

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

2 499 964

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 82 02751**

(54) Procédé permettant de réduire les striures dans la silice fondue.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 03 B 20/00.

(22) Date de dépôt..... 19 février 1982.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 19 février 1981, n° 235,829.

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 33 du 20-8-1982.

(71) Déposant : GTE PRODUCTS CORPORATION, résidant aux EUA.

(72) Invention de : Robert G. Jenkins et Dennis B. Shinn.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Tandage,  
6, place de l'Ermitage, 93200 Saint-Denis.

PROCEDE PERMETTANT DE REDUIRE LES STRIURES DANS LA SILICE FONDUE

La présente invention concerne un procédé destiné à réaliser de façon continue ou non un corps en silice fondue de manière à réduire le nombre de striures dans le corps obtenu et, en particulier, un procédé pour faire fondre de la silice dans un creuset chauffé de manière à obtenir un produit en silice fondue.

On peut mettre en oeuvre divers procédés pour fabriquer des tubes de silice, par exemple faire fondre un sable de silice dans un creuset puis en retirer des tubes de silice fondue qui sont solidifiés essentiellement dans un milieu non oxydant.

10 Un tel procédé, utilisé industriellement permet d'obtenir des tubes de silice, mais ceux-ci présentent de nombreuses bulles piégées à l'intérieur des tubes et connues sous les expressions "lignes d'air" ou "striures". De telles striures sont tout à fait inopportunes pour de nombreuses applications des tubes de silice et 15 notamment pour la fabrication des lampes car elles provoquent des arêtes, des distorsions optiques, des points de faiblesse et des difficultés de scellement des extrémités des tubes; il en résulte en fabrication un taux relativement élevé et économiquement inacceptable de rejet des lampes.

20 On pensait jusqu'à présent que ces bulles dans la silice fondue étaient principalement dues à des pièges à gaz constitués par des poches dans le matériau réfractaire cristallin ou en particulles tel que le sable de silice ou les cristaux de quartz et qui, en arrivant à la surface de la masse de silice fondue dans le creuset, captaient les gaz du milieu ambiant pour les emmener dans le 25 matériau fondu. Lors de l'étape suivante, l'étirement des matériaux

fondus pour réaliser des tubes de silice entraînait alors nécessairement l'allongement des bulles en forme de striures.

On a dès lors réalisé d'importants efforts pour obvier à ces inconvénients. Par exemple, dans le brevet américain 3 717 450, 5 on a décrit un procédé de fabrication de tubes en quartz ayant un nombre réduit de striures selon lequel les tubes de silice fondues emplis puis vidés sont successivement fondus dans un four ce qui rend nécessaire le remplacement continual de tels tubes. Le four est disposé dans un milieu non-oxydant par exemple dans un 10 gaz composé de 10% d'hydrogène et de 90% d'azote. Un tel procédé bien que donnant satisfaction, est partiellement discontinu et nécessite, comme indiqué précédemment le remplacement d'une succession de tubes de quartz empli d'un sable de quartz.

Selon un autre procédé décrit dans le brevet américain 3 764 286 15 le sable de silice remplissant jusqu'en haut un creuset chauffé est fondu dans un gaz comprenant entre 40 et 65% d'hydrogène et entre 60 et 35% d'hélium, la température du creuset étant maintenue en-dessus de 2050°C. Le creuset est disposé dans un gaz incluant au moins 80% en volume d'azote. La silice fondu coule à partir de la 20 partie basse du creuset dans un tel gaz de manière à obtenir le tube de silice. Un tel procédé cependant nécessite un taux relativement élevé d'hydrogène dans le gaz du creuset et nécessite en outre un creuset au tungstène ce qui est coûteux par rapport au molybdène.

Ainsi les procédés connus apportent des solutions très coûteuses 25 au problème des striures et il existe un besoin réel d'une solution pour la fabrication en continue de produits en silice fondu ayant un nombre réduit de striures et qui soit en même temps économique et d'une mise en œuvre aisée, tout en obtenant aux inconvénients précédemment indiqués.

La présente invention concerne un procédé pour fabriquer de façon continue ou discontinue des produits en silice fondue ayant un nombre réduit de striures et permettant d'être mis en oeuvre pour une fabrication en série à coûts réduits.

5 Le but de la présente invention est donc d'obvier aux inconvénients de l'Art Antérieur et d'améliorer les tubes en silice fondues.

Selon l'invention, la silice est chargée dans la partie supérieure d'un creuset où elle est chauffée dans un gaz d'hydrogène 10 et d'hélium de manière à obtenir de la silice fondue laquelle coule dans la partie basse du creuset jusqu'à une zone d'écoulement. Le creuset est chauffé à une température supérieure à 1500°C par une zone de chauffage extérieure adjacente au creuset.

Cette zone de chauffage et la zone d'écoulement sont disposées 15 dans un gaz comprenant de l'hydrogène et au moins un gaz noble. La silice liquide coule hors du creuset par la zone d'écoulement dans le gaz sus-indiqué comprenant de l'hydrogène et un gaz noble de manière à constituer un corps de silice fondue ayant un nombre réduit de striures. De façon avantageuse, un mandrin creux est disposé à 20 l'extrémité de sortie du creuset de manière à mettre en forme la silice fondues pour réaliser des tubes de silice. L'hydrogène et le gaz noble passent dans le mandrin creux et à travers le tube de silice obtenu de telle manière que le tube soit plongé intérieurement et extérieurement dans un mélange d'hydrogène et de gaz noble pendant 25 que la silice sort du creuset et se solidifie sous forme d'un tube ayant un nombre réduit de striures.

Dans le cadre de la présente description, on appelle gaz noble un gaz appartenant au groupe comprenant le néon, l'argon, le krypton le xénon ou un mélange de ces derniers. De préférence, on utilise

l'argon avec l'hydrogène pour la zone de chauffage extérieure au creuset et pour le mandrin creux.

On a d'autre part découvert que l'azote employé dans les solutions de l'Art Antérieur était la cause de nombreuses bulles de gaz dans la silice fondue à l'intérieur du creuset, plus particulièrement à proximité des parois du creuset, lesquelles bulles contribuaient à la formation de striures dans le produit obtenu. En examinant de la silice fondue solidifiée produite dans des creusets en molybdène on a pu constater que de grandes bulles remplies d'azote se formaient essentiellement sur les bords, ce qui démontre que l'azote se diffuse à travers les parois en molybdène du creuset et, de ce fait, contribue à la formation de striures dans le produit obtenu.

Par ailleurs, on a constaté que l'azote traverse également les creusets en tungstène mais de façon beaucoup moins importante que pour les creusets en molybdène.

De ce fait, l'utilisation des gaz nobles précédemment indiqués, dans la zone de chauffage entourant le creuset, élimine de nombreuses bulles notamment à proximité des parois du creuset.

Ces gaz nobles ne traversent pratiquement pas les parois en molybdène ou en tungstène des creusets et, ainsi, la silice fondue à l'état liquide comprend beaucoup moins de bulles piégées et il en résulte un nombre réduit de striures dans le produit solidifié obtenu.

L'invention, de ce fait, permet l'addition continue de silice dans le creuset chauffé en molybdène ou en tungstène en contact extérieur avec le gaz comprenant de l'hydrogène et un gaz noble dans la zone de chauffage, la silice fondue liquide sortant, par la zone d'écoulement du creuset, dans le même gaz de manière à obtenir le

produit en silice fondu ayant un nombre réduit de striures comme indiqué précédemment.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, avantages et caractéristiques de celle-ci apparaîtront plus clairement à la lecture de la description qui suit d'un mode préféré de réalisation de l'invention donné à titre non limitatif et à laquelle deux planches de dessins sont annexées.

La Figure 1 représente une vue en coupe et en élévation d'un four pouvant être utilisé pour la mise en œuvre de la présente invention, et

La Figure 2 est un graphique mettant en relief le nombre de striures dans le produit obtenu avec des procédés de l'Art Antérieur et avec le procédé de l'invention.

En référence maintenant plus particulièrement à la figure 1, le four 10 comprend une enveloppe 12 pourvue d'une ouverture de sortie 14, un creuset 16 en molybdène ou en tungstène, disposé à l'intérieur de l'enveloppe 12 et ayant des parois latérales 18, un couvercle 20 et un fond 24 pourvu d'un orifice de sortie 24. Le creuset est pourvu d'une jupe 26 entourant le fond 24. Un mandrin creux 28 en métal réfractaire est fixé au couvercle 20 et traverse le creuset 16 jusqu'à l'orifice de sortie 24 de ce dernier.

Au couvercle 20 et pénétrant dans le creuset 16 est également fixé un tube 30 d'alimentation en sable de silice.

Dans l'espace ménagé entre l'enveloppe du four 12 et le creuset 16, on dispose une pluralité d'éléments de chauffage 32 et 34 en forme de résille de tungstène tels que décrits dans le brevet américain 2 178 665.

Dans l'espace annulaire compris entre le creuset 16 et l'enveloppe 12 du four, on prévoit une chambre ou une zone de chauffage 36,

et dans l'espace situé en dessous de l'orifice de sortie 24 se trouve la zone d'écoulement du four.

Dans le couvercle 20 du creuset 16 sont ménagées deux ouvertures 40 et 42 destinées respectivement à l'introduction et à l'évacuation des gaz. De même, la zone de chauffage 36 comporte un conduit 44 d'entrée des gaz.

L'enveloppe 12 du four 10 est de préférence en acier, avec une isolation thermique appropriée en briques de céramique 13. On n'a pas représenté sur la figure l'alimentation électrique qui est appliquée aux éléments au tungstène.

Comme indiqué ci-dessus, la silice est fondue sous un courant continu d'un gaz comprenant de l'hydrogène et de l'hélium.

Concurremment, le creuset 16 est disposé dans un gaz d'hydrogène et d'argon qui entre dans la zone de chauffage par le conduit 44 et circule de façon continue jusqu'à la zone d'écoulement 38. Le gaz de la zone de chauffage se mélange alors au gaz s'échappant de la silice fondue chaude sortant du creuset, c'est-à-dire hélium et hydrogène, et s'échappe du four par l'ouverture de sortie 14. Les gaz ainsi existant baignent l'extérieur du tube 50 de silice fondue tandis que le gaz d'hydrogène et d'argon baigne l'intérieur du tube 50.

On peut utiliser des mandrins de formes différentes, creux ou solides, ou même se dispenser d'un tel mandrin.

Comme indiqué, le procédé permet de réduire considérablement la formation des striures dans la silice fondue et peut être mis en oeuvre de façon continue, ce qui le rend tout à fait approprié à une production en grande série. Enfin, il n'est plus nécessaire d'utiliser un creuset en tungstène.

Les pourcentages suivants sont donnés en volume: le gaz dans le creuset peut comprendre entre 1 et 80% d'hydrogène et entre 99 et 20%

d'hélium, et, de préférence, entre 5 et 50% d'hydrogène et entre 95 et 50% d'hélium.

- Le gaz dans la zone de chauffage peut comprendre entre 2 et 20% d'hydrogène et entre 98 et 80% de gaz noble, et, de préférence, entre 5 et 10% d'hydrogène et entre 95 et 50% d'hélium.

Le gaz dans le mandrin peut comprendre entre 0 et 20% d'hydrogène et entre 100 et 80% de gaz noble, et, de préférence, entre 0,5 et 3% d'hydrogène et entre 99,5 et 97% de gaz noble.

Le gaz noble sus-indiqué est, de préférence, de l'argon, mais peut être constitué par du néon, du krypton, ou du zénon, ou par un mélange de ces gaz dans n'importe quelle proportion.

La silice utilisée ici comprend des particules, verre ou sable ayant une teneur en silice supérieure à 96% en poids et une température de fusion supérieure à 1500°C.

La température du creuset en fonctionnement est comprise entre 1500 et 2100°C.

On peut illustrer la présente invention au moyen de l'exemple suivant donné à titre non-limitatif.

Dans un four de production en série pourvu d'un creuset en molybde et d'un mandrin également en molybdène, capable de produire un tube de silice fondu de 18,35 mm de diamètre interne et ayant une paroi de 1,5 mm d'épaisseur au rythme de 250 kg par jour à partir d'un sable de silice, on a employé, dans le creuset, un gaz constitué de 5% en volume d'hydrogène dans de l'hélium avec un flux de 31,6 CFH. Le gaz dans le mandrin était constitué de 2% d'hydrogène dans un gaz porteur conventionnel l'azote, sous 2,2 CFH. Le gaz dans la zone de chauffage était constitué également d'azote avec 5% d'hydrogène sous 227 CFH.

On a utilisé également les procédés de l'Art Antérieur à titre

de test pour vérifier (voir figure 2) le nombre excessif de striures dans les tubes de silice obtenus. Le procédé a été répété, également avec un creuset au molybdène et un mandrin au molybdène en utilisant le même gaz et le même courant que ceux du creuset, 5 toutes les conditions étant inchangées sauf en ce qui concerne les points suivants: le gaz du mandrin était constitué de 1,7% d'hydrogène dans l'argon à un taux de 4 CFH et le gaz de la zone de chauffage de 5% d'hydrogène dans l'argon également à 227 CFH. La température du creuset s'élevait à 1960°C environ.

10 On a obtenu les résultats suivants:

- a) - par le dernier procédé, la production de tubes a été poursuivie sans interruption avec un faible taux de déchet,
- b) - le nombre de striures dans les tubes de silice diminue à un nombre très nettement en dessous du nombre de striures obtenues avec 15 les procédés antérieurement connus utilisant de l'azote (voir figure 2),
- c) - les striures de surface dans les tubes de silice fondue ont pratiquement toutes disparues, et
- d) - on a obtenu 3,76% de diminution de la puissance consommée du 20 fait de la réduction du transfert de chaleur de l'argon par rapport à l'azote.

La figure 2 illustre la diminution du nombre de striures au moyen du procédé conforme à l'invention. Le pourcentage des striures a été calculé en divisant leur longueur totale dans un échantillon 25 déterminé par la longueur totale de ce dernier et en multipliant par 100.

A gauche du zéro sur la figure 2, on trouve le pourcentage de striures dans un creuset au molybdène avec de l'azote dans la zone de chauffage.

A droite du zéro, on peut constater la réduction importante du nombre de striures lorsque l'on utilise un gaz noble -de l'argon- dans la zone de chauffage.

Le nombre de striures restant avec le procédé conforme à l'invention est beaucoup plus petit que lorsque le produit était fabriqué avec de l'azote comme gaz porteur et le contenu d'azote est très inférieur.

Ainsi, le nombre de striures reste dans une limite très acceptable.

10 Comme indiqué, le procédé selon l'invention s'applique à la fabrication de façon continue ou discontinue de produits en silice fondu et peut être utilisé en production industrielle de quartz ayant un nombre réduit de striures.

Bien que seul un mode préféré de réalisation de l'invention ait 15 été décrit, il est évident que toute modification apportée par l'Homme de l'Art dans le même esprit ne sortirait pas du cadre de la présente invention.

---

REVENDICATIONS

- 1 - Procédé pour fabriquer un corps de silice fondu en introduisant de la silice dans la partie supérieure d'un creuset, cette silice étant chauffée dans un premier gaz composé d'hydrogène et d'hélium de manière à le faire fondre et couler dans la partie basse du dit creuset vers une zone d'écoulement, le dit creuset étant chauffé au moyen d'éléments de chauffage (32-34) disposés à l'extérieur du dit creuset (16) dans une zone de chauffage adjacente au dit creuset, caractérisé en ce qu'un second gaz comprenant de l'hydrogène et au moins un gaz noble choisi dans le groupe constitué par le néon, l'argon, le krypton, le xénon ou des mélanges de ceux-ci circule dans la dite zone de chauffage (36) et la dite zone d'écoulement (38), la silice fondu liquide s'écoulant du dit creuset (16) à travers la dite zone d'écoulement (38) dans le dit second gaz pour former un corps de silice fondu.
- 15 2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la silice est introduite dans la partie supérieure du creuset de façon continue et que la silice fondu liquide s'écoule de façon continue du dit creuset, le dit procédé étant continu.
- 3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la dite silice est fondu de façon discontinue.
- 20 4 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le dit creuset est en molybdène.
- 5 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le dit creuset est en tungstène.
- 25 6 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la dite zone de chauffage entoure le dit creuset.
- 7 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les dits éléments de chauffage chauffent le dit creuset à une température

comprise entre 1500 et 2100°C.

8 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la silice fondu liquide s'écoule du dit creuset autour d'un mandrin (28) de manière à la mettre en forme pour constituer un tube de silice fondu.

9 - Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le dit mandrin est creux et qu'un mélange d'hydrogène et d'un dit gaz noble traverse le dit mandrin et le dit tube de silice.

10 - Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le dit gaz noble est de l'argon, la proportion en volume d'hydrogène étant comprise entre 0,5 et 3% tandis que celle de l'argon est comprise entre 99,5 et 97%.

11 - Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le dit second gaz est dirigé de manière à s'écouler autour du dit corps de silice fondu obtenu à la sortie du dit creuset.

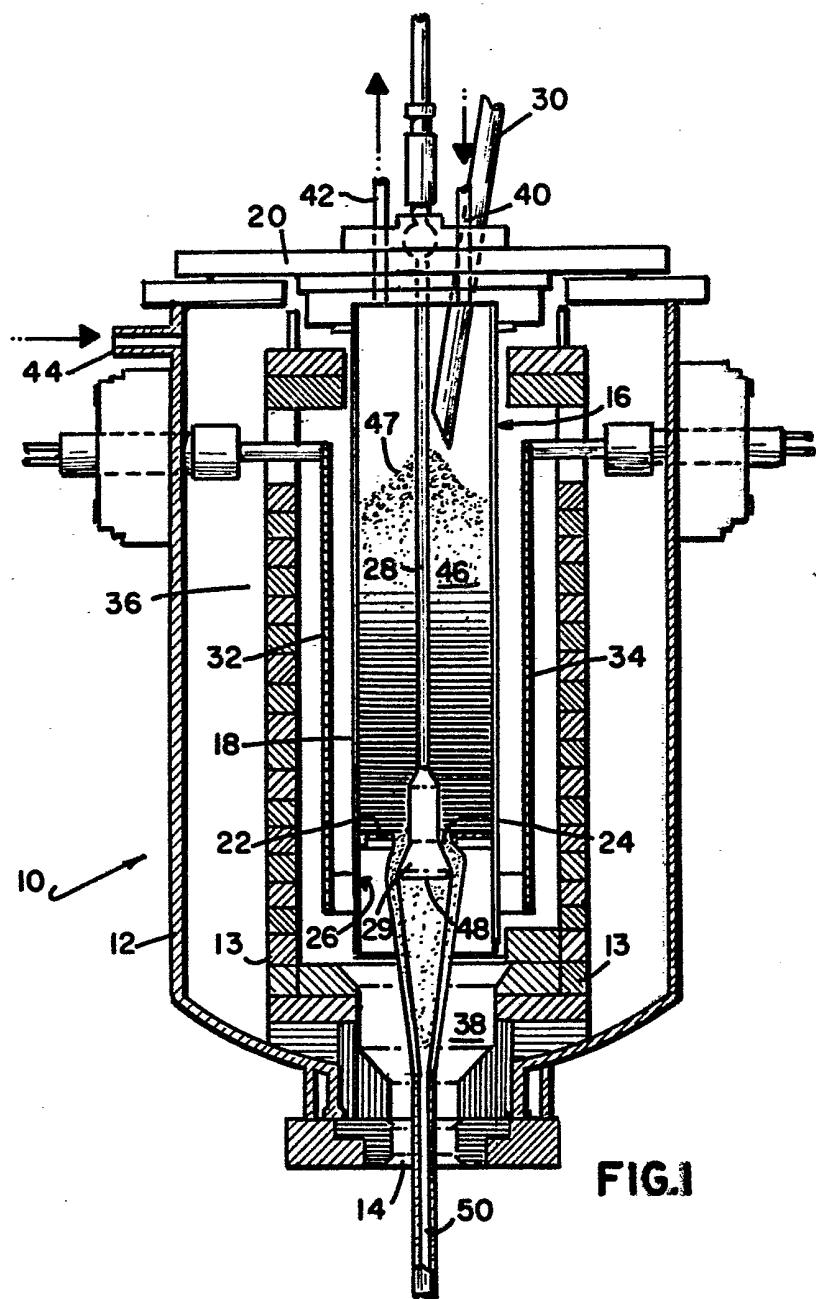
12 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la proportion en volume d'hydrogène dans le dit premier gaz est comprise entre 5 et 50% tandis que celle de l'hélium est comprise entre 95 et 50%.

20 13 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le dit gaz noble est de l'argon.

14 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le dit second gaz est composé de 5 à 10% d'hydrogène et de 95 à 90% d'argon.

25 15 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la silice introduite dans la partie supérieure du creuset est un sable de silice dont la teneur en silice est supérieure à 96% en poids.

---



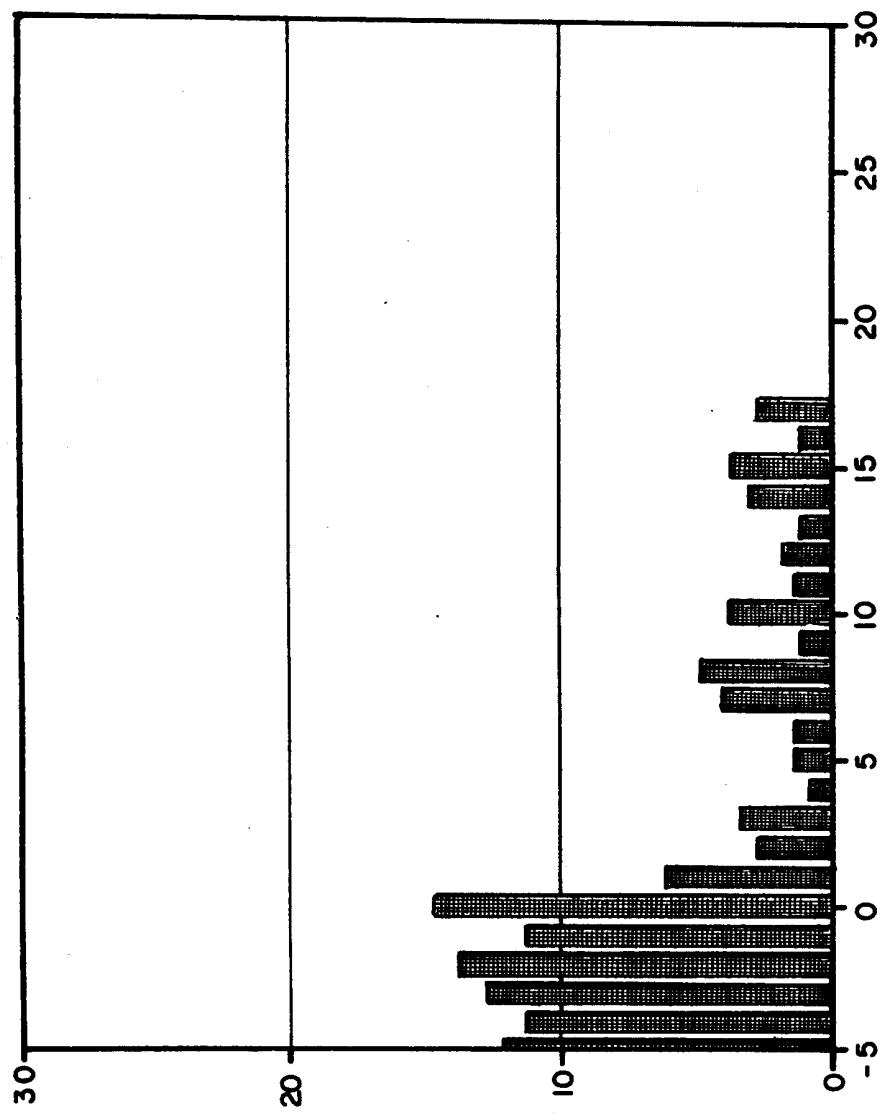


FIG. 2