;
- la etapa de barrido de la superficie libre del material se implementa durante una operación de cristalización del material.

25 La invención se refiere igualmente a un dispositivo de tratamiento de una superficie libre de un material, que comprende unos elementos materiales adaptados para implementar las etapas del procedimiento anteriormente definido.

30 La invención también se refiere a un sistema que incluye un dispositivo de tratamiento de la superficie libre definido en la reivindicación 11.

Ventajosamente, el dispositivo comprende N aberturas laterales de emisión de N segundos flujos gaseosos respectivos, siendo N superior o igual a dos, principalmente igual a cuatro.

35 Ventajosamente, el collarín dispone una pluralidad de ranuras verticales, incluyendo cada ranura un fondo inclinado con relación a la vertical y que forma una rampa de circulación de un primer flujo lateral, estando adaptada dicha rampa para orientar el primer flujo hacia una pluralidad de zonas de una o de unas paredes laterales del recipiente.

40 En una forma de realización particular, dicha abertura lateral de emisión de un segundo flujo se dimensiona de manera que asegure un reparto de un flujo gaseoso de alimentación en al menos un segundo flujo y al menos un primer flujo según unas proporciones predefinidas.

Ventajosamente, dicho recipiente está desprovisto de cubierta.

45 El o los segundos flujos forman una capa de gas separada de la superficie libre del material y que se extiende por encima de esta recubriéndola. Esta capa de gas constituye en definitiva una cubierta gaseosa de protección. Puede así suprimirse la cubierta física del recipiente. La supresión de la cubierta física permite, por un lado, llenar más fácilmente el recipiente con unas cargas sólidas de material y, por otro lado, obtener una ganancia de espacio para cargar el recipiente con unas cargas de material sólido en trozos, antes de la fusión de estos.

50 La invención se comprenderá mejor con ayuda de la descripción que sigue de un modo de realización particular del procedimiento de tratamiento de la superficie libre de un material y de un ejemplo de realización particular de un dispositivo de tratamiento asociado, en el marco de una aplicación particular de la invención a la cristalización de un material, con referencia a los dibujos adjuntos en los que:

- 55 - la figura 2 representa una vista general de diferentes tipos de flujos gaseosos de tratamiento de la superficie libre de un material líquido;
- la figura 3 representa una vista esquemática de un dispositivo de tratamiento montado en un recipiente, por encima de la superficie libre de un material líquido contenido en el recipiente, según un ejemplo de realización particular, estando adaptado el dispositivo representado para producir los flujos de la figura 2;
- 60 - las figuras 4A y 4B representan respectivamente una vista superior de la cobertura horizontal de un flujo de protección producido por el dispositivo de la figura 3 y una vista lateral de la cobertura vertical de este flujo de protección;
- la figura 5 representa una vista en 3D, parcialmente en transparencia, del dispositivo de tratamiento de la figura 3;
- 65 - las figuras 6A, 6B y 6C representan respectivamente una vista de lado, una vista en sección AA y una vista desde abajo de la parte inferior de un conducto del dispositivo de tratamiento;
- las figuras 7A y 7B representan dos vistas en sección, desfasadas en 90°, de la parte baja de una parte superior y

- de la parte alta de una parte inferior del conducto del dispositivo de tratamiento;
- la figura 8 representa una vista en 3D, parcialmente en transparencia, del dispositivo de tratamiento de la figura 3 y muestra el reparto de diferentes tipos de flujos gaseosos emitidos;
 - la figura 9 representa un organigrama de las etapas del procedimiento de tratamiento, según un modo de realización particular de la invención.

En la figura 2, se ha representado esquemáticamente un recipiente 10 que contiene un material líquido 15, estando colocado este recipiente en el recinto de un horno. Las flechas 11-14 aparecen en esta figura en correspondencia con los flujos de gas y permiten ilustrar el principio de la invención. Los flujos gaseosos 12, 13, procedentes de uno o varios flujos de alimentación 11, cooperan para tratar la superficie libre del material líquido 15, como se explicará de manera detallada más adelante. Los flujos 14 corresponden a unas circulaciones de gas alrededor del recipiente 10, en el recinto del horno.

Por definición, un "flujo gaseoso" designa la circulación de un gas formado por el gas emitido a través de una abertura. Un conducto, o una boquilla de conducto, que presenta N aberturas de emisión se adapta por tanto para emitir N flujos de gas, formados respectivamente por las N aberturas.

En el ejemplo particular de la descripción, el tratamiento según la invención se describe en el caso de una aplicación particular a la cristalización de silicio. El material 15 es silicio líquido, en fusión y el recipiente 10 es un crisol destinado a la fabricación de un lingote de silicio.

Una referencia tridimensional (x, y, z) y ortogonal se representa en las diferentes figuras, los ejes x, y corresponden a un plano horizontal y el eje z corresponde a la vertical.

La figura 4A representa una vista desde arriba del crisol 10 según un ejemplo de realización particular. El crisol 10 tiene una forma paralelepípedica de sección cuadrada y de eje central longitudinal AX, vertical. El crisol 10 está abierto en la parte superior para permitir su alimentación con cargas sólidas de silicio. Comprende unas paredes laterales internas 100a-100d y un fondo 100e, realizados de silicio.

El silicio se ablanda a unas temperaturas elevadas (típicamente superiores a unas temperaturas del orden de 1200 °C), unas piezas de contra-crisol en grafito denso rodean al menos parcialmente las paredes laterales 100a-100d. El contra-crisol comprende unos elementos laterales externos 101a-101d de refuerzo de la resistencia mecánica del crisol 10 y cuatro esquinas elevadas 1021-1024 elevándose más arriba que las paredes laterales 100a-100d de silicio. La altura total del crisol 10 es por ejemplo del orden de 40 cm. El silicio líquido contenido en el crisol alcanza generalmente una altura de aproximadamente 20 a 30 cm. La superficie libre del silicio se extiende por tanto 10 a 20 cm más abajo que la altura de las paredes 100a-100d del crisol 10.

Una cubierta 16 reposa sobre las esquinas elevadas 1021-1024. Se forman así cuatro aberturas laterales de evacuación 103a-103d entre la cubierta 16, las paredes laterales reforzadas 100a-100d y las esquinas elevadas 1021-1024. Cada abertura de evacuación 103a (103b-103d) está así delimitada en la parte baja por el borde superior de una pared lateral de silicio 100a (100b-100d) reforzada, lateralmente por dos esquinas elevadas contiguas 1021-1022 (1022-1023, 1023-1024, 1024-1021) y en la parte alta por la cubierta 16. Cada abertura de evacuación tiene una anchura horizontal Y (figura 4A) y una altura Z (figura 4B). El valor de Z puede ser del orden de algunos centímetros, por ejemplo 6 cm y el valor de Y puede ser del orden de una a varias decenas de centímetros, por ejemplo, aproximadamente 30 cm.

Como variante, el recipiente 10 podría tener una forma diferente, por ejemplo cilíndrica y llevar un número N de abertura(s) de evacuación lateral(es) diferente de cuatro, siendo N superior o igual a uno.

Durante la cristalización del silicio en el crisol 10, colocado en un horno, para la fabricación de un lingote de silicio, la superficie libre del silicio líquido en fusión es tratada por unos flujos de gas, por ejemplo argón. No obstante, se podría concebir la utilización de otro gas vector adaptado y en particular un gas o una mezcla de gases inertes con relación al material líquido a tratar, tal como por ejemplo el helio o el neón. El tratamiento se dirige, por un lado, a evaporar los vapores de oxígeno y el gas dióxido de silicio presentes en la superficie del silicio en fusión y, por otro lado, a proteger la superficie libre del silicio líquido del ambiente "exterior" del crisol 10, es decir de la atmósfera en el interior del horno.

Con referencia a la figura 9, se describirá ahora el procedimiento de tratamiento de la superficie libre del silicio líquido contenido en el crisol 10.

En la figura 2, se han representado de manera esquemática los fenómenos de circulación de flujos gaseosos en y alrededor del crisol 10 que se producen durante el tratamiento de la superficie libre del silicio líquido 15. Se ha representado así:

- unas circulaciones 12 correspondientes a unos flujos de purificación QC_{pur} y $QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$,
- unas circulaciones 13 correspondientes a unos flujos de protección Qa_{pro} - Qd_{pro} y
- unas circulaciones 14 correspondientes a unos gases que circulan alrededor del crisol 10, en el recinto del horno.

5 El procedimiento de tratamiento comprende una etapa E0 de alimentación de gas, en este caso el argón, que consiste en alimentar el crisol 10 con un flujo de argón desde un depósito, no representado. En el ejemplo particular aquí descrito, la etapa E0 consiste en llevar un flujo de alimentación de argón, indicado por Q_{in} , hasta un dispositivo de emisión y de reparto del flujo gaseoso en el crisol 10. Esta etapa de alimentación se implementa continuamente a todo lo largo del tratamiento de la superficie libre del silicio, durante la fabricación de un lingote. Podría concebirse alimentar el recipiente con varios flujos de argón.

10 El procedimiento comprende a continuación una etapa E1 de emisión de una pluralidad de flujos gaseosos de purificación. Los flujos de purificación emitidos comprenden:

- un flujo central vertical dirigido hacia abajo, indicado por $Q_{C_{pur}}$, y
- en este caso cuatro flujos laterales oblicuos, indicados por $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$ dirigidos globalmente hacia abajo y orientados de manera oblicua hacia cuatro zonas objetivo de la superficie libre de silicio, estando situadas respectivamente estas zonas objetivo en la proximidad de las cuatro esquinas internas del crisol 10.

15 Los flujos de purificación se emiten desde unas zonas de emisión centrales situadas sobre el eje AX o en la proximidad de este (a una distancia del eje AX comprendida entre 0 y uno, incluso algunos centímetros), por encima del baño de silicio 15.

20 La dirección de los flujos laterales oblicuos $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$ forma un ángulo θ (representado en la figura 8) de inclinación con relación a la vertical. Este ángulo θ está en este caso comprendido estrictamente entre 0° y 90° , preferentemente superior estrictamente a 0° e inferior o igual a 45° .

25 La zona de emisión del flujo central $Q_{C_{pur}}$ está desplazada hacia abajo con relación a las zonas de emisión de los flujos laterales $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$. En este caso concreto, la zona de emisión del flujo central $Q_{C_{pur}}$ está situada ligeramente por debajo del plano de abertura superior del molde de silicio formado por las paredes 100a-100d (o por las paredes 101a-101d en el caso en el que las paredes del contra-crisol de grafito son más altas que el crisol de silicio), mientras que las zonas de emisión de los flujos laterales $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$ se sitúan ligeramente bajo la cubierta 16.

30 El procedimiento comprende a continuación una etapa de barrido E2 durante la que los flujos de purificación emitidos se dirigen a lamer, o barrer, la superficie libre del silicio líquido 15. La asociación de los diferentes tipos de flujos de purificación, a saber el flujo central $Q_{C_{pur}}$ y los flujos laterales $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$, asegura un barrido de la totalidad de la superficie libre del silicio líquido 15. Esta etapa de barrido se implementa durante la cristalización del silicio 15.

35 Después de haber barrido la superficie libre del silicio, los flujos de purificación se elevan a lo largo de las paredes laterales del crisol 10 y se evacúan por las aberturas de evacuación 103a-103d, durante una etapa E3.

40 El procedimiento comprende igualmente una etapa E4 de emisión de al menos un flujo de argón de protección. En un ejemplo particular descrito en este caso, se emiten cuatro flujos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$ desde unas zonas de emisión situadas en la proximidad del eje central AX, ligeramente bajo la cubierta 16. Esta etapa de emisión E4 se ejecuta de manera simultánea con la etapa E1 de emisión de los flujos de purificación. De este modo, los flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$ y los flujos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$ se emiten al mismo tiempo.

45 Durante una etapa siguiente E5, los flujos gaseosos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$ emitidos circulan por encima del silicio líquido de manera que se forme una capa de gas que se extiende por encima del silicio 15 y separada de la superficie libre de este por un intervalo de distancia no nulo. Esta capa de gas forma una barrera de protección y constituye en definitiva una cubierta gaseosa, situada por encima de los flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}-Q_{L4_{pur}}$. De este modo, los flujos de purificación se intercalan (al menos en parte) entre los flujos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$ y la superficie libre del baño de silicio 15.

50 A continuación, durante una etapa E6, se evacúan los cuatro flujos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$ hacia el exterior del crisol 10. Cada flujo de protección $Q_{a_{pro}}$ ($Q_{b_{pro}}-Q_{d_{pro}}$) se evacúa por una parte superior de la abertura de evacuación correspondiente 103a (103b-103d) del recipiente 10.

55 En la figura 4A, se ha representado la cobertura horizontal (es decir en un plano horizontal) de los flujos de protección $Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$. Tomemos el ejemplo del flujo $Q_{a_{pro}}$. Este flujo $Q_{a_{pro}}$ se difunde desde una zona de emisión situada en la proximidad del eje AX hacia la abertura 103a, aumentando la anchura del flujo $Q_{a_{pro}}$ paralelamente al lado del crisol 10 en dirección de la abertura 103a. La anchura del flujo $Q_{a_{pro}}$ cuando alcanza la abertura 103a es igual o sustancialmente igual a la anchura Y de la abertura 103a. De este modo, horizontalmente, el flujo $Q_{a_{pro}}$ cubre la totalidad de la anchura Y de la abertura 103a. El ángulo β de abertura del flujo $Q_{a_{pro}}$ está comprendido en este caso entre 60° y 90° , según el tamaño del crisol 10. La cobertura horizontal de los otros flujos $Q_{b_{pro}}-Q_{d_{pro}}$, respectivamente asociados a las aberturas 103b-103d, es análoga a la del flujo $Q_{a_{pro}}$. En la figura 4A, el ángulo γ representa el ángulo de partes en esquina del crisol no cubiertas por los flujos de protección. Este ángulo γ varía entre aproximadamente 0 y 30° . La suma de los ángulos β y γ es en este caso igual a 90° .

En la figura 4B, se ha representado la cobertura vertical (según z) del flujo de protección $Q_{a_{pro}}$. En el ejemplo particular representado en esta figura, el flujo de protección $Q_{a_{pro}}$ se difunde desde una zona de emisión situada en la proximidad del eje AX, ligeramente por debajo de la cubierta 16. Circula en dirección a la abertura 103a, debajo y a lo largo de la cubierta 16, ampliándose hacia abajo (según z) según un ángulo α , y posteriormente se evacúa del crisol 10 a través de una parte superior de la abertura 103a. Esta parte superior corresponde por ejemplo a 2/3 de la altura total de la abertura de evacuación 103a. Como variante, la parte superior de la abertura de evacuación 103a cubierta por el flujo de protección $Q_{a_{pro}}$ podría ocupar hasta un 80 % de la altura total de esta abertura 103a preferentemente entre el 50 % y el 70 %. El ángulo α se define por el plano horizontal sobre el que se extiende la cubierta 16 y el plano límite inferior del flujo $Q_{a_{pro}}$. El valor de este ángulo α depende del tamaño del crisol 10 y la altura de la abertura de evacuación 103a. Es típicamente no nulo e inferior o igual a 25° para unas dimensiones usuales del crisol y de las aberturas de evacuación. La cobertura vertical de los otros flujos $Q_{b_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$, respectivamente asociados a las aberturas 103b-103d, es análoga a la del flujo $Q_{a_{pro}}$.

Observemos que el flujo de purificación central vertical $Q_{C_{pur}}$ se emite desde una zona de emisión situada por debajo del plano que contiene los bordes inferiores de las aberturas de evacuación 103a-103d del crisol, con el fin de evitar una evacuación del flujo antes del barrido de la superficie libre del baño de silicio.

Los flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$ aseguran un papel de purificación del interior del crisol 10 y en concreto de la superficie libre del silicio por barrido de esta. Se dirigen a lamer —o barrer— la superficie libre del baño de silicio y posteriormente se elevan lateralmente, a lo largo de las paredes laterales internas del crisol 10 y finalmente se evacúan hacia el exterior del crisol 10 por las aberturas de evacuación 103a-103d. La circulación de estos flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$ se representa de manera esquemática en la figura 2 por la referencia 12. Limpian la superficie libre del silicio líquido 15, actuando sobre una capa que se extiende por encima del baño de silicio. Favorecen igualmente la evaporación del oxígeno y de gas de óxido de silicio, lo que tiene como efecto disminuir la cantidad de oxígeno en el lingote fabricado.

Los flujos de protección $Q_{a_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$ aseguran un papel de barrera de protección de la superficie libre del baño de silicio contra los gases e impurezas que circulan en el recinto del horno. Impiden que estos gases e impurezas, presentes en la atmósfera que rodea el crisol, alcancen la superficie libre del silicio líquido y contaminen el lingote.

Además, los flujos de protección $Q_{a_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$, al evacuarse hacia el exterior del crisol 10 por la parte superior de las aberturas de evacuación 103a-103d, cooperan con los flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$ para:

- contribuir a evacuar hacia el exterior, a través de la parte inferior restante de las aberturas de evacuación 103a-103d, unos flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$ que se elevan después de haber barrido una primera y única vez la superficie libre de silicio 103a-103d y
- dificultar la formación de bucles de circulación.

Esta sinergia entre los dos tipos de flujo (protección y purificación) se explica por el hecho de que los flujos de protección $Q_{a_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$, al evacuarse por la parte superior de las aberturas de evacuación 103a-103d, crean, por efecto Venturi, un fenómeno de aspiración, que se puede calificar igualmente de efecto de bombeo, atrayendo hacia el exterior del crisol 10 los flujos en elevación de purificación, flujos $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$. Dicho de otra manera, los flujos de protección $Q_{a_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$ producen una aspiración (o bombeo) que ayuda y obliga a la integridad de los flujos de protección en elevación a evacuarse directamente hacia el exterior del crisol 10, sin que una parte de estos flujos regrese hacia el interior del crisol 10.

El procedimiento de tratamiento según la invención permite purificar eficazmente la superficie libre del baño de silicio y evitar en concreto cualquier contaminación de carbono y oxígeno del silicio. El lingote de silicio fabricado está así exento de contaminación de este tipo.

Se describirá ahora un ejemplo de realización particular, no limitativa, de un dispositivo de tratamiento 20 adaptado para implementar el procedimiento que se acaba de describir.

Observemos que el procedimiento podría implementarse mediante otras formas de realización del dispositivo de tratamiento que comprendan elementos materiales adaptados para implementar las etapas del procedimiento que se acaba de describir.

El dispositivo de tratamiento está adaptado para repartir un flujo de argón entrante, Q_{in} , en diferentes flujos de purificación $Q_{C_{pur}}$ y $Q_{L1_{pur}}$ - $Q_{L4_{pur}}$ y de protección $Q_{a_{pro}}$ - $Q_{d_{pro}}$ y para difundir estos flujos con el objetivo de tratar la superficie libre del silicio líquido 15 contenido en el crisol 10 durante la fabricación de un lingote de silicio.

El dispositivo comprende un conducto 20 de emisión de flujos gaseosos que se extiende a lo largo del eje vertical AX que forma un eje de simetría del conducto 20. El conducto de emisión comprende en este caso una parte superior 200 y una parte inferior 201, conectadas entre sí. En lo sucesivo, se llamará "conducto superior", a la parte superior 200 del conducto de emisión 20 y "conducto inferior", a la parte inferior 201 del conducto de emisión 20.

Como variante, el conducto podría fabricarse en una única pieza.

El conducto superior 200, de forma cilíndrica, se conecta mediante un conducto de alimentación (no representado) a un depósito de alimentación de argón (no representado). La parte del extremo inferior del conducto 200 está abierta hacia abajo mediante una abertura de conexión al conducto inferior 201 y lleva en este caso cuatro aberturas laterales de emisión 2000a-2000d tal como las representadas en la figura 5.

Las aberturas laterales de emisión 2000a-2000d están constituidas por unas ranuras de bordes rectos alargados horizontalmente. Son todas de las mismas dimensiones y repartidas de manera regular sobre el contorno del conducto 200. Cada abertura 2000a-2000d se extiende, en un plano horizontal, a lo largo de un arco de círculo definido por un ángulo δ (no representado). Este ángulo δ está formado por las dos semirrectas que parten del eje AX y que pasan por los extremos laterales de la abertura en un plano horizontal. Es igual al ángulo β anteriormente mencionado y por tanto comprendido entre 60° y 90° . La altura de las aberturas 2000a-2000d, indicada por Z2, está comprendida en este caso entre 0 y 5 cm. Estas aberturas laterales 2000a-2000d tienen por misión emitir los cuatro flujos de protección $Q_{a\text{pro}}-Q_{d\text{pro}}$, respectivamente, como se explicará más adelante.

El conducto inferior 201 comprende una boquilla del extremo inferior 2016, que constituye una canilla de soplado, coronada por un collarín superior 2012. El conjunto está atravesado por un canal central interno 2013 de paso de un gas, de forma cilíndrica y de eje longitudinal AX. Este canal 2013 une una abertura superior 2010 de entrada de gas y una abertura inferior 2011 de salida o de emisión de gas. Durante el funcionamiento, la abertura de entrada 2010 extrae una parte del flujo de gas que alimenta el dispositivo 20 con el fin de producir el flujo de purificación central de purificación QC_{pur} que se emite hacia abajo por la abertura inferior de salida 2011. El canal 2013 es más estrecho que el interior del conducto superior 200. Por ejemplo, el radio del canal inferior 2013 y el radio interno del conducto superior 200 pueden estar comprendidos respectivamente entre 2 mm y 10 mm y entre 10 mm y 30 mm.

El collarín 2012 tiene un perfil que se ensancha desde la abertura de entrada 2010 hacia abajo, extendiéndose la parte baja del collarín 2012 en un plano horizontal. La altura H2 del collarín 2012 es estrictamente superior a la altura Z2 de las aberturas de emisión 2000a-2000d y se adapta de manera que la abertura de entrada 2010 se sitúe por encima de las aberturas de emisión 2000a-2000d del conducto superior 200, como se representa en la figura 7A.

La parte superior del collarín 2012 comprende en este caso cuatro rampas 2014a-2014d de circulación y de guiado de los flujos de protección $Q_{a\text{pro}}-Q_{d\text{pro}}$, de las mismas formas y de las mismas dimensiones. Las superficies superiores de esta rampa son en este caso curvas, en forma de "tobogán" y dirigidas hacia abajo. La inclinación de la parte baja de la rampa es igual al ángulo α , que determina la cobertura vertical de los flujos de protección $Q_{a\text{pro}}-Q_{d\text{pro}}$. La extensión radial de cada rampa 2014a-2014d se define por el ángulo correspondiente al ángulo de las aberturas laterales de emisión 2000a-2000d del conducto superior 20 (siendo este ángulo igual al ángulo β de la cobertura radial de un flujo de protección). Las rampas 2014a-2014d están así conformadas para orientar los flujos gaseosos de protección hacia la parte superior de las aberturas de evacuación 103a-103d del crisol 10.

Con referencia a las figuras 6A a 6C, las cuatro rampas 2014a-2014d están separadas entre sí por unas ranuras radiales verticales 2015a-2015d, dispuestas en el collarín 2012. El ángulo de abertura de cada ranura es el ángulo γ (figura 4A). Se podrían concebir igualmente unas aberturas verticales 2015a-2015d en la forma de muescas de anchura constante, siendo el ángulo nulo en este caso. El fondo de cada ranura 2015a-2015d se extiende en un plano inclinado según el ángulo θ con relación a la vertical y constituye una rampa de circulación de un flujo de purificación lateral. La inclinación del fondo de la ranura permite orientar el flujo de argón en la dirección θ en este caso hacia las zonas de las esquinas del crisol 10, como se ha explicado anteriormente. Estas ranuras 2015a-2015d constituyen de ese modo unos canales de expulsión de los flujos de purificación laterales $QL1_{\text{pur}}-QL4_{\text{pur}}$.

Con referencia a la figura 7A, la altura H1 tal como se representa en la figura 7A, entre la abertura inferior 2011 del conducto 201 y el plano que contiene los bordes superiores de las aberturas de emisión 2000a-2000d, es superior o igual a la altura Z de las aberturas de evacuación 103a-103d del crisol 10. De este modo, el flujo de purificación vertical se emite a partir de una zona de emisión situada por debajo de las aberturas de evacuación 103a-103d del crisol 10.

El conducto inferior 21 se conecta al conducto superior 20 mediante la introducción del collarín 2012 en la parte del extremo inferior del conducto superior 20, extendiéndose la parte inferior del collarín 2012 en el plano de la abertura inferior del conducto superior 20.

La fijación de los dos conductos 200, 201 puede efectuarse por atornillado, realizándose en este caso unos roscados en la parte baja del collarín 2012 y sobre la pared interna del conducto superior 20. Se prevé además un elemento de centrado, por ejemplo una tuerca, para asegurar un posicionamiento relativo de los dos conductos 200 y 201. Este posicionamiento debe garantizar que las cuatro aberturas de emisión 2000a-2000d del conducto superior 200 estén situadas en línea recta (al menos parcialmente) de las cuatro rampas 2014a-2014d respectivamente y que los bordes inferiores de las aberturas 2000a-2000d se extienden en la prolongación de la parte baja de las rampas 2014a-2014d.

El dispositivo de tratamiento se monta sobre la cubierta 16, por introducción a través de una abertura 160 dispuesta en la cubierta 16. Se sitúa de manera que las aberturas laterales de emisión 2000a-2000d, dispuestas en la parte del

extremo bajo del conducto superior 20, se sitúen por debajo de la cubierta 16, por ejemplo a una distancia comprendida entre 0 y 1 cm por debajo de la cubierta 16.

5 El conjunto que incluye las aberturas laterales de emisión 2000a-2000d del conjunto superior 200, el collarín 2012 y la canilla de soplado 2016 forma un repartidor dispuesto y conformado para repartir un flujo de argón entrante Q_{in} en diferentes grupos, es decir los flujos de purificación, central QC_{pur} y laterales $QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$ y los flujos de protección Qa_{pro} - Qd_{pro} , según unas proporciones respectivas predefinidas. Las dimensiones de las aberturas laterales de emisión 2000a-2000d están adaptadas en concreto para asegurar un reparto del flujo de argón entrante Q_{in} entre los diferentes tipos de flujo, es decir el flujo de purificación vertical, los flujos de purificación laterales y los flujos de protección, según
10 unas proporciones predefinidas.

Tomemos el ejemplo de un dispositivo de tratamiento que presenta las dimensiones (aproximadas) siguientes:

- 15 - $Y \cong 31$ cm;
- $Z \cong 6$ cm;
- $Z2 \cong 0,5$ cm;
- $\alpha \cong 6,5^\circ$;
- $\beta \cong 73^\circ$;
- 20 - $\gamma \cong 17^\circ$;
- $\theta \cong 12^\circ$.

Además, el crisol 10 es de formato estándar "G2", de sección cuadrada y presenta las siguientes dimensiones:

- 25 - altura: 420 mm
- anchura de cada lado: 380 mm.

Con referencia a la figura 8, con dichas dimensiones, el flujo de argón que alimenta el dispositivo, indicado por Q_{in} , se reparte globalmente de la siguiente manera:

- 30 - los flujos de protección Qa_{pro} - Qd_{pro} representan aproximadamente el 62,5 % del flujo Q_{in} ;
- los flujos de purificación laterales $QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$ representan aproximadamente el 33 % del flujo Q_{in} ;
- los flujos de purificación QC_{pur} representan aproximadamente el 4,5 % del flujo Q_{in} .

35 Dicho de otra manera, el flujo de argón Q_{in} se reparte globalmente: 2/3 en horizontal o ligeramente inclinado con relación a la horizontal (Qa_{pro} - Qd_{pro}) y 1/3 dirigido hacia abajo ($QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$ y QC_{pur}). Un reparto de ese tipo es óptimo.

40 En el ejemplo particular de realización que se acaba de describir, los flujos QC_{pur} y $QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$, llamados "primeros flujos", tienen una función de purificación de la superficie libre del material a tratar. El tratamiento efectuado por estos primeros flujos consiste en purificar la superficie libre del material. Con este fin, el gas (o la mezcla gaseosa) que compone los primeros flujos QC_{pur} y $QL1_{pur}$ - $QL4_{pur}$ es inerte con relación al material a tratar. Estos primeros flujos podrían como variante tener una función de tratamiento de la superficie libre del material, distinta de la purificación. Podría tratarse de flujos gaseosos reactivos con el material a tratar, correspondiendo la reacción entre los primeros flujos y el material al tratamiento aplicado al material.

45 De manera general, la invención se refiere por tanto a un procedimiento de tratamiento de la superficie libre de un material líquido en el que

- 50 - se emiten uno o varios primer(os) flujos gaseosos, que barren la superficie libre del material líquido y posteriormente se evacúan por la abertura de evacuación del recipiente que contiene el material a tratar y
- simultáneamente con la emisión del o de los primeros flujos, se emiten uno o varios segundo(s) flujos gaseosos, de manera que formen, por encima del material a tratar, una cubierta de protección separada de la superficie libre del material, y posteriormente se evacúan por una parte superior de la abertura de evacuación del recipiente, siendo evacuados el o los primeros flujos a través de la parte inferior restante de la abertura de evacuación.

55 En la descripción que antecede, los primeros flujos y los segundos flujos comprenden el mismo gas (o mezcla gaseosa). Como variante, se podría tratar de dos gases (o mezclas gaseosas) diferentes.

60 En lugar de presentar una sección cuadrada, el recipiente 10 podría presentar cualquier otra forma. Por ejemplo, el recipiente 10 podría ser de forma cilíndrica y presentar una sección circular. En este caso, los primeros flujos (es decir los flujos de purificación en el caso de la aplicación de la invención a la cristalización de un material) incluyen un flujo central dirigido verticalmente hacia abajo y una pluralidad de flujos laterales orientados respectivamente hacia una pluralidad de zonas de una o de unas paredes laterales del recipiente.

65 En la descripción que se acaba de hacer, el recipiente 10 está cerrado por una cubierta 16. Se podría concebir la supresión de la cubierta material, asegurando la capa de gas formada por los flujos de protección la función de cubierta gaseosa que forma una barrera de protección entre el exterior y el interior del recipiente. La invención se refiere por

tanto también a un sistema que incluye el dispositivo de emisión de flujos y a un recipiente desprovisto de cubierta.

5 En la descripción que antecede, el recipiente lleva unas aberturas de evacuación de los flujos de tratamiento. S podría concebir igualmente que los flujos se evacúen por una zona de evacuación sobresaliente del borde superior del recipiente y que se extiende por encima de toda la periferia de la superficie libre a tratar del material. En este caso, el o los segundos flujos de tratamiento (es decir los flujos de protección en el ejemplo descrito) se evacúan por una parte superior de la zona de evacuación y el o los primeros flujos de tratamiento (es decir los flujos de purificación en el ejemplo descrito) se evacúan por una parte inferior de la zona de evacuación, intercalada entre la parte superior de la zona de evacuación y el borde superior del recipiente.

10 El material a tratar podría ser sólido. En este caso, Podría no estar contenido en un recipiente y la zona de evacuación podría sobresalir de la periferia de la superficie libre del material.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de tratamiento de una superficie libre de un material, que comprende una etapa (E1) de emisión de al menos un primer flujo gaseoso (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}), una etapa (E2) de barrido de la superficie libre del material por el primer flujo (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}) seguida por una etapa (E3) de evacuación del primer flujo por al menos una zona de evacuación (103a-103d), caracterizado por que comprende, simultáneamente a la etapa (E1) de emisión del primer flujo (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}), una etapa (E4) de emisión de al menos un segundo flujo gaseoso (Q_{apro} - Q_{dpro}) formando una cubierta de protección por encima de la superficie libre del material (15), separada de dicha superficie libre y una etapa (E6) de evacuación del segundo flujo gaseoso (Q_{apro} - Q_{dpro}) por una parte superior de dicha zona de evacuación (103a-103d) de un recipiente (10), siendo evacuado dicho primer flujo (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}) a través de una parte inferior de la zona de evacuación (103a-103d), estando contenido el material en un recipiente provisto de al menos una abertura de evacuación, siendo evacuado el segundo flujo a través de una parte superior de dicha abertura de evacuación y siendo evacuado el primer flujo a través de una parte inferior restante de la abertura de evacuación, ocupando dicha parte superior de la abertura de evacuación (103a-103d) entre un 50 % y un 80 % de la altura total de la abertura (103a-103d).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que un número N de segundos flujos gaseosos (Q_{apro} - Q_{dpro}) se emite y posteriormente se evacúa respectivamente a través de N aberturas de evacuación (103a-103d) del recipiente (10), siendo N superior o igual a dos, principalmente igual a cuatro.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que se emite un conjunto de primeros flujos (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}), incluyendo dicho conjunto un flujo central (QC_{pur}) dirigido verticalmente hacia abajo y una pluralidad de flujos laterales (QL_{1pur} - QL_{4pur}) orientados respectivamente hacia una pluralidad de zonas periféricas de la superficie libre del material.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el segundo flujo (Q_{apro} - Q_{dpro}) se dimensiona para cubrir la anchura horizontal de dicha abertura de evacuación (103a-103d).
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado por que el primer flujo central (QC_{pur}) se emite desde una zona de emisión situada por debajo de la abertura de evacuación (103a-103d).
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el primer y segundo flujos (QL_{1pur} - QL_{4pur} , QC_{pur} , Q_{apro} - Q_{dpro}) se emiten desde unas zonas de emisión situadas sobre o en la proximidad de un eje central vertical del recipiente (10).
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que dicha parte superior de la abertura de evacuación (103a-103d) ocupa entre el 50 % y el 70 % de dicha altura.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 7, caracterizado por que los primeros flujos laterales (QL_{1pur} - QL_{4pur}) se dirigen según una dirección que forma un ángulo (θ) comprendido estrictamente entre 0° y 90° con relación a la vertical, en particular inferior o igual a 45°.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el primer flujo (QL_{1pur} - QL_{4pur} , QC_{pur}) es un flujo de purificación de la superficie libre del material (15), que comprende un gas, o una mezcla de gases, inerte con relación al material a tratar.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa (E2) de barrido de la superficie libre del material se implementa durante una operación de cristalización del material (15).
11. Sistema que incluye un dispositivo de tratamiento de una superficie libre de un material y un recipiente (10) destinado a contener el material a tratar, comprendiendo el dispositivo un conducto (200-201) de emisión de al menos un primer flujo gaseoso (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}) adaptado para barrer la superficie libre del material y posteriormente ser evacuado por al menos una zona de evacuación (103a-103d), caracterizado por que el conducto de emisión (200-201) comprende al menos una abertura lateral (2000a-2000d) de emisión de un segundo flujo gaseoso (Q_{apro} - Q_{dpro}) adaptado para formar una cubierta de protección por encima de la superficie libre del material y separada de dicha superficie libre y para ser evacuado por una parte superior de la zona de evacuación (103a-103d) de un recipiente (10), sirviendo una parte inferior de la zona de evacuación (103a-103d) para la evacuación del primer flujo (QL_{1pur} - QL_{4pur} y QC_{pur}), estando provisto el recipiente de al menos una abertura de evacuación del segundo flujo a través de una parte superior de dicha abertura de evacuación y del primer flujo a través de una parte inferior restante de la abertura de evacuación, ocupando dicha parte superior de la abertura de evacuación (103a-103d) entre un 50 % y un 80 % de la altura total de la abertura (103a-103d), comprendiendo el conducto (200-201) dos partes, superior (200) e inferior (201), siendo la sección de la parte superior mayor que la de la parte inferior, disponiéndose dicha abertura lateral de emisión (2000a-2000d) en la parte superior (200), incluyendo la parte inferior (201) un collarín superior (2012) introducido en la parte superior (200), presentando dicho collarín al menos una rampa (2014a-2014d) de circulación de un segundo flujo (Q_{apro} - Q_{dpro}) que se extiende al menos parcialmente en línea recta de la abertura lateral de emisión (2000a-2000d), estando conformada dicha rampa para orientar el segundo flujo hacia la parte superior de la zona de

evacuación (103a-103d).

- 5 12. Sistema según la reivindicación 11, caracterizado por que el dispositivo comprende N aberturas laterales (2000a-2000d) de emisión de N segundos flujos gaseosos respectivos ($Q_{a_{pro}}-Q_{d_{pro}}$), siendo N superior o igual a dos, principalmente igual a cuatro.
- 10 13. Sistema según la reivindicación 11 o 12, caracterizado por que el collarín (2012) lleva una pluralidad de ranuras verticales (2015a-2015d), incluyendo cada ranura un fondo inclinado con relación a la vertical y que forma una rampa de circulación de un primer flujo lateral ($QL_{1_{pur}}-QL_{4_{pur}}$), estando adaptada dicha rampa para orientar el primer flujo hacia una pluralidad de zonas periféricas de la superficie libre del material.
- 15 14. Sistema según una de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por que dicha abertura lateral (2000a-2000d) de emisión de un segundo flujo ($QL_{1_{pur}}-QL_{4_{pur}}$) se dimensiona de manera que asegure un reparto de un flujo gaseoso de alimentación en al menos un segundo flujo y al menos un primer flujo según unas proporciones predefinidas.
- 15 15. Sistema según una de las reivindicaciones 11 a 14, caracterizado por que dicha parte superior de la abertura de evacuación (103a-103d) ocupa entre el 50 % y el 70 % de dicha altura.

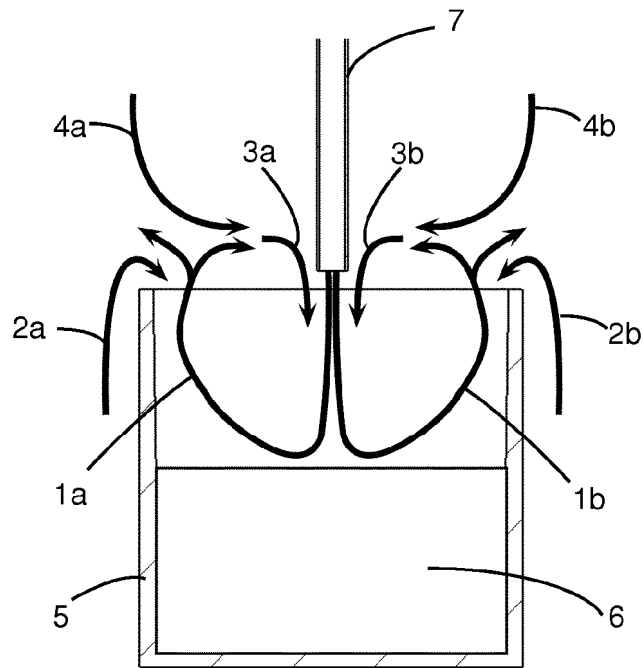


Figura 1 (Técnica anterior)

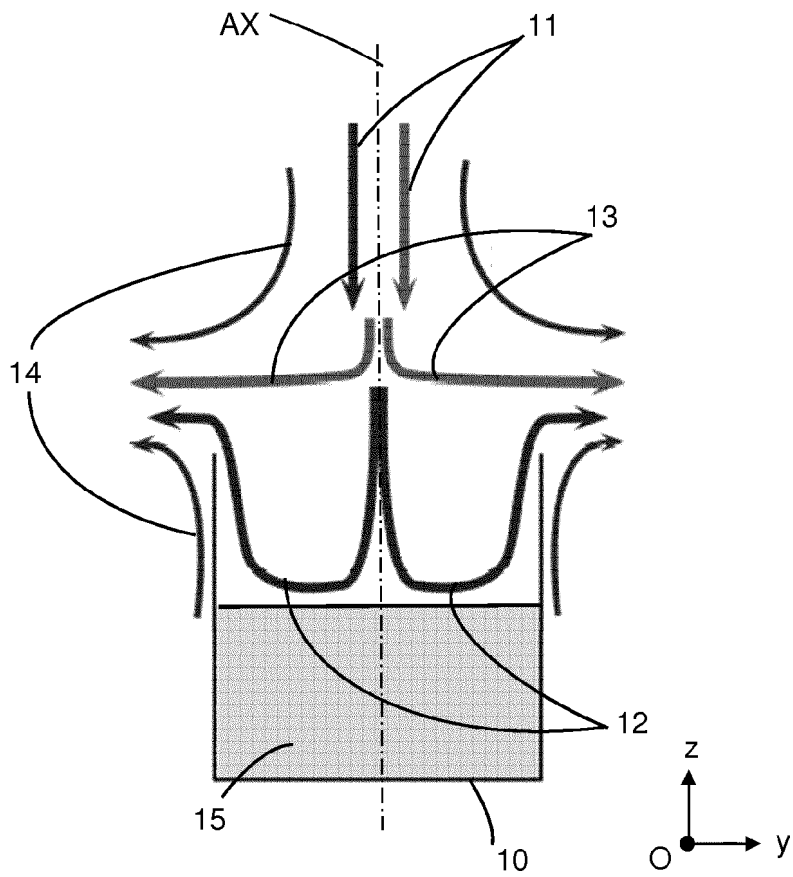


Figura 2

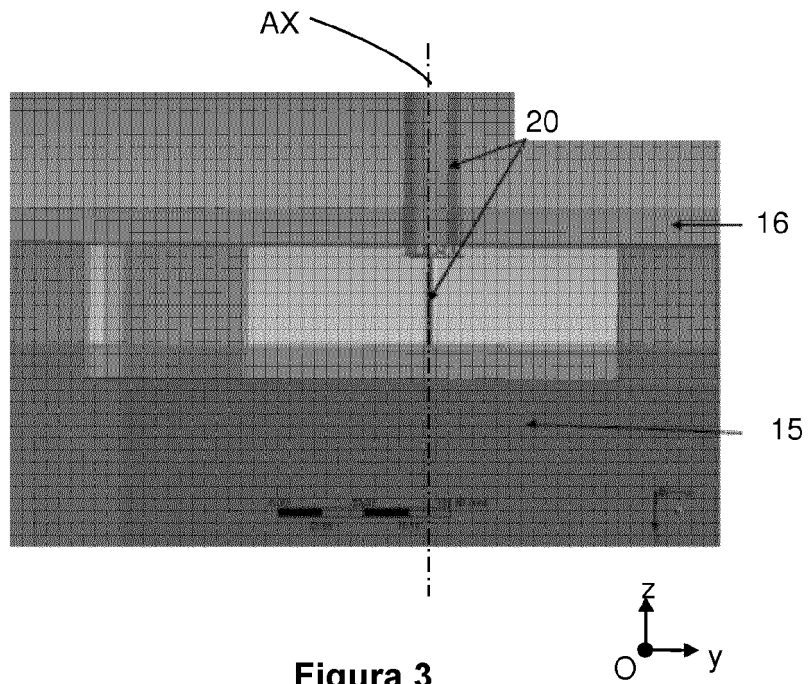


Figura 3

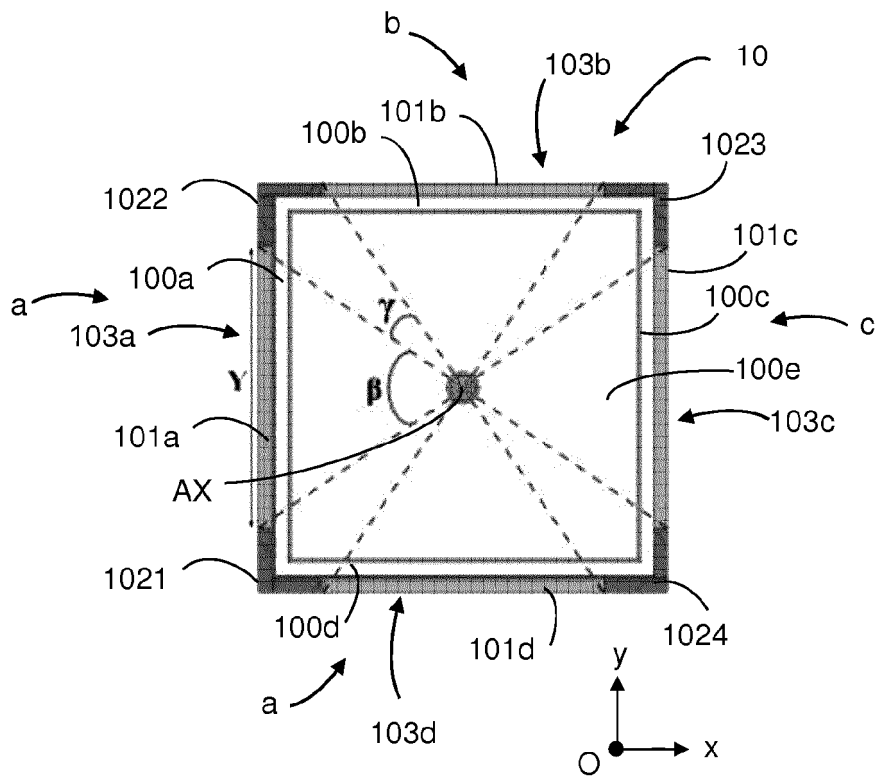
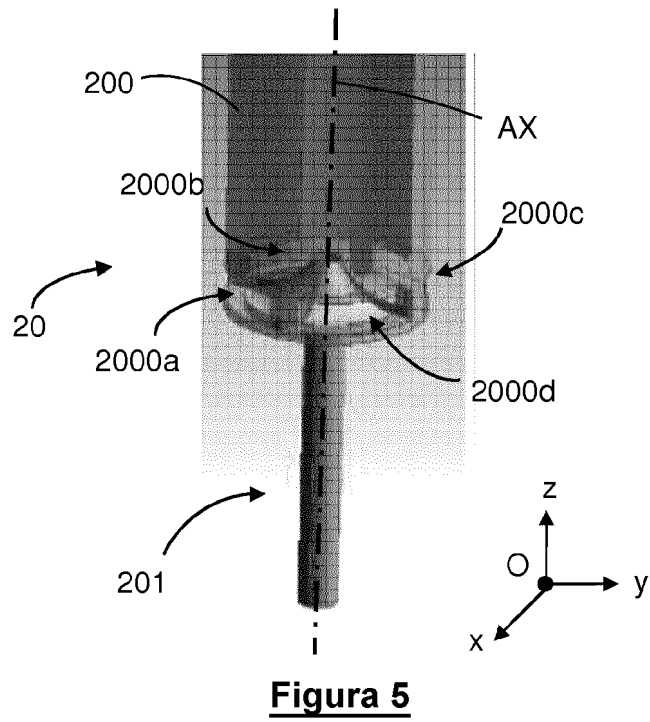
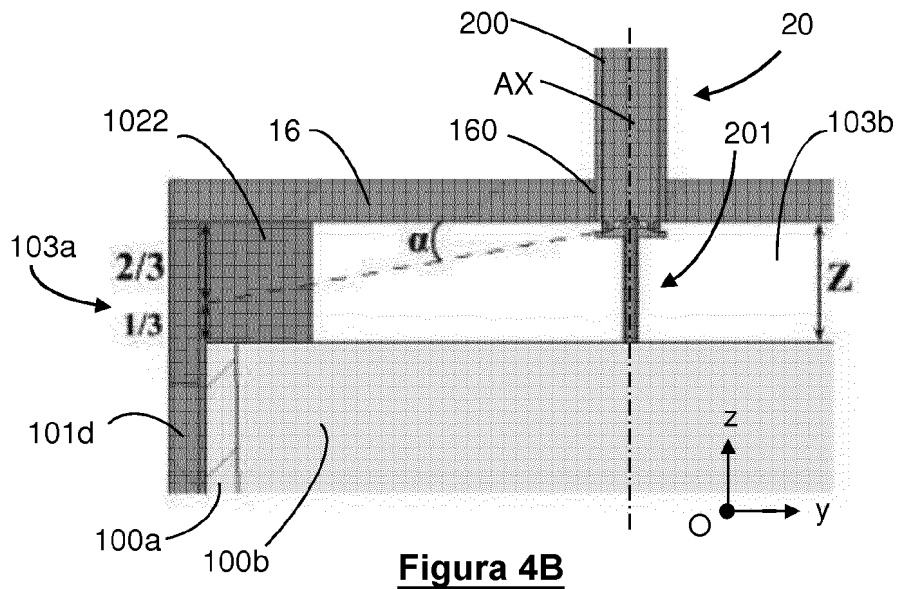


Figura 4A



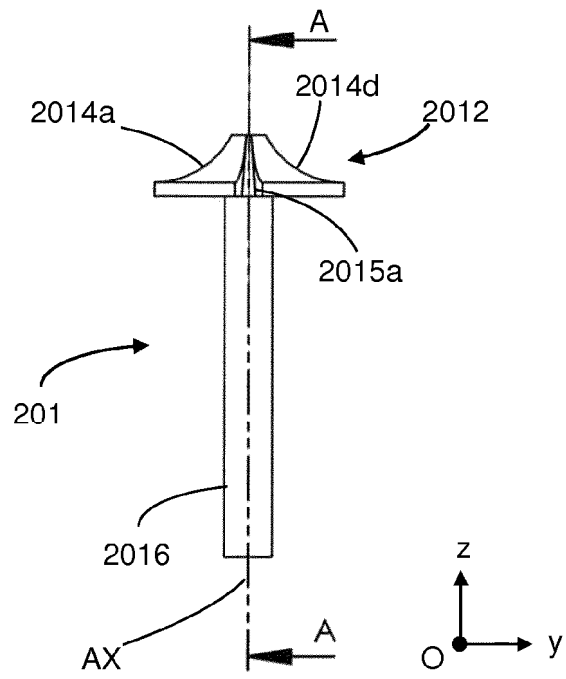


Figura 6A

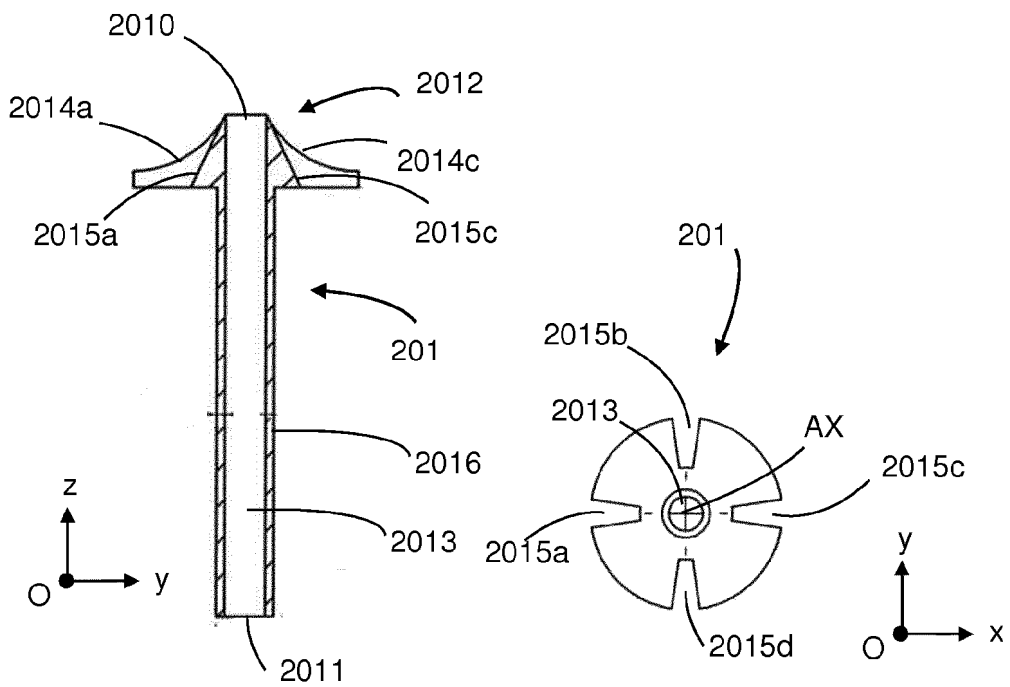


Figura 6B

Figura 6C

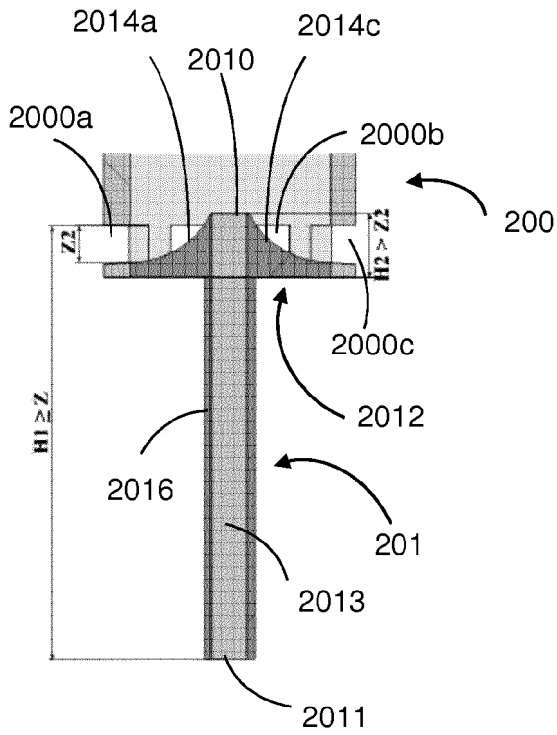


Figura 7A

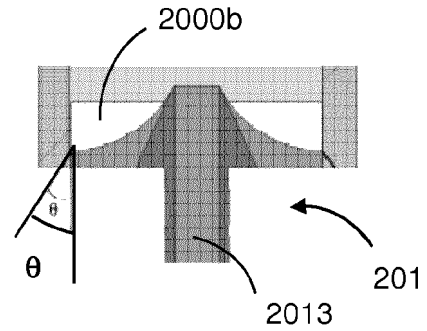


Figura 7B

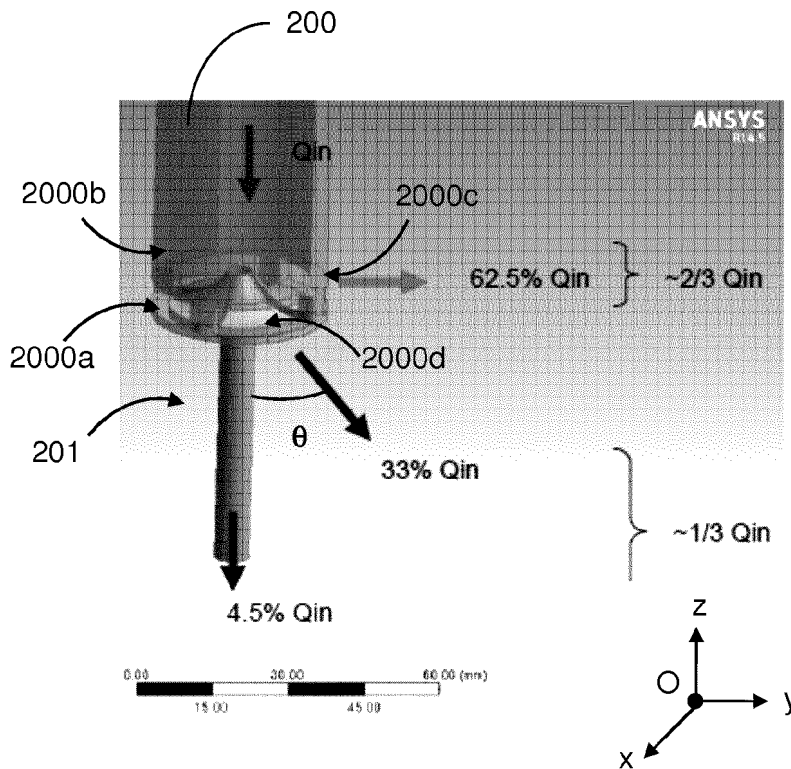


Figura 8

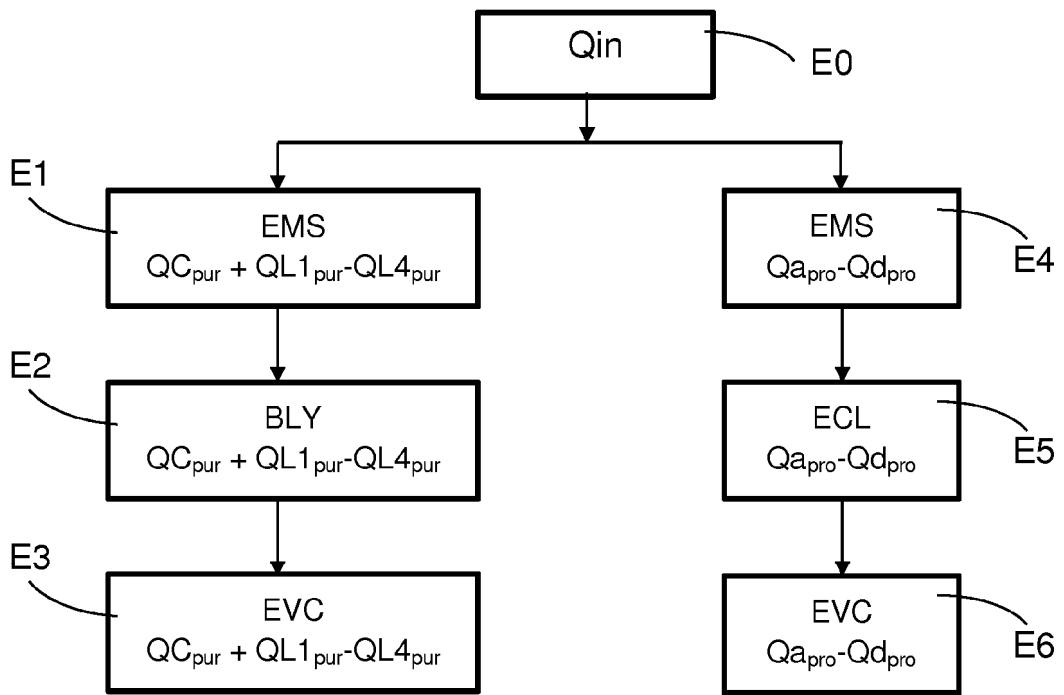


Figura 9