

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 17377

(54) Creuset perfectionné pour la croissance de corps cristallins.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 30 B 13/14.

(22) Date de dépôt..... 6 août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 10 août 1979, n° 065 506.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 8 du 20-2-1981.

(71) Déposant : MOBIL TYCO SOLAR ENERGY CORPORATION, société de droit américain, rési-
dant aux EUA.

(72) Invention de : Aaron Spencer Taylor.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Malémont,
42, av. du Président-Wilson, 75116 Paris.

La présente invention se rapporte, d'une manière générale, aux appareils pour le croissance de corps cristallins et concerne plus particulièrement de nouveaux ensembles à creuset pour faire croître des corps cristallins à partir d'une matière cristalline en fusion.

5 Il existe divers appareils et différents procédés pour faire croître des corps cristallins. L'un de ces procédés, qualifié ci-après "procédé capillaire" utilise un élément de croissance capillaire (qui, à défaut d'un meilleur nom, sera qualifié ci-après "filière capillaire"), qui est supporté par rapport à un creuset contenant une matière en fusion. Le procédé capillaire peut être
10 mis en oeuvre selon diverses techniques. A titre d'exemple, l'une de ces techniques est représentée et décrite dans le brevet américain n° 3 471 266 délivré au nom de Harold E. LaBelle Jr. et intitulé "Growth of Inorganic Filaments", tandis qu'une autre, connue sous le nom de technique de croissance à bord défini et à alimentation pelliculaire (qui est généralement désigné dans les pays anglosaxons par "procédé EFG") est décrite dans le brevet américain
15 n° 3 591 348 délivré au nom de Harold E. LaBelle Jr. et intitulé "Method of Growing Crystalline Materials" et dans le brevet américain n° 3 687 633 délivré le 29 août 1972 au nom de Harold E. LaBelle Jr. et al. et intitulé "Apparatus for Growing Crystalline Bodies from the Melt". Dans le procédé EFG, la forme
20 de la section transversale du corps cristallin est déterminée par la configuration externe de l'extrémité de l'élément de formage ou plus précisément de l'extrémité supérieure de la filière capillaire. Ce procédé consiste à faire croître le corps cristallin à partir d'une pellicule liquide de la matière d'alimentation, interposée entre le corps en train de croître et la surface de
25 l'extrémité supérieure de la filière, le liquide de la pellicule étant constamment renouvelé à partir d'un réservoir approprié prévu dans le creuset, généralement, au travers d'un ou de plusieurs capillaires d'alimentation communiquant avec la filière. Parmi les matières qu'on peut faire croître par ces procédés à filière capillaire pour produire des corps monocristallins, il convient de
30 citer l'alumine-alpha (saphir), les spinelles, le chrysobéryl, le titanate de baryum, le niobate de lithium, le grenat yttrium-aluminium et plus généralement le silicium.

L'un des avantages de ce procédé à filière capillaire est que des corps ayant des formes déterminées, tels que des rubans plats ou des tubes
35 ronds peuvent être produits à partir de germes ayant des formes extrêmement simples. Des ensembles à creusets et filières classiques pour faire croître des corps par ces procédés, sont représentés et décrits dans le brevet américain n° 3 687 633 délivré le 29 août 1972 au nom de LaBelle et al. En bref, ces ensembles connus sont montés dans un creuset comportant un fourreau intérieur

contenant la matière en fusion à partir de laquelle le corps doit être produit. En général, lorsqu'on utilise des fours à induction, le creuset est pourvu d'un élément, par exemple, en graphite ou en molybdène, pour le chauffer. Les ensembles à filières représentés dans le brevet américain n° 3 687 633 comprennent chacun un couvercle et une ou plusieurs filières élémentaires qui, soit supportent, soit sont supportées par le couvercle. Le couvercle s'ajuste dans le creuset et vient se placer par rapport à celui-ci de telle façon que les filières élémentaires s'étendent de l'intérieur du fourreau, à travers la plaque de support, pour former la surface de l'extrémité supérieure de la filière qui supporte une pellicule de métal en fusion au-dessus du couvercle. De cette manière, les filières élémentaires remplissent à la fois les fonctions de capillaires d'alimentation et d'éléments de formage. Les filières élémentaires sont décrites comme étant formées de deux parties principales qui coopèrent pour définir les capillaires. Pour faire croître des corps tubulaires, les filières comprennent deux cylindres dimensionnés de façon à s'ajuster l'un dans l'autre en ménageant entre eux un espace capillaire et des moyens d'une seule pièce avec les cylindres ou séparés de ceux-ci pour maintenir les cylindres concentriques l'un par rapport à l'autre. Le cylindre extérieur présente un épaulement extérieur pour supporter le couvercle du creuset. Pour produire des corps cristallins en forme de ruban, les filières comprennent deux éléments plats, assemblés par des rivets ou des goupilles de manière à délimiter un canal capillaire au travers duquel la matière en fusion peut être aspirée en fourreau du creuset jusqu'au sommet de la filière.

Les filières de ce dernier type prévues pour faire croître des corps en forme de ruban comprennent également des "anneaux en D" (qui sont essentiellement des coins pleins en forme de D), chaque coin étant interposé entre l'un des deux éléments plats lui correspondant et le couvercle afin de maintenir en relation les deux éléments l'un par rapport à l'autre.

Bien que des corps cristallins ayant des formes prédéterminées puissent être produits de manière satisfaisante avec ces types d'ensembles à filières, il résulte de leur structure que les conditions dans lesquelles se produit la croissance des corps cristallins sont loin d'être idéales et peuvent créer des difficultés au cours du processus de croissance et des imperfections dans le produit final. Etant donné que, d'une manière générale, chaque ensemble à filière comprend de nombreux composants, il en résulte premièrement que chaque composant exige d'étroites tolérances de fabrication, deuxièmement qu'on rencontre des problèmes d'alignement entre les éléments qui doivent s'ajuster les uns dans les autres et troisièmement qu'on se heurte à des problèmes d'assemblage notamment une augmentation des probabilités de

contamination des divers composants, la casse, etc. Plus important encore, étant donné que les divers composants travaillent à des températures élevées, (par exemple entre environ 1600°C et 1800°C au sommet de la filière pour le silicium), des caractéristiques de transfert de chaleur révisibles et variables existent entre les interfaces des divers composants. C'est ainsi, par exemple, qu'une différence ou gradient de température pouvant atteindre 100°C peut exister entre deux surfaces étroitement en contact du fait d'une résistance thermique imprévisible créée entre eux. Ces caractéristiques de transfert de chaleur imprévisibles font qu'il est difficile, premièrement de prédire les profils thermiques ainsi que de créer des conditions isothermes dans le bain liquide situé au-dessus de l'extrémité supérieure du sommet de la filière de laquelle le corps est étiré, de sorte qu'il est difficile de produire des températures uniformes et stables à l'interface entre le corps cristallin et la matière en fusion le long du sommet de la filière et deuxièmement de faire en sorte que la température au sommet de la filière varie conjointement avec la température du système de maintien. De plus, la conséquence des différences de températures créées par ces résistances thermiques imprévisibles entre les composants ajustés, est une augmentation des risques de gauchissement ou de déformation d'un ou de plusieurs des composants.

En conséquence, le but général de la présente invention est de pallier ou de surmonter les difficultés ci-dessus rencontrées dans la technique antérieure.

Plus précisément, la présente invention a pour but de fournir un ensemble à creuset perfectionné pour la croissance de corps cristallins qui présente moins de problèmes de tolérance, d'alignement et d'assemblage du genre de ceux qu'on rencontre avec les structures à pièces multiples comme celles décrites dans le brevet américain n° 3 687 633, qui comprend un élément de formage pour faire croître des corps cristallins et qui comporte une filière dont le sommet présente un profil thermique qui est plus prévisible que celui des dispositifs décrits dans le brevet américain n° 3 687 633. Un autre objet de la présente invention est de procurer un ensemble à creuset qui comporte un élément de formage dans lequel les températures créées au sommet de la filière pendant la croissance d'un corps cristallin sont plus uniformes et isothermes et varient plus fidèlement avec la température du système de maintien, tout en ayant une plus grande stabilité thermique et dans lequel les caractéristiques de transfert de chaleur imprévisibles et variables créées à l'interface des composants dans les ensembles de la technique antérieure sont sensiblement améliorées. Un autre objet de la présente invention est de réaliser un ensemble à creuset qui comprend une filière dont le sommet a moins tendance à se dé-

former dans lequel l'alignement du sommet de la filière et le positionnement de sa hauteur sont réalisés de manière plus précise par rapport au creuset et qui assure des performances plus fiables, par exemple des températures répétées au sommet de la filière, que celles obtenues dans les ensembles du type décrit dans le brevet américain n° 3 687 633. Un autre objet encore de la présente invention est de proposer un ensemble à creuset adapté à être utilisé dans les fours à haute fréquence, dans lequel le même élément sert de creuset et l'élément chauffant, qui est conçu pour permettre de créer une colonne de pression positive dans la matière cristalline en fusion afin de contribuer à la croissance du corps cristallin ; et qui comprend un couvercle et un sommet de filière formant une seule et même pièce.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple non limitatif, en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- 15 - la figure 1 est une vue latérale en coupe d'un premier mode de réalisation de la présente invention ;
- la figure 2 est une vue latérale en coupe du mode de réalisation de la figure 1, tourné de 90° ;
- la figure 3 est une vue en plan d'un deuxième mode de réalisation de la présente invention ;
- 20 - la figure 4 est une vue en coupe effectuée suivant la ligne 4-4 de la figure 3 ;
- la figure 5 est une vue en coupe effectuée suivant la ligne 5-5 de la figure 3 ;
- la figure 6 est une vue en plan d'un troisième mode de réalisation de la présente invention ;
- 25 - la figure 7 est une vue en coupe effectuée suivant la ligne 7-7 de la figure 6 ;
- la figure 8 est une vue en coupe effectuée suivant la ligne 8-8 de la figure 6 ; et
- la figure 9 représente une variante du mode de réalisation des figures 1 et 2.

30 Sur toutes les figures, les mêmes références numériques désignent les mêmes composants.

En se référant maintenant aux figures 1 et 2, qui représentent un premier mode de réalisation de la présente invention, on voit un ensemble à creuset destiné à être utilisé dans un four à haute fréquence, qui comprend un élément chauffant 10, un creuset 12, un ensemble couvercle-filière 14 et un écran anti-radiations 16. L'élément chauffant 10 comprend une paroi de fond 18 et une paroi latérale cylindrique 20 qui peuvent toutes deux former une seule pièce ou bien, comme représenté sur les figures 1 et 2, peuvent être

constituées de deux pièces séparées. L'élément chauffant 10 est ouvert à sa partie supérieure et sa paroi cylindrique 20 est décollée de façon à produire un épaulement annulaire intérieur 22 situé à courte distance de son extrémité supérieure. Le creuset 12 comprend une paroi de fond 24 et une paroi latérale 26 et son sommet est également ouvert. Le creuset 12 est dimensionné de façon à s'ajuster dans l'élément chauffant 10, la paroi de fond 24 du creuset venant reposer sur la paroi de fond 18 de ce dernier, tandis que la paroi latérale 26 du creuset s'emboîte dans la paroi latérale cylindrique 20 et l'élément chauffant, l'extrémité supérieure ouverte du creuset venant se placer juste sous l'épaulement annulaire 22 de l'élément chauffant 10.

L'ensemble couvercle-filière 14, représenté sur les figures 1 et 2, est adapté pour permettre la croissance de corps cristallins plats en forme de ruban à partir d'une masse en fusion contenue dans le creuset 12. Dans le mode de réalisation représenté, la filière se compose d'un élément supérieur 28 et d'au moins un tube capillaire 30 assurant une alimentation par capillarité. Plus précisément, l'élément supérieur 28 de la filière est d'une seule pièce et est dimensionné et profilé de façon à être supporté par et à reposer sur l'épaulement annulaire 22 de l'élément chauffant 10. Comme représenté, la face inférieure 32 de l'élément 28 est une surface plane pratiquement plate, bien qu'elle puisse être profilée, comme décrit plus en détail en référence aux figures 3 à 8. La face supérieure 34 de l'élément supérieur 28 de la filière se présente comme une surface plane, pratiquement plate, sur laquelle se dresse une pointe 36. Comme on le voit sur les figures 1 et 2, la pointe 36 est formée par deux parties allongées et effilées 38 s'étendant longitudinalement, au moins partiellement, suivant un diamètre de la face supérieure 34 et se terminant verticalement, à leurs bords supérieurs, par des plats (c'est-à-dire, par de petites surfaces relativement plates qui supportent la matière liquéfiée) de préférence à la même hauteur relative au-dessus de la face supérieure 34 et qui sont espacés l'un de l'autre de façon à délimiter entre eux une fente 40. Un trou 42 au moins, traverse l'élément 28, de sa face inférieure 32 jusqu'à la fente 40 avec laquelle il communique. Le trou 42 est chambré à la face inférieure 32, comme indiqué en 44, afin que le tube capillaire d'alimentation 30 puisse s'y ajuster étroitement. La longueur du tube capillaire 30 est calculée pour que, quand il est correctement ajusté dans la chambre 44, il s'abaisse dans le creuset 12 avec son extrémité 46 venant se placer près de, ou en contact avec la paroi de fond 24 du creuset 12. L'extrémité 46 comporte, de préférence, au moins une et, de préférence deux encoches 48 qui permettent à la matière en fusion du fond du creuset 12 d'entrer dans le tube 30. Le diamètre intérieur du tube 30 et le

diamètre du trou 42 sont pratiquement égaux. Le nombre des trous 42 et des tubes correspondants 30, le diamètre intérieur et la longueur de chaque tube 30, le diamètre de chaque trou 42, la largeur et la longueur de la fente 40 sont, en partie déterminés par la nature de la matière cristalline que l'on veut faire croître à la pointe 36 et on choisit ces dimensions notamment pour que la matière en fusion contenue dans le creuset 12 au-dessus des encoches 48 de l'extrémité 46 du tube puisse être aspirée dans chaque tube 30 à travers le trou correspondant 42 et jusqu'à la fente 40 par le phénomène de capillarité, afin qu'une quantité suffisante de matière en fusion arrive entre les plats de la pointe 36 de la filière, pendant qu'un corps est étiré de cette pointe, selon des principes universellement connus.

L'écran anti-radiations 16, bien qu'il ne soit pas indispensable pour l'invention, peut être utilisé pour réduire les pertes de chaleur par rayonnement et est conformé pour produire un profil de températures plus plat, horizontalement au-dessus de la pointe 36 de la filière où a lieu la croissance du corps. L'écran 16 est représenté sur les figures 1 et 2 comme couvrant l'élément supérieur 28 de la filière et comme présentant une fente 50 à travers laquelle la pointe 36 peut s'élever et un corps cristallin peut être tiré vers le haut à partir de cette pointe. La fente 50 a une section rectangulaire et est pratiquement coextensive avec la pointe 36 et en particulier, avec la section du corps qui croît à la sortie de cette pointe.

De préférence, les bords longitudinaux 52 au moins de la fente 50, qui s'étendent parallèlement aux parties effilées 38 de la pointe 36, à proximité de celles-ci, sont biseautés afin de produire un profil de températures plus régulier le long de la pointe 36. L'écran 16 présente des ouvertures 54 venant s'aligner avec des ouvertures 56 prévues dans l'élément supérieur afin de recevoir des goupilles de centrage (non représentées) assurant ainsi un alignement correct de la fente 50 avec la pointe 36 de la filière quand les goupilles sont placées dans les ouvertures 54 et 56.

Bien que les problèmes que posent les gradients thermiques entre les composants assemblés du sommet d'un ensemble à filière soient considérablement réduits par l'utilisation d'un ensemble de deux pièces comprenant l'élément supérieur 28 et le tube capillaire d'alimentation 30, un profil de température encore beaucoup plus stable peut être obtenu en éliminant le tube capillaire 30 et en utilisant un élément de filière supérieur d'une seule pièce, comme représenté sur les figures 3 à 8.

Plus précisément, les deux modes de réalisation, représentés respectivement sur les figures 3 à 5 et 6 à 8, comprennent chacun un ensemble composé de seulement deux parties, à savoir, premièrement un creuset (qui, en

même temps, peut remplir la fonction d'élément chauffant) et deuxièmement, un couvercle-filière qui rend inutile l'élément 28 et le tube capillaire 30 du mode de réalisation des figures 1 et 2.

En particulier, l'ensemble représenté sur les figures 3 à 5 comprend
5 un élément 10A faisant à la fois le rôle d'un creuset et d'un élément chauffant, qui comporte une paroi de fond 18A formée d'une seule pièce avec sa paroi latérale cylindrique 20A. Dans ce mode de réalisation, la paroi latérale cylindrique 20A n'a pas besoin de comporter un épaulement annulaire, tel que l'épaulement 22 du mode de réalisation des figures 1 et 2, puisque, comme
10 cela est expliqué plus loin, le couvercle-filière 28A est adapté à s'ajuster sur l'extrémité supérieure ouverte de l'élément 10A.

Plus précisément, on voit que l'élément 28A présente un épaulement annulaire 60 s'étendant autour du bord périphérique de sa face inférieure 62, en formant ainsi une partie cylindrique 64 de diamètre réduit, qui est adaptée
15 à s'engager dans l'extrémité supérieure ouverte de l'élément 10A en s'ajustant étroitement dans celle-ci, l'épaulement 60 de l'élément 28A venant reposer sur le bord de l'extrémité ouverte de l'élément 10A. On voit que l'élément 28A comporte une face supérieure pratiquement plate 66 sur laquelle se dresse d'une seule pièce avec elle la pointe 36, de la même manière que dans le mode
20 de réalisation décrit en regard des figures 1 et 2. Plus précisément, les deux parties effilées et allongées 38, qui sont orientées longitudinalement, s'étendent le long d'une partie, au moins d'un diamètre de la face supérieure 66 de l'élément 28A et se terminent verticalement, à leurs bords supérieurs, par des plats s'élevant au-dessus de la face supérieure 66 et ayant, de pré-
25 férence, la même hauteur au-dessus de cette face 66, la fente 40 étant formée entre ces plats. L'élément 28A est percé d'un ou de plusieurs trous 68 qui s'étendent de sa face inférieure 62 jusqu'à la fente 40 et qui communiquent avec celle-ci. Les trous 68 assurent l'alimentation, c'est-à-dire, amènent la matière en fusion contenue dans l'élément 10A à la pointe 36 de la filière.
30 Le nombre et la disposition des trous 68 sont étudiés pour qu'une quantité suffisante de matière en fusion arrive le long de toute la largeur de la pointe 36 pendant la croissance du corps cristallin. L'élément 28A présente, au moins une et, de préférence, deux ouvertures 70 diamétralement opposées de part et d'autre de la pointe 36 de la filière. Chaque ouverture 70 comporte
35 un prolongement tubulaire 72 d'une pièce avec l'élément 28A, qui s'élève au-dessus de sa face supérieure 66 et qui se termine par une extrémité 74 s'inclinant vers le centre de l'élément 28A. L'ouverture 70, ainsi que le prolongement 72, sont assez grands pour que de la matière en fusion puisse être introduite par eux dans le creuset 10A où elle peut être chauffée. Les extrémités

74 s'élèvent nettement au-dessus des bords supérieurs ou des plats des parties effilées 38 de la pointe 36, ce qui permet de maintenir le niveau de la matière en fusion présente dans les prolongements 72 au-dessus de la masse de matière en fusion se trouvant dans la fente 40 au-dessus de la pointe 36, de façon à procurer une aspiration nulle à l'intérieur de l'unité quand un corps cristallin est tiré de celle-ci, une pression positive pouvant, le cas échéant, être créée par rapport à cette masse afin de contribuer à l'alimentation en matière en fusion de la fente 40 par les trous 68 .

Le mode de réalisation représenté sur les figures 3 à 5 peut être modifié comme l'illustrent les figures 6 à 8. Comme on le voit, l'élément 28A des figures 3 à 5 a été modifié en un élément 28B dont l'épaisseur varie afin de produire des conditions pratiquement isothermiques le long de la pointe 36 quand on en étire un corps. Plus précisément, étant donné que l'unité creuset-élément chauffant 10A représenté sur les figures 3 à 5, est généralement chauffée par la paroi cylindrique 20A à partir de l'extérieur, la matière en fusion adjacente à la paroi latérale 20A est généralement à une température plus élevée que celle située au centre. En conséquence, étant donné que l'élément 28A présente une résistance thermique qui est fonction de son épaisseur, il est clair qu'en diminuant son épaisseur dans la région centrale 76 et en l'augmentant en direction de son pourtour extérieur 78, comme représenté sur les figures 6 à 8, le profil de températures le long de la pointe 36 se rapproche davantage des conditions isothermiques idéales. De plus, en formant les deux rainures 80, de part et d'autre de la pointe 36, celle-ci se trouve placée sensiblement au-dessous de la face supérieure plane pratiquement plate 66 de l'élément 28B, et les plats ou les bords supérieurs des parties effilées 38 de la pointe viennent se situer pratiquement dans le plan de la surface 66. Dans ces conditions la matière en fusion présente dans la fente 40, au-dessus des plats de la pointe de la filière, peut être maintenue à une température encore plus uniforme pendant la croissance du corps cristallin, puisqu'elle est disposée plus près du volant thermique constitué par l'élément 28B. En fonctionnement, tout l'ensemble 10B peut être rempli avec de la matière en fusion jusqu'à un niveau intérieur aux prolongements tubulaires 72, de sorte que la matière en fusion est en contact avec toute la face inférieure de l'élément 28B et pénètre dans les trous 68 et dans la fente 40, une colonne de pression positive pouvant même, le cas échéant, être développée sur la matière en fusion et dans la pointe 36 de la filière, pendant la croissance du corps cristallin.

Le matériau particulier utilisé pour produire les creusets mentionnés ci-dessus est choisi pour que sa composition puisse supporter les tempéra-

tures auxquelles on opère et ne réagisse pas avec la matière en fusion. A l'exception du creuset 12, tous les composants peuvent être fabriqués avec le même matériau ou avec des matériaux similaires afin de présenter les mêmes caractéristiques thermiques. En raison des propriétés que doivent posséder les matières cristallines que l'on fait croître sous différentes formes suivant le procédé capillaire, seul un nombre limité de matériaux peuvent être utilisés pour fabriquer les ensembles à creuset. C'est ainsi, par exemple, que pour la croissance de corps en alumine α , on peut utiliser des ensembles faits soit en molybdène, soit en tungstène, tandis que les ensembles utilisés pour la croissance de silicium sont généralement en graphite ou en quartz.

Chaque ensemble conforme à l'invention peut être facilement fabriqué en utilisant un tour et une fraiseuse permettant de réaliser les contours particuliers voulus.

Il va de soi que de nombreuses modifications peuvent être apportées aux modes de réalisation représentés et décrits, sans sortir pour autant du cadre de l'invention. C'est ainsi que les trois modes de réalisation décrits ci-dessus sont conçus pour faire croître des corps en forme de ruban, mais il est clair que la configuration des pointes de chaque élément 28, 28A et 28B peut être facilement modifiée pour permettre la croissance de corps ayant d'autres sections. C'est ainsi, par exemple, qu'une pointe de filière annulaire peut être formée, sur la face supérieure de chacun des éléments 28, 28A et 28B, pour la croissance de corps tubulaires, tandis qu'une pointe de filière présentant une ouverture centrale peut être utilisée pour faire croître des corps cylindriques pleins. De plus, comme représenté sur la figure 9, on peut remplacer le tube d'alimentation capillaire 30 par deux plaques capillaires 84. De telles plaques sont bien connues et peuvent, par exemple, être du type de celle représentée sur la figure 10 du brevet américain n° 3 687 633. Dans une telle plaque, les différents trous 42 ou bien, en variante, comme représenté sur la figure 9, une fente 86 formée dans l'élément 28 relie la base de l'élément 28 à la fente 40. Une rainure 88 est formée dans le fond de l'élément 28 et communique avec la fente 86, cette rainure étant dimensionnée pour que le sommet des plaques 84 s'y ajuste étroitement. Les plaques 84, quand elles sont ajustées étroitement dans la rainure 88, forment un capillaire d'alimentation 90 qui s'abaisse dans le creuset de la même manière que le tube 30 de la figure 1.

L'ensemble à creuset particulier, qui fait l'objet de la présente invention, peut être utilisé dans d'autres types de fours à haute fréquence, tels que ceux utilisant des résistances chauffantes. Dans ce cas, l'élément chauffant 10 du mode de réalisation des figures 1 et 2 peut être considéré comme le creuset et le creuset 12 peut être considéré comme le fourreau de

celui-ci. Les exemples de matériaux utilisables pour de tels ensembles sont décrits dans le brevet américain n° 3 687 633 ou sont ceux mentionnés plus haut.

L'invention ainsi décrite offre de nombreux avantages. C'est ainsi, que le fait d'utiliser un couvercle d'une seule pièce avec la filière, comme c'est le cas des éléments 28, 28A et 28B, pallie les problèmes de tolérance, d'alignement et d'assemblage comparativement à ceux qu'on rencontre dans les ensembles en plusieurs pièces, comme celui décrit dans le brevet américain n° 3 687 633. De plus, la pointe de filière 36 présente des profils thermiques qui sont mieux prévisibles que ceux des ensembles en plusieurs pièces de la technique antérieure. En outre, étant donné qu'une masse thermique et une résistance thermique plus uniformes sont obtenues par les éléments 28, 28A et 28B, les températures créées à la pointe de la filière, pendant la croissance du corps cristallin, sont plus régulières et isothermes et varient plus fidèlement avec les variations de la température du système de maintien, en présentant une plus grande stabilité thermique. Additionnellement, les caractéristiques de transfert de chaleur imprévisibles et variables qui se créent aux interfaces des composants desdits ensembles à pièces multiples de l'art antérieur sont sensiblement réduites par le couvercle-filière d'une seule pièce 28, 28A et 28B. Etant donné que le sommet de la filière est d'une seule pièce avec le couvercle, il a moins tendance à gauchir ou à se déformer et vient s'aligner correctement, à la hauteur qui convient, par rapport à la masse thermique de l'ensemble à creuset, en opérant généralement de manière plus fiable. De plus, l'utilisation des variantes des figures 3 à 8 permet d'éliminer les tubes capillaires et d'augmenter encore davantage la fiabilité. Enfin, en amenant la matière en fusion liquide en contact avec le couvercle 28 et en faisant varier l'épaisseur de celui-ci, comme représenté sur les figures 7 à 8, de façon à placer le sommet de la filière plus près de la masse thermique représentée par le couvercle, les résultats obtenus sont encore meilleurs.

Il est bien entendu que de nombreuses modifications peuvent être apportées aux modes de réalisation représentés et décrits, sans sortir pour autant du cadre de l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Appareil utilisé pour faire croître un corps cristallin à partir d'une matière en fusion liquide par un procédé à filière capillaire, appareil du type comportant en ensemble à creuset qui comprend un creuset (10), (10A) ou (10B) ayant une paroi latérale (20) ou (20A) et qui est ouvert à son extrémité supérieure ; un couvercle (28), (28A) ou (28B) pour fermer l'extrémité supérieure du creuset ; des moyens (36) prévus au sommet du couvercle (28) pour délimiter l'extrémité supérieure d'une filière ; et des moyens d'alimentation pour alimenter en matière en fusion contenue dans le creuset le sommet de la filière, ce sommet étant profilé de façon que le corps puisse être produit en étant tiré d'une masse de matière en fusion liquide interposée entre le corps en train de croître et le sommet de filière, la matière liquide consommée étant remplacée par celle contenue dans le creuset grâce aux moyens d'alimentation pendant que le corps est étiré, caractérisé en ce que le couvercle (28), (28A) ou (28B) et le sommet de filière (36) forment une seule pièce.

2. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce que les moyens d'alimentation comprennent, au moins une ouverture (42) traversant le couvercle (28) de façon à faire communiquer la face inférieure (32) de celui-ci avec le sommet de la filière.

3. Appareil selon la revendication 2, caractérisé en ce que les moyens d'alimentation comprennent en outre, des moyens capillaires délimitant, au moins un capillaire d'alimentation (30) ou (90) et qui sont capables d'être portés par le couvercle (28), de façon que l'une des extrémités du capillaire communique avec ladite ouverture (42) du couvercle (28), tandis que son autre extrémité (46) s'étend à l'intérieur de la matière en fusion contenue dans le creuset (10), afin d'amener celle-ci à ladite ouverture (42) du couvercle (28).

4. Appareil selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'ouverture (42) est constituée par un trou, en ce que les moyens d'alimentation comprennent, en outre, une partie chambrée (44) de ladite ouverture réalisée dans la face inférieure (32) du couvercle (28) et en ce que les moyens capillaires comprennent, au moins un tube d'alimentation (30) dont l'une des extrémités peut être disposée dans ladite partie chambrée (44), tandis que son autre extrémité (46) s'étend dans la matière en fusion.

5. Appareil selon la revendication 3, caractérisé en ce que les moyens d'alimentation comprennent une rainure (88) formée dans le fond du couvercle (28) et qui communique avec ladite ouverture (86) et en ce que les moyens capillaires comprennent, au moins deux plaques (84) pouvant être reliées

ensemble de façon à former ledit capillaire d'alimentation (90) et dont l'une des extrémités peut être disposée dans ladite rainure (88).

5 6. Appareil selon la revendication 3, caractérisé en ce que le creuset comprend également un récipient (12) pour contenir la matière en fusion, le récipient (12) comportant un fond (24) et une paroi latérale (26) et étant ouvert au sommet, le récipient (12) étant dimensionné de façon à pouvoir être logé dans le creuset (10) avec les moyens capillaires traversant son extrémité supérieure et se terminant, à l'autre extrémité, près de la paroi de fond (24) dudit récipient (12) quand le couvercle (28) est placé
10 sur l'extrémité ouverte du creuset (10).

7. Appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce que le creuset (10) est fait d'un matériau choisi de façon à remplir la fonction d'élément chauffant, tandis que le récipient (12) est fait d'un matériau choisi pour pouvoir remplir la fonction d'un creuset.

15 8. Appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce que le creuset (10) est fait d'un matériau choisi pour remplir la fonction d'un creuset, tandis que le récipient (12) est fait d'un matériau choisi pour remplir la fonction d'un fourreau intérieur de creuset.

20 9. Appareil selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'autre extrémité du tube (30) est fendue.

25 10. Appareil selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'extrémité supérieure de la filière comprend deux parties effilées inclinées (38) dont chacune se termine par une pointe, les pointes des parties inclinées étant espacées l'une de l'autre de façon à ménager une fente (40) entre elles.

11. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que la face supérieure (34) ou (66) du couvercle (28) ou (28A) est pratiquement plane et en ce que les parties effilées (38) s'élèvent au-dessus du plan de la face supérieure.

30 12. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que la face supérieure (66) du couvercle (28B) est pratiquement plane, le couvercle (28B) comportant, en outre, des rainures (80) dans sa face supérieure (66), au-dessous du plan de cette dernière, sur le côté opposé auxdites parties inclinées, de sorte que ces parties inclinées sont pratiquement dis-
35 posées sous le plan de ladite face supérieure et que lesdites pointes de la filière sont pratiquement disposées dans le plan de cette face supérieure (66) du couvercle (28B).

13. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'épais-

seur du couvercle (28B) varie de façon à produire des conditions pratiquement isothermes le long de la masse liquéfiée pendant le croissance du corps.

14. Appareil selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'épaisseur du couvercle (28B) augmente du centre (76) vers son pourtour extérieur (78).

15. Appareil selon la revendication 14, caractérisé en ce que la face supérieure (66) du couvercle (28B) est pratiquement plane.

16. Appareil selon la revendication 15, caractérisé en ce que le couvercle (28B) comporte également des rainures (80) dans sa face supérieure (66), sous le plan de cette face supérieure, de part et d'autre des parties inclinées (38), de sorte que ces dernières sont pratiquement disposées sous le plan de ladite face supérieure (66) et que les pointes sont disposées pratiquement dans le plan de cette face supérieure (66) du couvercle (28B).

17. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que le creuset comprend une paroi de fond (18A) faisant partie intégrante de sa paroi latérale (20A) et en ce que le couvercle (28A) comporte, au moins une ouverture (70) pour permettre le passage de la matière en fusion et qui est placée de façon à pouvoir être mise en communication avec cette dernière.

18. Appareil selon la revendication 17, caractérisé en ce que le couvercle (28A) est dimensionné pour reposer sur l'extrémité ouverte (60) du sommet du creuset, en s'ajustant étroitement dans la paroi latérale (20A) de celui-ci.

19. Appareil selon la revendication 17, caractérisé en ce que le couvercle (28A) comporte un prolongement tubulaire (72) qui en fait partie intégrante et qui s'élève au-dessus des pointes (36) de la filière, de sorte que le niveau de la matière en fusion peut être maintenu au-dessus des pointes (36) en créant une colonne de pression positive par rapport à la matière en fusion.

20. Appareil selon la revendication 17, caractérisé en ce que le couvercle (28A) comporte, au moins deux ouvertures diamétralement opposées (70), qui sont disposées symétriquement par rapport aux pointes (36) de la filière.

21. Appareil selon la revendication 20, caractérisé en ce que le couvercle (28A) comporte un prolongement tubulaire (72) à chacune des ouvertures (70), chacun des prolongements (72) faisant partie intégrante du couvercle (28A) et s'élevant au-dessus des pointes (36) de la filière, ce qui permet de maintenir le niveau de la matière en fusion du creuset au-dessus des pointes en créant une colonne de pression positive par rapport à la matière en fusion.

22. Appareil selon la revendication 21, caractérisé en ce que les extrémités supérieures (74) desdits prolongements tubulaires s'inclinent vers les pointes (36) de la filière.

5 23. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend en outre un écran (16), pouvant être monté de façon à réduire les pertes de chaleur du couvercle (28) du creuset (10).

24. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce que le creuset est fait d'un matériau pouvant lui permettre de remplir à la fois les fonctions d'éléments chauffants et de creuset.

10 25. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens pour maintenir le niveau de la matière en fusion contenue dans celui-ci au-dessus du sommet de ladite filière en créant une colonne de pression positive par rapport à cette matière.

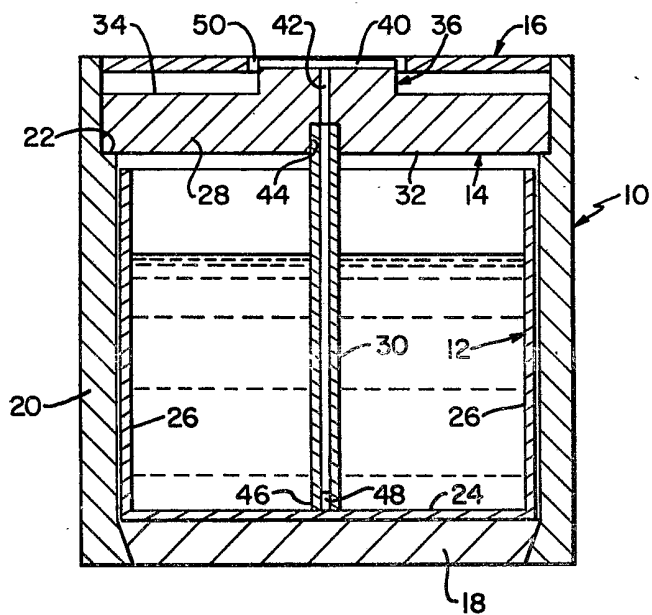


FIG. 1

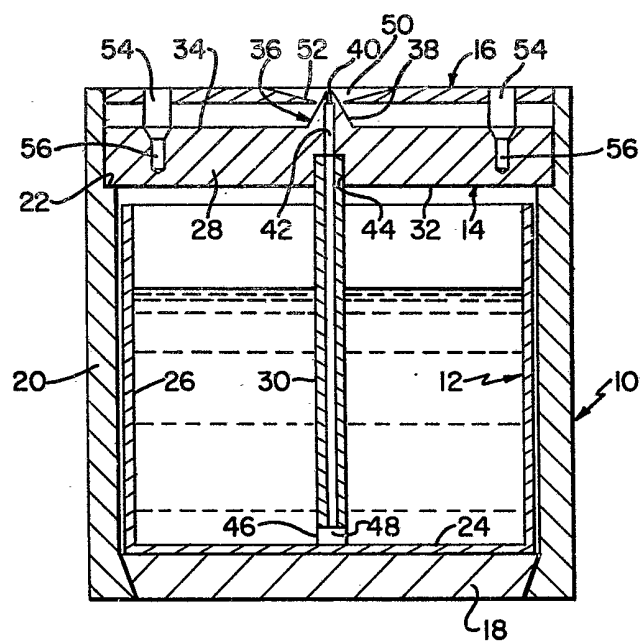
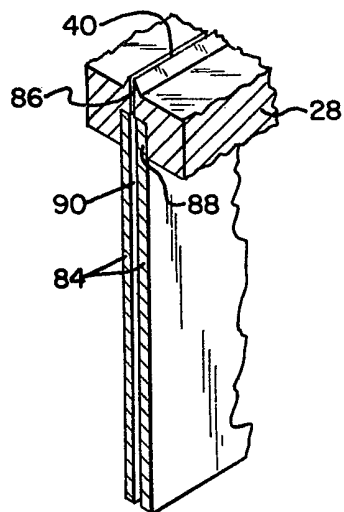


FIG. 2

FIG. 9



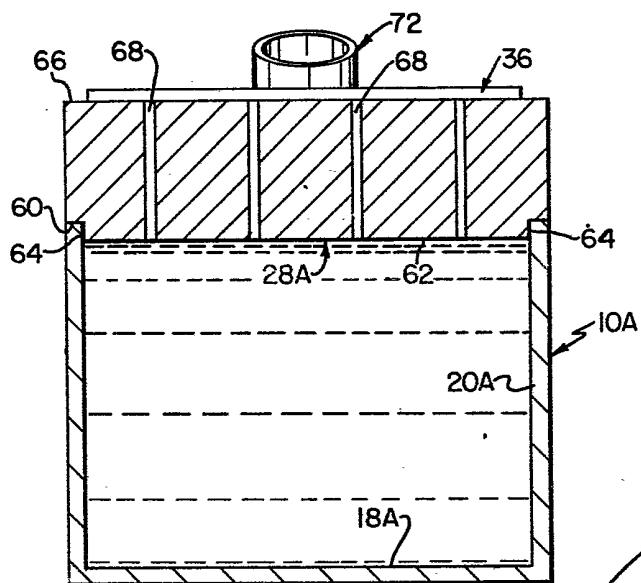


FIG. 4

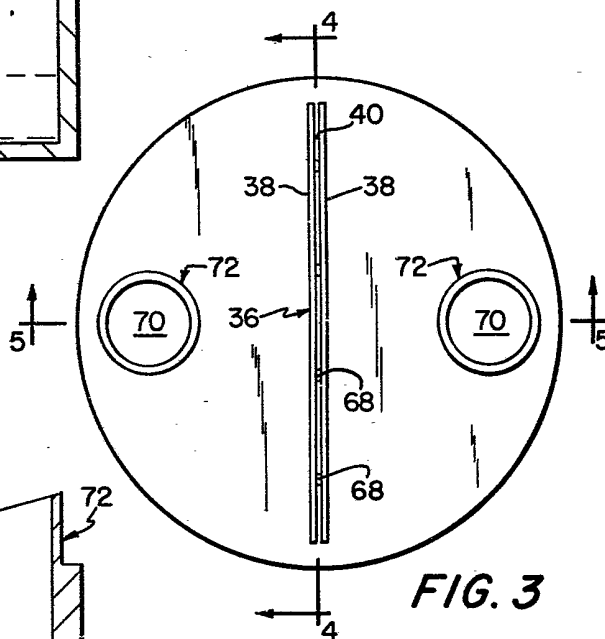


FIG. 3

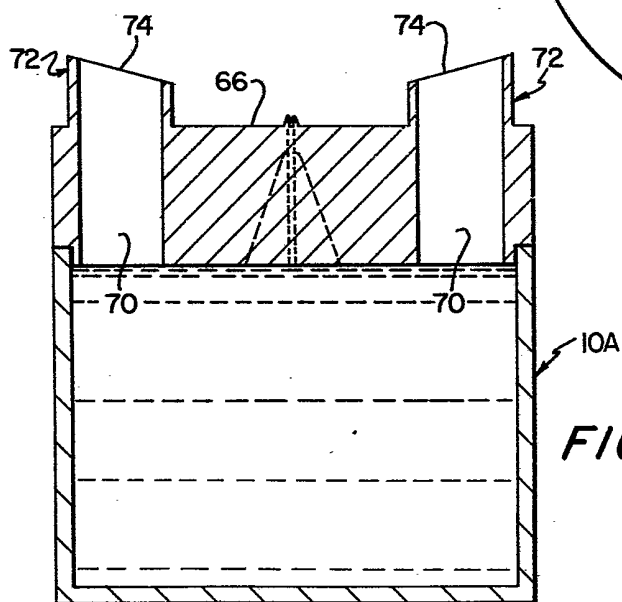


FIG. 5

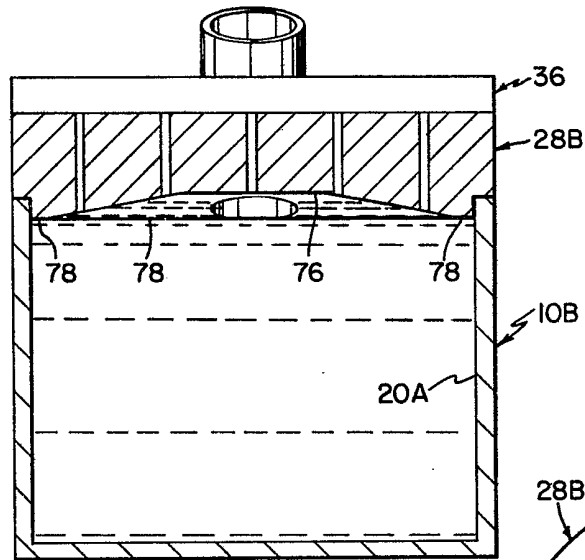


FIG. 7

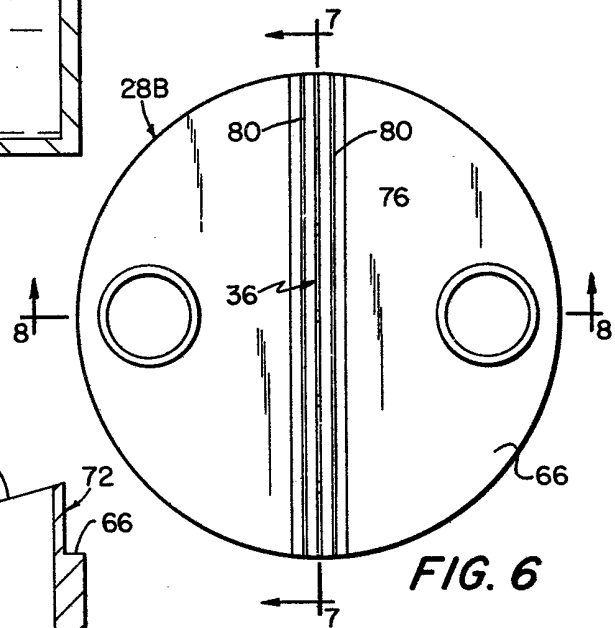


FIG. 6

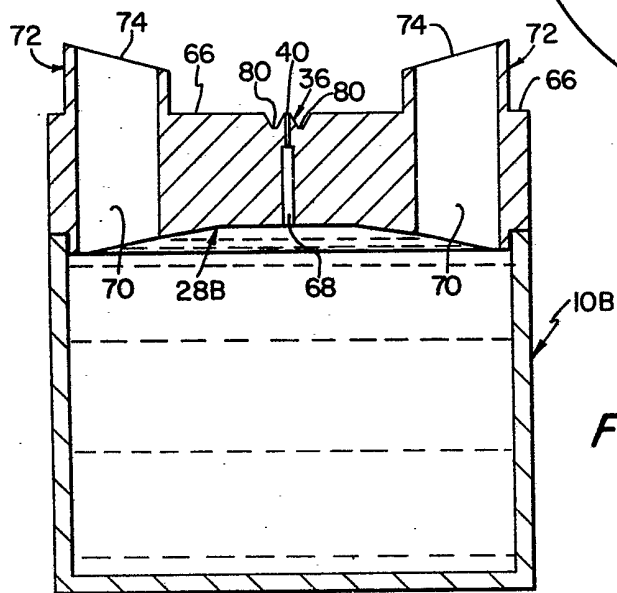


FIG. 8