

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

**N° 80 19942**

---

⑮ Procédé de solidification d'un fluide tel qu'un bain de silicium et procédé obtenu.

⑯ Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 30 B 15/00, 19/00.

⑰ Date de dépôt..... 16 septembre 1980.

⑱ ⑳ ㉑ Priorité revendiquée : Japon, 20 septembre 1979, n° 121339/79; 28 janvier 1980, n°s 8576/80, 8577/80 et 8578/80.

㉒ Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 13 du 27-3-1981.

---

㉓ Déposant : Société dite : SONY CORPORATION, résidant au Japon.

㉔ Invention de : Toshihiko Suzuki, Nobuyuki Isawa, Yasunori Ohkubo et Kinji Hoshi.

㉕ Titulaire : *Idem* ㉓

㉖ Mandataire : Cabinet Bert, de Keravenant & Herrburger,  
115, bd Haussmann, 75008 Paris.

La présente invention concerne un procédé de solidification d'un liquide et en particulier un procédé de solidification utilisé dans le procédé de croissance de cristaux à partir d'un bain, présentant une conductivité électrique  
5 suffisante.

Selon la technique, lorsqu'on réalise par exemple du silicium en le développant selon le procédé Czochralski, comme le bain de silicium est à une température d'environ 1420°C, dépassant le nombre de Rayleigh critique, il se produit  
10 toujours un écoulement par convection thermique dans le bain de silicium. C'est pourquoi, on fait vibrer la surface du bain de silicium et l'épaisseur de la couche limite de l'interface solide-liquide du matériau en développement, subit les fluctuations. A ce moment, il se produit une redissolution microscopique dans le cristal développé. Cela fait apparaître des  
15 défauts ponctuels tels que la régénération irrégulière d'impuretés, des tourbillons ou analogues dans le cristal ainsi développé.

De même le bain de silicium réagit avec la surface du creuset en quartz ( $\text{SiO}_2$ ) du fait du mouvement d'écoulement du bain de silicium, sous l'effet de la convection thermique ; ainsi, l'oxygène qui constitue l'un des composants du quartz du creuset se dissout dans le bain de silicium. En général, les cristaux réalisés selon le procédé ci-dessus contiennent jusqu'à environ  $10^{18}$  atomes/cm<sup>3</sup> d'oxygène. A une température à laquelle l'oxydation thermique est effectuée dans un procédé de fabrication de semi-conducteurs, par exemple à 1000°C, la solubilité de l'oxygène dans le bain de silicium est de l'ordre de  $3 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>. A une température à laquelle  
20 se produit l'oxydation thermique au cours du procédé de fabrication des semi-conducteurs, par exemple à 1000°C, la solubilité de l'oxygène dans le bain de silicium est d'environ  $3 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>. C'est pourquoi, on arrive à une sursaturation d'oxygène au cours du procédé de chauffage habituel provoquant la précipitation de l'oxygène. Les produits ainsi précipités constituent des germes provoquant le développement de boucles de dislocation, de défauts d'empilage etc. En outre, la précipitation de la silice  $\text{SiO}_2$  produit la déformation de la plaquette semi-conductrice au cours du cycle de chauffage pendant son procédé  
30 de fabrication.  
40

Comme décrit ci-dessus, le cristal de silicium fabriqué selon le procédé Czochralski présente des difficultés telles que la fluctuation microscopique de la distribution de l'impureté, la régénération de l'oxygène assimilable à une  
5 bande, des tourbillons, des défauts etc. Au contraire, le cristal de silicium fabriqué par le procédé de flottaison par zone est moins contaminé par le produit du creuset et la concentration en oxygène est inférieure à  $10^{16}$  atomes/cm<sup>3</sup>. Dans ce cas, la précipitation de l'oxygène est réduite. Toutefois lorsque la  
10 concentration de l'oxygène du cristal est inférieure à  $10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>, il y a une autre difficulté car la dislocation du cristal peut se propager et provoquer des difficultés pendant le procédé de fabrication du semi-conducteur.

La présente invention a pour but de créer un  
15 procédé de solidification d'un liquide dans un récipient, en appliquant un champ au produit liquide par exemple un bain en fusion ou analogue contenu dans le creuset, suivant la direction transversale du creuset (horizontalement) pour supprimer les mouvements d'écoulement par convection du bain ou de la  
20 solution et commander ainsi la dissolution du composant du creuset dans le bain ou la solution.

L'invention a également pour but de créer un procédé de cristallisation dans lequel, lorsque le cristal de silicium est réalisé selon le procédé Czochralski, on applique  
25 un champ magnétique au bain de silicium pour réduire son écoulement thermique par convection et permettre ainsi un développement stable du cristal, avec peu de bandes de croissance et peu d'irrégularités.

L'invention a également pour but de créer un  
30 procédé de cristallisation servant à la fabrication d'un semi-conducteur, procédé selon lequel on réduit la réaction entre le bain de silicium et le creuset en quartz, pour abaisser ainsi la concentration en oxygène dans le cristal ainsi développé, pour avoir peu de précipitation d'oxygène et peu de défauts  
35 pendant le procédé de fabrication d'un semi-conducteur, moins de déformation de la plaquette du semi-conducteur, ce qui est pratique pour le phototraitement, une faible distribution de la résistivité dans la plaquette et une plus grande durée de vie, pour rendre uniformes les caractéristiques et réduire le  
40 courant sombre.

L'invention a également pour but de créer un procédé de solidification qui puisse s'appliquer à la fabrication d'un cristal ou d'un alliage, composé de plus de deux types de matériaux différents par leur densité, en supprimant les mouvements d'écoulement par convection à l'intérieur des matériaux en fusion, et en permettant de développer des cristaux en ruban du fait que la surface et la température du bain ou de la solution présentent moins de fluctuations.

L'invention a également pour but de créer un procédé permettant de développer un cristal d'un composé semi-conducteur tel que GaAs etc du fait de la faible dissolution du composant constitutif du creuset (Si) dans le bain.

Enfin, l'invention a pour but de créer un procédé s'appliquant à la fabrication de cristaux semi-conducteurs à résistivité élevée, utilisés pour des dispositifs ayant une tension de claquage élevée ou des transistors de type MOS, très rapides.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de solidification caractérisé en ce qu'on utilise un matériau liquide à conduction d'électricité, contenu dans un réservoir et on applique un champ magnétique fixe unidirectionnel à ce liquide pour que la dissolution d'au moins un élément du récipient dans le liquide se fasse essentiellement par diffusion.

La présente invention sera décrite plus en détail à l'aide des dessins annexés, dans lesquels :

- la figure 1 est un schéma d'un appareil pour la mise en oeuvre du procédé Czochralski, auquel est appliquée l'invention.
- la figure 2 est un graphique donnant la température du bain dans un récipient à une distance de 3 cm de la paroi.
- la figure 3 est un graphique montrant la relation entre la vitesse de rotation relative entre un creuset et un cristal, et la concentration en oxygène du cristal.
- la figure 4 est un graphique donnant la concentration en oxygène dans la section transversale d'un cristal de silicium, tiré dans la direction cristallographique entre des crochets pointus  $\langle 100 \rangle$ , sans appliquer de champ magnétique.
- la figure 5 est un graphique montrant la relation entre l'intensité du champ magnétique appliqué au bain et

la concentration en oxygène dans le cristal réalisé à partir du bain.

- la figure 6 est un graphique donnant la distribution de la concentration en oxygène dans un cristal suivant sa direction longitudinale.

- la figure 7 est un graphique donnant la relation entre les durées de cycle de chauffe d'une plaquette et sa déformation.

- la figure 8 est un graphique donnant la distribution de la résistivité d'un cristal dopé par du phosphore, suivant sa direction radiale.

- la figure 9 est un graphique donnant la distribution de la résistivité d'un cristal dopé par du bore suivant sa direction longitudinale.

#### 15 DESCRIPTION D'UN MODE DE REALISATION PREFERENTIEL :

La force d'entraînement qui provoque des mouvements du bain par convection, est liée au nombre de Rayleigh  $N_{Ra}$ . Si l'accélération de la gravité est égale à  $g$ , le coefficient de dilatation thermique du bain égal à  $\alpha$ , la différence de température du bain dans la direction latérale (suivant laquelle est appliqué le champ magnétique) égale à  $\Delta T$ , le diamètre intérieur du creuset contenant le bain égal à  $D$ , la viscosité cinématique du bain égale à  $\nu$  et le coefficient de diffusion thermique égal à  $k$ , le nombre de Rayleigh  $N_{Ra}$  est donné par la formule suivante :

$$N_{Ra} = g \cdot \alpha \cdot \Delta T \cdot D^3 / \nu \cdot k \quad \dots (1)$$

Lorsque le nombre de Rayleigh est inférieur au nombre critique (environ  $2 \times 10^3$ ), le mouvement d'écoulement du bain par convection est sensiblement un écoulement laminaire et c'est pourquoi le bain est stable ; par contre, lorsque le nombre de Rayleigh dépasse le nombre critique, on a un écoulement qui devient progressivement irrégulier, puis le bain s'agite. Lorsque le diamètre du creuset est important, on a des difficultés pour un nombre de Rayleigh important. Par exemple ce nombre est égal à  $10^7$  dans le cas  $D = 20$  cm et pour un poids du bain de silicium de l'ordre de 30 à 50 kg.

Récemment les plaquettes de grand diamètre (par exemple 12 cm) ont été demandées, si bien qu'il est important de supprimer les mouvements du liquide par convection

pour permettre la fabrication d'une bonne plaquette.

Il est connu que lorsqu'on applique un champ magnétique à un fluide ayant une bonne conductivité électrique, la viscosité devient élevée, car le fluide qui traverse le champ magnétique est soumis à une force perpendiculaire à sa direction de déplacement (loi de Lenz).

La viscosité du bain de silicium est égale à  $8 \times 10^{-3}$  g/cm·sec ; cette valeur est inférieure à celle de l'eau à 20°C. Si l'on applique un champ magnétique de 2000 Gauss au bain de silicium, la viscosité réelle est égale à 10 g/cm·sec.

En appelant le nombre de Rayleigh, critique  $N_{Ra}^c$ , ce nombre s'exprime comme suit :

$$N_{Ra}^c = \pi^2 M^2 \quad \dots (2)$$

Dans cette formule M est le nombre de Hartmann qui est sans dimension ; ce nombre est proportionnel à l'amplitude du champ magnétique. Lorsqu'on applique le champ magnétique, le nombre de Rayleigh, critique devient important ; il est par exemple égal à  $9 \times 10^7$  pour un champ magnétique de 1500 Gauss et le nombre de Rayleigh  $10^7$  mentionné précédemment est inférieur à ce nombre critique, si bien que l'écoulement par convection s'arrête. Pour supprimer pratiquement l'agitation du fluide, il suffit d'appliquer un champ magnétique de plusieurs centaines de Gauss au fluide.

La vitesse de l'écoulement par convection dans le bain est de l'ordre de 5 à 10 mm/sec lorsqu'il n'y a pas de champ magnétique appliqué au bain; cette vitesse est suffisamment faible pour pouvoir se mesurer lorsqu'on applique un champ magnétique d'une intensité de 4000 Gauss.

Comme l'agitation du bain disparaît par l'application du champ magnétique, la force d'entraînement qui contribue au mouvement des atomes du soluté, dissous dans la solution pour le développement du cristal, se limite au mouvement dû à la diffusion. On arrive ainsi à une couche limite de diffusion, épaisse et stable. En outre, la réaction du bain de silicium avec le creuset en quartz c'est-à-dire  $Si + SiO_2 \rightarrow 2SiO$  disparaît et l'oxygène dissous est transféré à l'interface solide-liquide uniquement par diffusion et non par un écoulement de convection. Cela réduit la concentration en oxygène dans le cristal.

Il est connu selon l'art antérieur que dans le procédé de développement d'un cristal InSb par un système horizontal, on applique un champ magnétique au bain pour y supprimer  
5 les écoulements par convection thermique (Journal of Applied Physics, Vol. 37, p 2021, 1966 ou brevet US 3.464.812 et Nature, Vol. 210. p 933, 1966). Puis on a tenté d'appliquer un champ magnétique pour le développement du cristal In par le procédé Czochralski (Journal of Materials Science, Vol. 5,  
10 p 822, 1970). Dans cet essai, on a constaté que la viscosité du bain augmentait et que l'écoulement par convection thermique était diminué dans le bain, que l'uniformité de la répartition des impuretés et que la stabilité de la surface du bain étaient relativement mauvaises du fait de l'application du champ magné-  
15 tique. Il est ainsi indiqué que l'application d'un champ magnétique au procédé de Czochralski ne présente aucun avantage. A la suite de cela, aucune autre tentative pour appliquer un champ magnétique pendant la croissance d'un cristal n'a été faite.

20 La description ci-après concerne un exemple d'un procédé selon l'invention qui est appliqué au procédé Czochralski pour développer un cristal de silicium et réduire les mouvements d'écoulement par convection thermique dans le bain de silicium en appliquant un champ magnétique fixe uni-  
25 directionnel au bain de silicium.

La figure 1 est un schéma d'un appareil pour la mise en oeuvre du procédé de Czochralski auquel est appliquée l'invention. Selon la figure 1, on a un matériau en fusion 1, ayant une force de conductivité électrique, par exemple un  
30 bain de silicium. Ce bain de silicium 1 est placé dans un récipient ou creuset 2 en un matériau isolant tel que du quartz. Un dispositif de chauffage 3 se trouve à l'extérieur du creuset 2 pour le chauffer. A l'aide d'un seul germe de cristal, on tire un cristal unique 4 de silicium en utilisant le mandrin  
35 de traction 5. La tige de traction formant le mandrin 5 est entourée par une chemise 6 en acier inoxydable, dans laquelle circule de l'argon gazeux. A l'extérieur de la chemise en acier inoxydable 6 se trouvent deux générateurs de champ magnétique tels que des électro-aimants 7, tournés l'un contre l'autre de part et d'autre de la chemise 6. La distance horizontale entre  
40 les pôles des électro-aimants 7 est choisie par exemple égale

à 35 cm et le dispositif de chauffage 3 est une résistance placée suivant un tracé en zigzag, qui reçoit un courant continu dont les composantes d'ondulation sont inférieures à 4 % ou un courant alternatif ou pulsé, d'une fréquence supérieure à 1 K cycle, pour éviter que le dispositif de chauffage 3 ne vibre.

2 à 3 minutes après l'application d'un champ magnétique d'une intensité de 4000 Gauss au bain 1 contenu dans le creuset 2, par les électro-aimants 7, la température du bain 1 qui fluctuait antérieurement, devient stable et la surface du bain 1 qui était ondulée, devient lisse. La fluctuation de température du bain est de 5 à 10°C lorsqu'aucun champ magnétique ne lui est appliqué ; cette température passe à 0,1 - 0,3°C lorsqu'on lui applique un champ magnétique.

La figure 2 est un graphique donnant la température du bain dans une position éloignée de 3 cm de la paroi du creuset. Si le transfert de chaleur entre le bain dans le creuset et l'extérieur est constant, la répartition de la température du bain dans le creuset est constante et le gradient de température dans le bain est plus raide que lorsqu'un champ magnétique y est appliqué. Le gradient de température, raide, du bain dans la direction de développement du cristal évite que le bain ne soit surrefroidi.

La surface latérale du lingot du cristal, qui se développe dans le champ magnétique, est lisse puisque la surface du bain n'est que faiblement agitée et que la fluctuation de température du bain est faible.

En comparant les sections transversales de cristaux extraits sans rotation, on a observé des schémas de bande, qui apparaissent clairement dans la section transversale du cristal sans qu'un champ magnétique n'y soit appliqué étant donné la différence de la concentration en impureté provoquée par la différence de vitesse de croissance due à la fluctuation de la température alors que l'on observe aucun tel schéma de bande dans la section transversale du cristal lorsqu'on applique un champ magnétique. Dans le cristal obtenu selon le procédé Czochralski, de l'oxygène fortement concentré se précipite dans le schéma en forme de bande.

Selon l'invention, on ne fait pas tourner le creuset 2 et le mandrin de traction 5 l'un par rapport à l'autre ou on les fait seulement tourner d'environ 0,1 à 0,2 tours par minute.

La figure 3 est un graphique montrant la relation entre la vitesse de rotation relative du creuset et du mandrin de traction ainsi que la concentration en oxygène dans le cristal ainsi développé. Dans le graphique de la figure 3, la ligne en pointillé correspond à l'absence de champ magnétique ; la courbe en trait plein correspond à l'application d'un champ magnétique de 4000 Gauss.

Pour développer un cristal ayant une section parfaitement circulaire, sans rotation, on divise le dispositif de chauffage 3 en plusieurs dispositifs élémentaires, par exemple huit dispositifs de chauffage qui sont répartis sur un cercle à l'extérieur du creuset 2 et de façon équi-angulaire ; on commande indépendamment la température de chaque élément de chauffage.

La figure 4 est un graphique illustrant la comparaison entre la concentration en oxygène de la section transversale du cristal de silicium développé suivant la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  pendant la transition lorsqu'on applique un champ magnétique, puis on le supprime.

La figure 5 est un graphique donnant la relation entre l'intensité du champ magnétique appliqué au bain et la concentration en oxygène du cristal d'un diamètre de 76 mm en faisant tourner le germe à une vitesse de 20 tours par minute et à une vitesse d'extraction de 1 mm/min. Dans ce cas, en appliquant un champ magnétique d'environ 1500 Gauss, l'écoulement par convection thermique du bain disparaît et pour des champs magnétiques plus intenses, la concentration en oxygène ne change pas beaucoup. Toutefois pour supprimer l'ondulation de la surface du bain par suite des vibrations mécaniques extérieures, il est avantageux d'appliquer un champ magnétique d'une intensité supérieure à 1500 Gauss.

La figure 6 est un graphique donnant la distribution de la concentration en oxygène dans un cristal suivant sa direction longitudinale. Les points ou petits cercles représentent la concentration en oxygène du cristal développé sans appliquer de champ magnétique au bain ; les points noirs représentent la concentration en oxygène dans un cristal développé en appliquant un champ magnétique à son bain. La plage préférentielle de la concentration en oxygène du cristal est comprise entre  $3 \times 10^{17}$  et  $7,5 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>, pour éviter la précipi-

tation de l'oxygène dans le cristal et la fragilité aux chocs thermiques. Le cristal développé sous l'effet d'un champ magnétique est satisfaisant à ce point de vue. Lorsque le cristal qui est développé en appliquant un champ magnétique et qui a une concentration en oxygène égale à  $5 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>, est oxydé thermiquement, l'oxydation induit des défauts d'empilage (OSF) et des dislocations dues à la précipitation de l'oxygène. La formation de boucles de dislocations par la précipitation de l'oxygène provoque des ondulations et déformations de la plaquette après les cycles de chauffage.

La figure 7 est un graphique illustrant la relation entre les durées des cycles de chauffage d'une plaquette et la déformation ultérieure de la plaquette d'un diamètre de 52 mm et d'une épaisseur de 380 microns soumise à un traitement thermique à une température de 1050°C pendant 100 heures ; puis on refroidit brutalement cette plaquette pour la faire passer d'une température de 1100°C à la température ambiante. Dans le graphique de la figure 7, la courbe A correspond à un cristal développé selon le procédé Czochralski, sans lui appliquer de champ magnétique ; la concentration en oxygène est égale à  $3 \times 10^{18}$  atomes/cm<sup>3</sup> ; la courbe B représente un cristal obtenu par flottaison de zone, sans appliquer de champ magnétique ; sa concentration en oxygène est égale à  $10^{16}$  atomes/cm<sup>3</sup> et la courbe C représente un cristal de Czochralski, obtenu sans appliquer de champ magnétique au bain ; la concentration en oxygène de ce dernier cristal est égale à  $5 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>. La concentration en oxygène qui dépasse la plage convenable provoque la précipitation de l'oxygène dans la plaquette ; lorsque la concentration en oxygène est en-dessous de la plage appropriée, cela n'évite pas la propagation des dislocations ni ne favorise l'apparition des ondulations de la plaquette.

La figure 8 est un graphique donnant la répartition dans la direction radiale de la résistivité d'un cristal dopé par du phosphore. Dans le graphique de la figure 8, les points noirs de la partie supérieure représentent les valeurs de la résistivité d'un cristal développé en l'absence de champ magnétique ; les cercles ou points blancs de la partie inférieure du graphique représentent les valeurs de la résistivité du cristal lorsqu'un champ magnétique est appliqué au bain. La différence de la distribution des valeurs de la résistivité du

second cas est inférieure à celle du premier cas.

La figure 9 est un graphique représentant la distribution de la résistivité d'un cristal dopé par du bore ; ce cristal est soumis à un traitement thermique de 450°C pendant 5 100 heures pour générer des donneurs dans sa direction longitudinale. La courbe D représente le cristal développé sans champ magnétique et dont la concentration en oxygène est égale à  $1,1 \times 10^{18}$  atomes/cm<sup>3</sup> ; la courbe E représente le cristal développé sous l'effet d'un champ magnétique et dont la concentration en oxygène est égale à  $4 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup>. Dans le 10 cas de la courbe D, l'oxygène est partiellement séparé dans le cristal et constitue une impureté formant un donneur ; la résistivité du cristal varie alors de façon microscopique. Dans l'invention, on obtient une plaquette de type P avec une résis- 15 tivité de  $100 \Omega$  cm à partir d'un cristal non dopé.

Lorsqu'on applique un champ magnétique à l'épais- seur de la couche limite (couche de diffusion) entre le solide et le liquide, l'interface augmente et on suppose que le coefficient effectif de ségrégation augmente d'environ 20 % avec le 20 dopage au phosphore.

Lorsqu'on n'applique pas de champ magnétique au bain de silicium, la concentration en oxygène du bain de silicium dans le creuset de quartz d'un diamètre de 123 mm est égale à environ  $10^{18}$  atomes/cm<sup>3</sup>, soit au centre, soit à la péri- 25 phérie du creuset alors que si l'on applique un champ magnétique de 4000 Gauss au bain de silicium, la concentration en oxygène est de  $9 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup> et de  $6,6 \times 10^{17}$  atomes/cm<sup>3</sup> à la périphérie et dans la partie centrale du bain de silicium contenu dans le creuset de quartz.

Lorsque le champ magnétique est appliqué au bain de silicium, cela réduit les mouvements d'écoulement par convection et ainsi la réaction du bain de silicium avec le creuset de quartz ou la dissolution des composants du creuset (SiO ou O) est diminuée, le transfert de l'oxygène se faisant alors seule- 35 ment par diffusion ; la vitesse de transport de l'oxygène diminue et il en est de même de sa vitesse de dissolution si bien que cela réduit le mouvement de l'oxygène à l'interface entre le solide et le liquide.

La présente invention peut s'appliquer non seule- 40 ment à la mise en oeuvre du procédé Czochralski, mais également

à un procédé consistant à développer un matériau dans la direction verticale ou horizontale, sous la forme d'un ruban ou d'un élément plat, en limitant à une faible valeur les ondulations de la surface du liquide ainsi que les fluctuations de la température du liquide.

5

De plus selon l'invention, lorsqu'on développe par exemple GaAs, à partir de la solution contenue dans un creuset en quartz, on réduit la dissolution du silicium et de l'oxygène dans la solution.

10

De même, selon l'invention, lors d'une croissance épitaxiale en phase liquide, par exemple GaAs, on réduit l'écoulement par convection de la solution Ga pour supprimer les ondulations de surface. Lorsqu'on développe un cristal par exemple en ferrite selon le procédé Bridgman, on réduit la dissolution

15

du matériau du creuset selon l'invention.

En outre, l'invention peut s'appliquer au développement de cristaux, de métaux et de diélectriques, à la fabrication d'alliages et de plus au développement de cristaux de semi-conducteurs ou de matériaux magnétiques.

RE V E N D I C A T I O N S

1°) Procédé de solidification caractérisé en ce qu'on part d'un produit liquide conducteur d'électricité, qui se trouve dans un creuset (2), on applique un champ magnétique stationnaire unidirectionnel (7) au liquide pour que la dissolution d'au moins un élément constitutif du creuset (récipient) (2) dans le liquide (1) se fasse essentiellement par diffusion.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le transfert de l'élément à la zone de solidification est commandé par la réduction de l'écoulement par convection du liquide.

3°) Produit notamment cristal obtenu à partir d'un bain de fusion traité selon le procédé de l'une quelconque des revendications 1 et 2.

FIG. 1

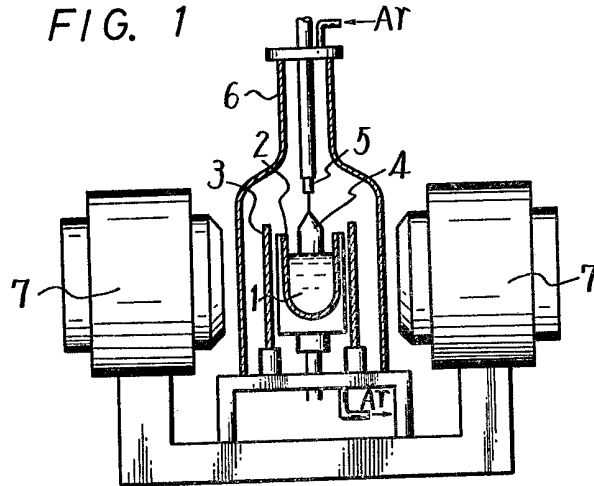
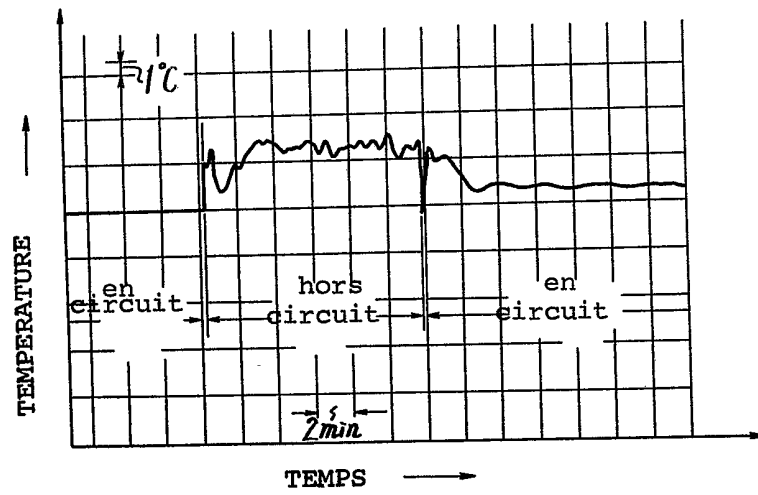
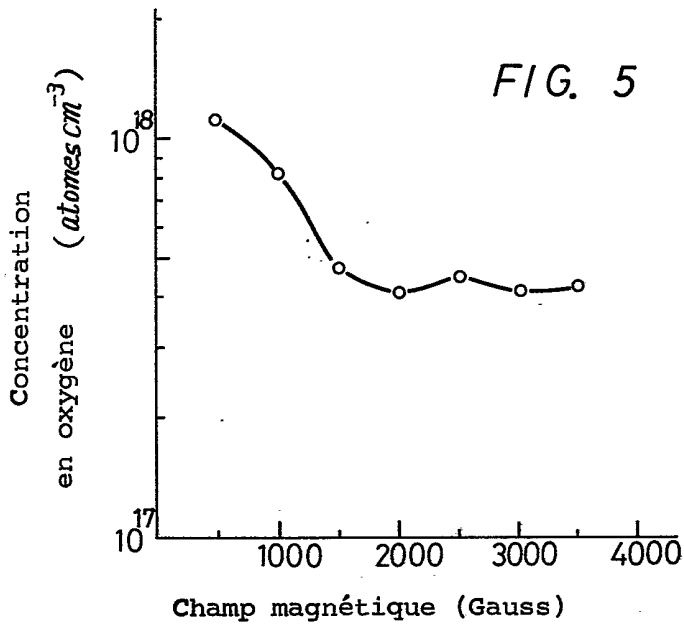
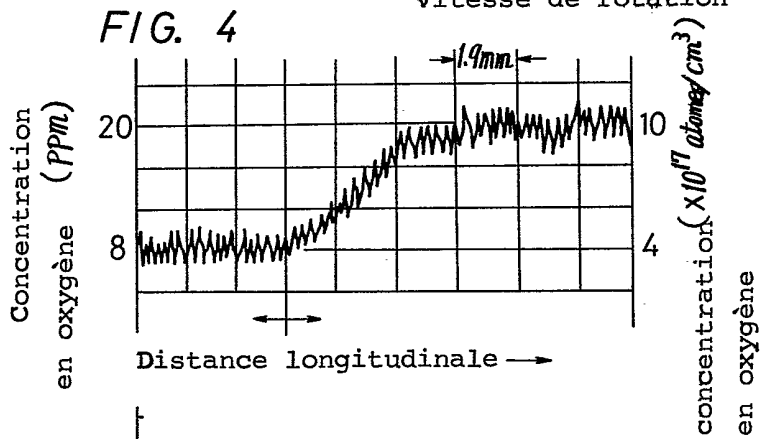
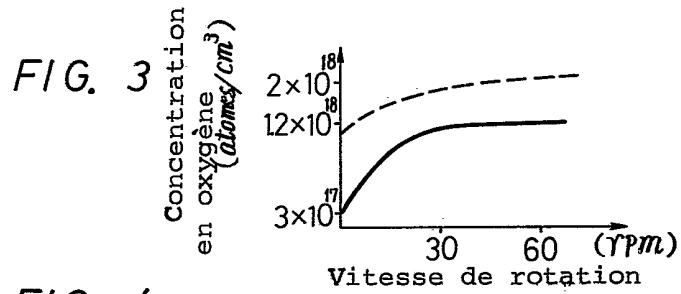


FIG. 2





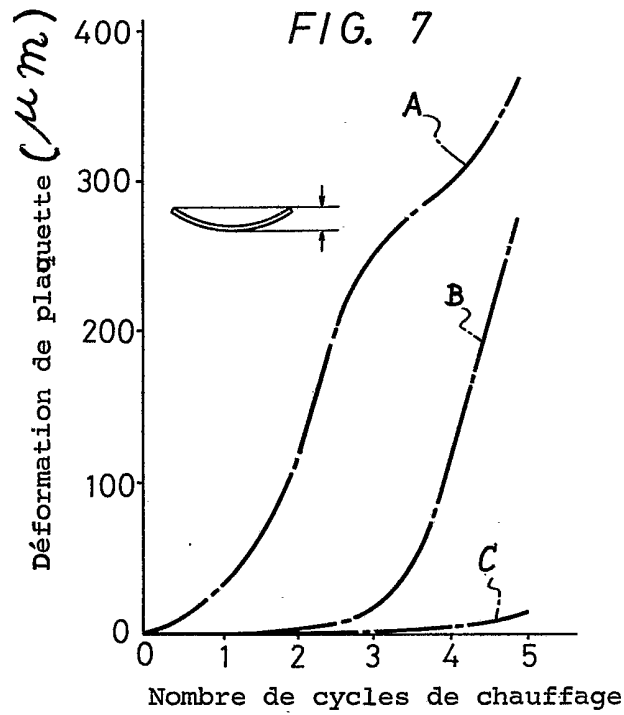
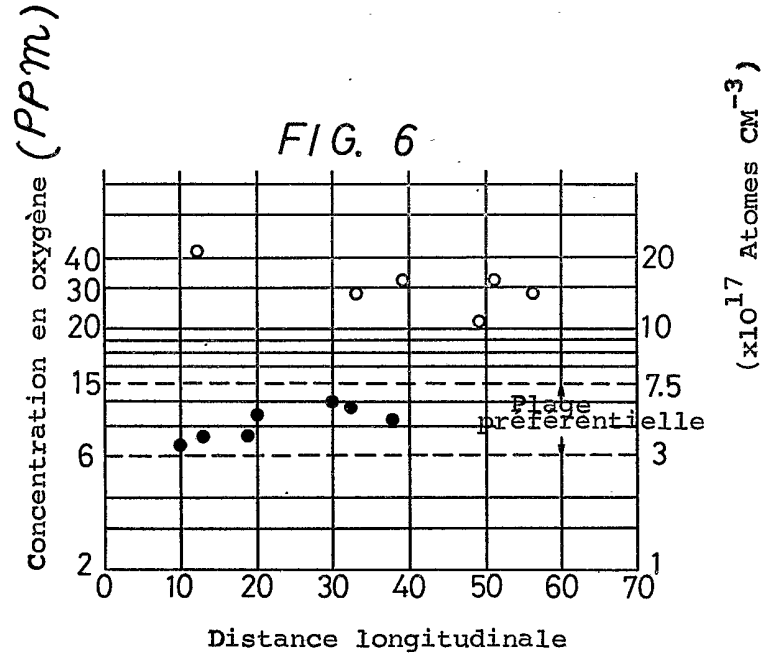


FIG. 8

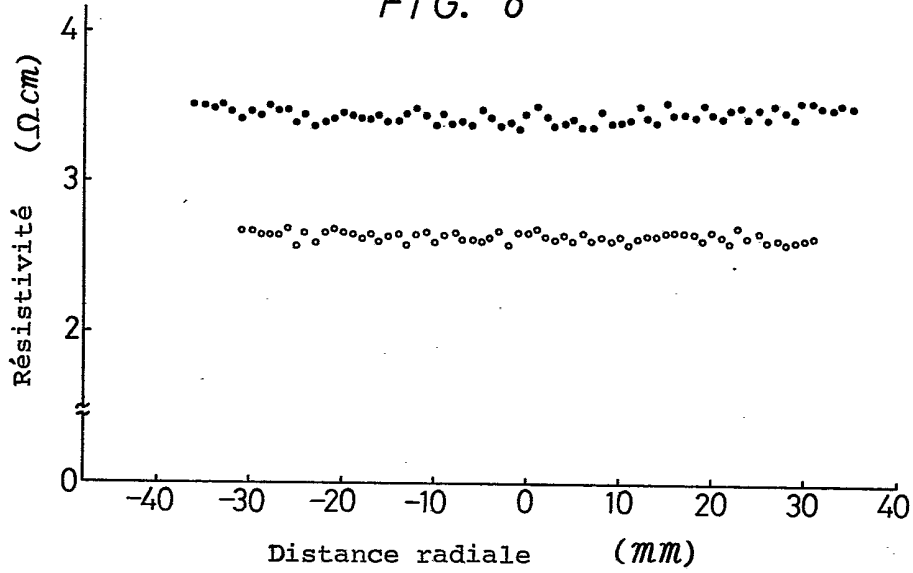


FIG. 9

