



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 0616485-4 A2**

(22) Data de Depósito: 06/10/2006
(43) Data da Publicação: 26/12/2012
(RPI 2190)



(51) *Int.Cl.:*
C30B 11/00
C04B 35/584

(54) Título: CADINHO PARA A CRISTALIZAÇÃO DE SILÍCIO, E, PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DO MESMO

(30) Prioridade Unionista: 06/10/2005 EP 05447224.6

(73) Titular(es): VESUVIUS CRUCIBLE COMPANY

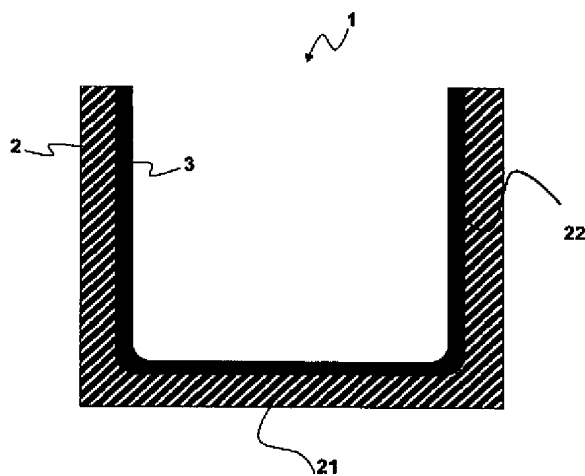
(72) Inventor(es): Gilbert Rancoule

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006009671 de 06/10/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/039310 de 12/04/2007

(57) Resumo: CADINHO PARA A CRISTALIZAÇÃO DE SILÍCIO, E, PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DO MESMO. A invenção refere-se a um cadinho para a cristalização de silício e à preparação e aplicação de revestimentos de liberação para cadinhos usados no manuseio de materiais fundidos que são solidificados no cadinho e então removidos como lingotes, e mais particularmente e revestimentos de liberação para cadinhos usados na solidificação de silício policristalino. O objetivo do inventor foi prover um cadinho compreendendo um revestimento de nitreto de silício que é mais rápido e mais barato se ser produzido e que é mais forte, com uma melhor aderência às paredes. Foi verificado que estes problemas podem ser solucionados com um cadinho para a cristalização de silício compreendendo: a) um corpo base compreendendo uma superfície de fundo e paredes laterais que definem um volume interno; b) um revestimento protetor compreende 80 a 95% em peso de nitreto de silício e 5 a 20% em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total variando de 5 a 15% em peso.



“CADINHO PARA A CRISTALIZAÇÃO DE SILÍCIO, E, PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DO MESMO”

A invenção refere-se a um cadinho para a cristalização de silício e à preparação e aplicação de um revestimento protetor para cadinhos
5 usados no manuseio de materiais fundidos que são solidificados no cadinho e então removidos como lingotes, e mais particularmente a revestimento protetor para cadinhos usados na solidificação de silício policristalino.

Cadinhos (por exemplo feitos de sílica fundida, carboneto de silício, quartzo, nitreto de silício, nitreto de silício ligado por reação, ou
10 grafita), são tipicamente usados na solidificação de silício policristalino. Sílica é escolhida principalmente por alta pureza e disponibilidade. Existem problemas em usar sílica, todavia, como um cadinho para a produção de silício por meio deste método.

Silício em seu estado fundido reagirá com o cadinho de sílica
15 que está em contato com ele. Silício fundido reage com sílica para formar monóxido de silício e oxigênio. Oxigênio contaminará o silício. Monóxido de silício é volátil, e reagirá com os componentes de grafita dentro do forno. Monóxido de silício reage com grafita para formar carboneto de silício e monóxido de carbono. O monóxido de carbono então reagirá com o silício
20 fundido, formando adicionais monóxidos de silício voláteis, carboneto de silício, carbonetos e óxidos de traços metálicos ou aditivos e carbono. Carbono contaminará o silício. Silício pode também reagir com as várias impurezas contidas no cadinho (ferro, boro, alumínio, ...) e/ou contidas no revestimento de nitreto.

25 A reação entre sílica e silício promove adesão do silício ao cadinho. Esta adesão, combinada com uma diferença em coeficientes de expansão térmica entre os dois materiais, cria tensão no lingote de silício, causando com que ele se fracture no resfriamento. É conhecido na técnica que um revestimento protetor aplicado ao interior do cadinho na área de contato

com o lingote pode prevenir a reação entre silício e sílica, que conduz à contaminação de lingote e fratura. Para ser eficaz, o revestimento tem que ser suficientemente espesso para prevenir que o silício reaja com o cadinho de sílica, e não tem que contaminar adversamente o silício quer por meio de si mesmo ou por contaminantes dentro dele.

Uma variedade de materiais e técnicas é descrita na literatura, as quais tentam solucionar o problema de reação e adesão do cadinho em contato com material fundido.

É conhecido que os revestimentos de nitreto de silício previnem a reação química entre silício fundido e sílica a partir do cadinho. A Patente US. No. 4,741,925 descreve um revestimento de nitreto de silício para cadinhos, aplicado por meio de deposição de vapor químico a 1250 °C, enquanto o WO-A1-2004/053207 revela um revestimento de nitreto de silício aplicado por meio de pulverização de plasma. A Patente US. No. 4,218,418 descreve uma técnica de formar uma camada de vidro no interior de um cadinho de sílica por meio de aquecimento rápido, para prevenir fratura de silício durante processamento da fusão.

A técnica anterior inclui referências específicas a agentes de liberação de molde em pó for aplicação em cadinhos na solidificação direcional de silício. Em adição, o uso de deposição de vapor químico, evaporação de solvente, tratamento por chama a alta temperatura, e outros meios caros e complexos, são mencionados para aplicação de revestimentos de cadinho. Referências são feitas a aglutinantes e solventes específicos. Referências são feitas à mistura, pulverização, ou escovação para lamas de revestimentos pulverulentos.

É conhecido que revestimentos de nitreto de silício são previnem a reação química entre silício fundido e sílica a partir do cadinho.

Todavia, o revestimento de nitreto de silício propriamente dito pode conduzir a problemas. A espessura do revestimento de nitreto de silício,

necessária para prevenir que o silício reaja com o cadinho de sílica, é muito importante (em torno de 300 μm), tornando assim a operação de revestimento cara e demorada. Ainda, este revestimento de nitreto de silício é mecanicamente fraco e pode se descascar ou se soltar em forma de flocos durante ou até mesmo antes do uso. Por conseguinte, é recomendado aplicar este revestimento no último momento antes do uso, isto é, nos equipamentos de usuário final, deixando assim o fardo de aplicar este espesso revestimento para o usuário final.

As conhecidas tecnologias para prover um revestimento estável de nitreto em um cadinho cerâmico incluem (1) a oxidação do revestimento de nitreto a elevada temperatura variando de 700 °C a 1450°C sob um ciclo de queima controlado e (2) a adição de sinterização/colagem (ou aderência) ajuda na composição de nitreto. Aditivos podem ser metais ou aditivos óxidos, tais como Al_2O_3 , SiO_2 , AlN , Al , Si , negro de fumo ou sílica fina e outros. Um revestimento de nitreto de silício compreendendo fume sílica é descrito no pedido copendente EP 04447105. A oxidação do nitreto de silício em óxido de silício aumenta a quantidade de oxigênio no revestimento e conduz ao problema mencionado acima. Em adição, o nível de oxidação e quantidade resultante de oxigênio não são fáceis de serem controlados.

A necessidade de manter baixo teor de oxigênio no revestimento de cadinho foi destacada pela maioria das publicações de produtores de silício que descrevem as interações químicas e físicas durante aplicação fotovoltaica e semicondutora. O uso de revestimento de nitreto de silício de baixo oxigênio é recomendado para produção de "wafer" de alta qualidade. O uso de pó de nitreto de silício de alta qualidade, com baixo teor de oxigênio, foi descrito notavelmente na Patente U.S. 6,165,425. Este documento descreve um revestimento de nitreto de silício que tem um teor de oxigênio extremamente baixo variando de 0,3% a no máximo 5 % em peso. O revestimento pode compreender promotores de adesão, tais como álcool

polivinílico, e é secado ao ar a uma temperatura preferivelmente variando de 500 °C a 700°C. Nestas baixas temperaturas de secagem, a oxidação do nitreto de silício não tem lugar, não existe formação de SiO_2 sobre o limite de grãos e a eficácia total do nitreto de silício é mantida. Todavia, alguns problemas persistem. Como não existe oxidação do revestimento, o revestimento permanece pulverulento e é facilmente danificado quando silício líquido é carregado dentro do cadinho.

Por conseguinte, é desejável prover um cadinho que não apresenta os problemas acima, compreendendo um revestimento que é mais forte (evita descascamento e soltura em forma de flocos), com melhorada resistência mecânica ao desgaste, que é rápido e barato de ser produzido, enquanto previne a reação química entre silício fundido e o cadinho e mantendo as adicionais exigências em termos de teor de oxigênio.

Foi verificado que estes problemas podem ser solucionados com um cadinho para a cristalização de silício compreendendo: a) um corpo base compreendendo uma superfície de fundo e paredes laterais que definem um volume interno; b) um revestimento protetor à base de nitreto de silício na superfície das paredes laterais voltadas para o volume interno, dito revestimento compreendendo 80 a 95 % em peso de nitreto de silício e 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total variando de 5 a 15 % em peso. Preferivelmente, o aglutinante de baixa temperatura é um aglutinante à base de sílica. Pó de oxinitreto de silício e preferivelmente uma combinação de nitreto de silício e pós de oxinitreto de silício podem também ser usados. O pó de oxinitreto de silício está geralmente compreendido entre 5 e 20 % em peso. O pó de oxinitreto de silício pode ser um oxinitreto reciclado ou um oxinitreto ativado por água. Uma considerável vantagem da presente invenção é que o teor quantitativo de oxigênio no pó de nitreto de silício não é mais crítico e o uso de um pó compreendendo uma certa quantidade de oxigênio, tal como, por exemplo,

um pó reciclado, pode ser considerado. A fase cristalográfica do pó de nitreto de silício pode ser α ou β .

É entendido por aglutinante de baixa temperatura um aglutinante que cria uma ligação a uma temperatura menor que a temperatura requerida para oxidar o nitreto de silício. Preferivelmente, a ligação é criada a
5 uma temperatura menor que 800°C e mais preferivelmente menor que 500°C.

Por aglutinante mineral é entendido um aglutinante que compreende uma base mineral cujos resíduos sempre fornecem uma forma mineral mais carbono, ou não. Em oposição, ditos aglutinantes orgânicos,
10 como CMC (carboximetilcelulose), cola, tensoativos, fornecem resíduos que são somente carbono. A alta reatividade do aglutinante é parcialmente dada pela base mineral.

A granulometria do nitreto de silício ou pó de oxinitreto de silício é geralmente submicrônica, tamanho de partícula $\leq 1 \mu\text{m}$. Todavia,
15 uma mistura de pós de nitreto compreendendo diferentes tamanhos de partícula e notavelmente compreendendo partículas ou grãos mais grossos compreendidos entre 2 e 50 μm , preferivelmente entre 2 e 5 μm pode também ser usada. A mistura é escolhida de modo a melhorar uma ou mais características. A mistura pode melhorar a estabilidade da suspensão e/ou
20 ulterior aumento da adesão do revestimento sobre o cadinho. No caso de um outro revestimento estar presente sob e/ou sobre o topo do revestimento de nitreto de acordo com a presente invenção, uma mistura pode também facilitar a adesão entre os diferentes revestimentos. O outro revestimento pode ser, por exemplo, um revestimento à base de sílica, como descrito no pedido de
25 patente WO 2005/106084 e pedido copendente PCT/EP2006/006347. A quantidade de partículas mais grossas está geralmente compreendida entre 20 e 50% em peso com respeito às partículas submicrônicas. Pó de nitreto de silício mais grosso é menos caro, a introdução de tal pó também reduz o custo do revestimento.

Dependendo da aplicação, o revestimento protetor terá uma espessura de 50 μm a 500 μm , preferivelmente de 200 a 500 μm . Para evitar qualquer contaminação, é essencial que o revestimento protetor seja de pureza muito alta, com um teor de carbono ultra-baixo.

5 Esta nova tecnologia é baseada no uso de quantidades limitadas e controladas de oxigênio no revestimento. O oxigênio é introduzido com um aglutinante mineral de baixa temperatura (sol gel, organometálico, nano-partículas, micro-floculante, soluções não miscíveis, micro-emulsões, óxidos). Uma fase de colagem a muito baixa temperatura é criada através de
10 todo o revestimento, aumentando a resistência mecânica ao desgaste do revestimento protetor, enquanto mantém as propriedades desejadas do nitreto de silício. O risco de descascamento e soltura em forma de flocos do revestimento é muito reduzido.

Os aditivos e quantidades são escolhidos de modo a obter um
15 teor total de oxigênio variando de 5 a 15 % em peso e no máximo preferivelmente de 8 a 12 % em peso. Um teor total de oxigênio menor que 5 % does não provê uma suficiente fase de colagem, resultando em baixa resistência mecânica do revestimento. Quando o teor de oxigênio é demasiadamente alto, os problemas de contaminação explicados acima estão
20 presentes.

A temperatura de aquecimento para criar a ligação é menor que a temperatura requerida para oxidar o nitreto de silício. A temperatura de aquecimento é menor que 800°C e preferivelmente menor que 500°C. Desta maneira, a quantidade de oxigênio é completamente controlada por meio da
25 adição da quantidade determinada de aglutinante mineral de baixa temperatura. Não existe outra reação de oxidação que poderia modificar o teor de oxigênio.

O oxigênio na dispersão de ligação está fazendo uma diferença contra oxigênio produzido pela oxidação de nitreto de silício. A baixa coesão

entre o sistema de ligação e o pó de nitreto para manter a eficácia total do nitreto na qualidade de agente de não umidificação. A ligação química é criada ao redor dos grãos e os grãos de nitreto de silício não são oxidados para formar SiO_2 sobre sua periferia. Este efeito é melhorado por meio da densificação a baixa temperatura, requerida para uma ligação criada por meio de endurecimento químico em lugar da típica reação térmica de oxidação. O revestimento da presente invenção permite aumentar a resistência mecânica do revestimento por meio da ajuda de um sistema de ligação bem controlado, enquanto mantém a eficiência total do grãos e nitreto de silício.

10 Vez que não existe um problema de descascamento ou soltura em forma de flocos com o revestimento de acordo com a invenção, ele pode ser preparado antes de chegar aos equipamentos de usuário final.

Um outro objetivo da invenção é uma composição para revestir um cadinho para a cristalização de silício, compreendendo 80 a 95 % em peso de nitreto de silício e 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total sendo mais alto que 5 % em peso. A composição pode ser aplicada por meio de métodos diferentes. Em um método preferido, a composição é misturada com fase líquida para formar uma suspensão para aplicação sobre o cadinho.

20 Um outro objetivo da a invenção é um processo para produzir um cadinho compreendendo um revestimento protetor de acordo com a invenção; o processo compreendendo as etapas de:

a) prover um corpo base compreendendo uma superfície de fundo e paredes laterais que definem um volume interno e

25 b) aplicar um revestimento protetor compreendendo 80 a 95 % em peso de nitreto de silício e 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total sendo mais alto que 5 % em peso na superfície das paredes laterais voltadas para o volume interno.

Usualmente, a camada superficial será aplicada em água ou em

solvente por meio de pulverização ou escovação, preferivelmente por meio de pulverização em um sistema à base de água compreendendo uma apropriada quantidade de água para permitir a suspensão de toda a composição.

Em uma forma de concretização preferida do processo de acordo com a invenção, a etapa de aplicar o revestimento é seguida por uma etapa de aquecimento c) a uma temperatura e por uma duração apropriada para calcinar substancialmente todo do composto orgânico presente nos revestimentos e para criar a ligação. Em uma forma de concretização preferida, a temperatura de aquecimento permanece abaixo da temperatura de oxidação do nitreto de silício. Desta maneira, o teor de oxigênio no revestimento é mantido sob controle. A temperatura de oxidação do nitreto de silício pode variar na dependência da composição de revestimento, mas é usualmente em torno de 800°C. O aquecimento do cadinho revestido pode também ocorrer no local do cliente. É também possível fazer um preaquecimento antes da expedição para o cliente e o aquecimento final ou ulterior aquecimento no local do cliente.

A invenção será agora descrita com referência à figura anexa, a qual somente serve para ilustrar a invenção e não pretende limitar seu escopo. A figura 1 mostra uma seção transversal de um cadinho de acordo com a invenção.

Na figura, o cadinho é designado com o número de referência 1. Ele compreende um corpo base 2 compreendendo uma superfície de fundo 21 e paredes laterais 22 que definem um volume interno para a cristalização de silício. O cadinho compreende uma camada protetora 3 que é composta de 80 a 95 % em peso de nitreto de silício, 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total sendo mais alto que 5 % em peso na superfície das paredes laterais 22 voltadas para o volume interno.

A invenção será agora ilustrada por meio de exemplos de

acordo com a invenção e exemplos comparativos. O processo para aplicar o revestimento sobre o corpo base pode ser atingido em diferentes maneiras. A composição depende do método escolhido.

5 O primeiro método preferido (camada reativa) compreende a etapa de:

- misturar pós de nitreto de silício e composto organometálico baseado no componente químico de silício preferivelmente selecionado do grupo constituído de siloxano, tetraetilortosilicato, tetraetóxisilano, polidimetilsilano ou uma combinação dos mesmos (compostos organometálicos são conhecidos como tais e disponíveis no mercado);

10 - pulverizar o revestimento sobre o cadinho por meio de um líquido reativo da família de cloreto de amônio, amônia, solução nítrica ou qualquer outro líquido reativo apropriado para este processo;

- aquecer o cadinho revestido para uma temperatura abaixo de 15 500°C para estabilização do revestimento.

O segundo método preferido (solução de aglutinante) compreende a etapa de:

- misturar pós de nitreto de silício com um aglutinante à base de sílica preferivelmente selecionado do grupo constituído de óleo de silicone, 20 siloxano, clorosilano ou uma combinação dos mesmos;

- pulverizar o revestimento por meio de um líquido reativo da família de ácidos (ácido hidrolórico, ácido nítrico, ácido silícico, tetracloreto de silício ou qualquer outro ácido apropriado para este processo) como neutralização para hidrólise de base como para compostos metálicos amino- 25 orgânicos;

- aquecer o cadinho revestido para uma temperatura abaixo de 500°C para remover líquidos de reação. Em uma outra forma de concretização, a etapa de pulverizar é executada usando uma reação baseada em vapores ou soluções de amônia para sistemas de hidrólise ácida.

O terceiro método preferido (solução saturada e precipitação) compreende a etapa de:

- misturar pós de nitreto de silício com partículas submicrônicas ($< 10^{-6}$) e/ou nano-partículas de sílica adaptadas para formar uma suspensão, preferivelmente sílica coloidal;
- precipitar a mistura preparada sobre a superfície de cadinho através de reação térmica, reação de vapor, ou até mesmo reação química direta usando o apropriado produto químico de neutralização para formar base ácida, álcool, ou reação de pH;
- aquecer o cadinho revestido para uma temperatura abaixo de 500°C, preferivelmente antes do uso.

Exemplos de composições de revestimento para os três métodos são mostrados na tabela 1.

TABELA I - Composição de revestimento protetor

	Método 1			Método 2		Método 3	
% em peso	1a	1b	1c	2a	2b	3a	3b
Nitreto de silício	95	85	85	95	85	95	85
Oxinitreto de silício			10				
Óleo e silicone				5	10		
TEOS	5	15	5				
Sílica coloidal					5	5	10
PVA/PEG							5
Ácido silícico				Y			
Etanol-água		Y			Y		
Água	Y		Y			Y	

PVA significa álcool polivinílico e PEG significa polietileno glicol.

TEOS significa tetraetilortosilicato.

- Os exemplos preferidos são composições à base de sílica coloidal pois elas são fáceis e seguras de serem manipuladas. A composição é escolhida em função do método usado, para obter os visados teor de oxigênio e resistência mecânica ao desgaste.

- Nas seguintes tabelas, a adesão dos vários revestimentos sobre o cadinho foi determinada de acordo com a ASTM D4541 usando um DISPOSITIVO DE TESTE DE REMOÇÃO POR TRAÇÃO POSITEST (da

empresa DEFELSKO Corp.). Este dispositivo de teste avalia a adesão do revestimento por meio de determinação da máxima força de extração por tração que ela pode suportar antes de se destacar. Isto é, a força requerida para puxar um diâmetro de teste específico do revestimento para fora de seu substrato usando pressão hidráulica. A força é expressa em termo de pressão (kPa).

Exemplos de cadinho e desempenhos correlatos são mostrados na tabela 2:

Tabela 2

Exemplo	Revestimento Protetor	Cadinho	Adesão do Revestimento Superficial
1	1b	Sílica	Boa
2	1b	Quartzo	Excelente
3	5a	Sílica	Boa
4	3b	RBSN	Excelente
6*	C1	Quartzo	Deficiente
7*	C2	Quartzo	Deficiente

6 e 7 são exemplos comparativos.

RBSN significa "nitreto de silício ligado por reação" e é um tipo conhecido de cadinho.

6 e 7 são exemplos comparativos e correspondem aos exemplos 1 e 2 da Patente U.S. 6,165,425. C1 compreende um pó de nitreto de silício com um teor de oxigênio de 1,3% e no aglutinante mineral de baixa temperatura. C2 compreende a pó de nitreto de silício com um teor de oxigênio de 6% e nenhum aglutinante mineral de baixa temperatura.

Com relação ao exemplo 6, dano do revestimento foi observado quando do carregamento de metal de silício no cadinho. Com relação ao exemplo 7, consideráveis perdas de material foram observadas como explicado na Patente U.S. 6,165,425.

REIVINDICAÇÕES

1. Cadinho (1) para a cristalização de silício, compreendendo:

a) um corpo base (2) compreendendo uma superfície de fundo (21) e paredes laterais (22) que definem um volume interno;

5 b) um revestimento protetor à base de nitreto de silício (3) voltado para o volume interno;

caracterizado pelo fato de que dito revestimento protetor (3) compreende 80 a 95 % em peso de nitreto de silício, 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total variando de
10 5 a 15 % em peso.

2. Cadinho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o teor de oxigênio total é variável de 8 a 12 % em peso.

3. Cadinho de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o revestimento protetor de nitreto de silício (3)
15 tem uma espessura compreendida entre 50 μm a 500 μm , preferivelmente entre 200 a 500 μm .

4. Cadinho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o revestimento protetor de nitreto de silício compreende partículas $\leq 1 \mu\text{m}$.

20 5. Cadinho de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o revestimento protetor de nitreto de silício compreende também partículas mais grossas.

6. Cadinho de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que partículas grossas são compreendidas entre 2 e 50 μm ,
25 preferivelmente entre 2 e 5 μm .

7. Cadinho de acordo com as reivindicações 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que a quantidade de partículas grossas é 20 a 50 % em peso.

8. Cadinho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a

7, caracterizado pelo fato de que o aglutinante mineral de baixa temperatura compreende um composto organometálico baseado no componente químico de silício, preferivelmente selecionado do grupo constituído de siloxano, tetraetilortosilicato, tetraetóxisilano, polidimetilsilano ou uma combinação dos mesmos.

9. Cadinho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o aglutinante mineral de baixa temperatura compreende um aglutinante à base de sílica preferivelmente selecionado do grupo constituído de silicone, siloxano, clorosilano ou uma combinação dos mesmos.

10. Cadinho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o aglutinante mineral de baixa temperatura compreende partículas submicrônicas e/ou nano-partículas de sílica adaptadas para formar uma suspensão, preferivelmente colóides de sílica.

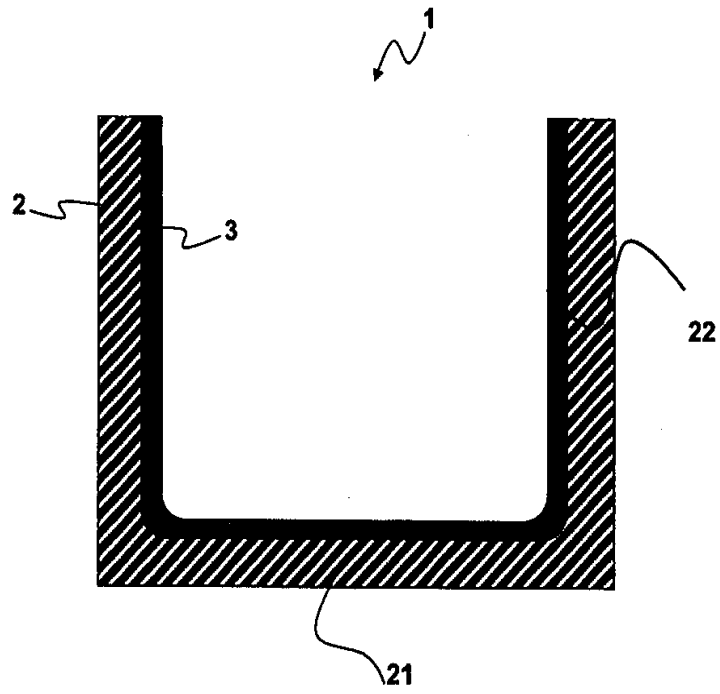
11. Processo para a preparação de um cadinho (1) para a cristalização de silício, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

a) prover um corpo base (2) compreendendo uma superfície de fundo (21) e paredes laterais (22) que definem um volume interno; e

b) aplicar um revestimento protetor (3) compreendendo 80 a 95 % em peso de nitreto de silício e 5 a 20% em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total sendo mais alto que 5 % em peso, na superfície das paredes laterais (22) voltadas para o volume interno.

12. Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que compreende uma outra etapa c) de aquecer o cadinho revestido para uma temperatura menor que a temperatura de oxidação do nitreto de silício.

13. Processo de acordo com a reivindicação 11 ou 12, caracterizado pelo fato de que a etapa b) é executada por meio de pulverização.

**Fig. 1**

RESUMO

“CADINHO PARA A CRISTALIZAÇÃO DE SILÍCIO, E, PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DO MESMO”

A invenção refere-se a um cadinho para a cristalização de silício e à preparação e aplicação de revestimentos de liberação para cadinhos usados no manuseio de materiais fundidos que são solidificados no cadinho e então removidos como lingotes, e mais particularmente a revestimentos de liberação para cadinhos usados na solidificação de silício policristalino. O objetivo do inventor foi prover um cadinho compreendendo um revestimento de nitreto de silício que é mais rápido e mais barato se ser produzido e que é mais forte, com uma melhor aderência às paredes. Foi verificado que estes problemas podem ser solucionados com um cadinho para a cristalização de silício compreendendo: a) um corpo base compreendendo uma superfície de fundo e paredes laterais que definem um volume interno; b) um revestimento protetor compreende 80 a 95 % em peso de nitreto de silício e 5 a 20 % em peso de um aglutinante mineral de baixa temperatura, o teor de oxigênio total variando de 5 a 15 % em peso.