

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 07600

(54) Procédé pour fabriquer des creusets en verre de silice et dispositif pour la mise en œuvre de ce procédé.

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

(22) Date de dépôt 15 avril 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : RFA, 15 avril 1980, n° P 30 14 311.4.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 42 du 16-10-1981.

(71) Déposant : Société dite : HERAEUS QUARZSCHMEIZE GMBH, résidant en RFA.

(72) Invention de : Rolf Brüning et Friedhelm Habegger.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Beau de Loménie,
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

L'invention concerne un procédé pour fabriquer des creusets en verre de silice, selon lequel on introduit du quartz cristallin ou du verre de silice amorphe en grains broyés fins de façon continue ou semi-continue dans un moule creux qui est fait
5 d'un matériau ne réagissant pas avec les grains chauffés et qui tourne autour de son axe vertical, dans lequel les grains se déposent sous forme d'une couche sur la paroi latérale intérieure et le fond du moule, on fait fondre la couche en partie seulement dans le sens de son épaisseur par apport de chaleur de l'intérieur vers l'exté-
10 rieur, on produit le frittage d'une mince couche partielle, on laisse le reste de la couche en grains et on enlève le creuset en verre de silice du moule après refroidissement.

L'invention concerne en outre un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé de fabrication de creusets en verre de
15 silice.

La fabrication de corps creux de quartz est connue par le brevet 543 957 de la République Fédérale d'Allemagne. Selon le procédé décrit dans ce document, de la matière brute fractionnée, plus précisément du sable silicieux ou des cristaux de quartz en
20 grains, est introduite en continu ou semi-continu dans un moule creux tournant, fondue ou frittée dans celui-ci et pressée contre la paroi intérieure du moule sous l'action de la force centrifuge. Après refroidissement, le corps creux est enlevé du moule. La matière brute est chauffée au point de fusion ou de frittage par une source
25 de chaleur placée à l'intérieur du moule. Ce procédé fournit des corps creux dont la masse contient encore des bulles. Si l'on veut fabriquer des objets en verre de silice contenant peu de bulles, on charge dans le moule et on y fait fondre l'une après l'autre de minces couches de matière brute. La faible quantité de bulles dans le corps
30 ainsi obtenu résulte du fait que les bulles d'air incluses dans la matière brute en grains s'en échappent partiellement en direction de l'axe de rotation du moule pendant la fusion.

Par le brevet 822 005 de la République Fédérale d'Allemagne, on connaît en outre un procédé pour fabriquer des corps
35 creux en verre de forme quelconque. Selon ce procédé, un tube de verre est introduit dans un moule creux, chauffé dans celui-ci pendant

que le moule est entraîné en rotation et amené par les forces centrifuges à s'appliquer contre le moule. Il est possible en plus de ménager des orifices d'aspiration dans le fond du moule et de les raccorder à une conduite de dépression. Ainsi, le fond des récipients de verre, puisqu'il n'est pas pressé contre le fond du moule par les forces centrifuges, peut être conformé convenablement par l'effet d'aspiration.

L'invention vise à apporter un procédé qui permette de fabriquer, de façon économique et sous une faible consommation d'énergie, un creuset en verre de silice largement exempt de bulles et de le démouler en outre sans outils et sans endommagements.

Selon l'invention, un procédé comme défini au début est essentiellement caractérisé en ce que l'on utilise un moule creux dont la paroi latérale et le fond sont perméables au gaz, on crée une pression inférieure à 5 000 Pa sur le côté extérieur du moule au plus tard au début de la fusion des grains et on la maintient pendant la fusion.

Selon d'autres caractéristiques, la pression créée et maintenue autour du moule pendant la fusion est inférieure à 1 000 Pa et le moule n'est pas refroidi.

L'invention permet de fabriquer un creuset en verre de silice qui est largement exempt de bulles. Cela provient probablement de ce que, par suite du maintien du vide, les interstices entre les grains ne contiennent plus de gaz mais représentent des vacuoles qui se contractent à la fusion des grains et disparaissent à peu près complètement. Il n'est pas totalement exclu qu'il subsiste des bulles microscopiques. L'invention fournit ainsi un procédé permettant de fabriquer des creusets en verre de silice largement exempts de bulles dans un processus comportant une seule opération. Comparativement au procédé connu par le brevet cité en premier pour la fabrication de corps creux en verre de silice, le procédé de l'invention permet de très grandes économies d'énergie et demande peu de travail, ouvrant ainsi la voie à la fabrication économique de creusets en verre de silice pratiquement exempts de bulles.

Les creusets en verre de silice sont utilisés en grandes quantités, par exemple dans le domaine de la production de silicium

monocristallin pour semi-conducteurs. Dans cette application, il importe non seulement que les creusets soient chimiquement de la plus grande pureté mais soient en outre exempts de bulles et d'un prix aussi bas que possible sinon la production du silicium monocristallin
5 deviendrait nettement plus coûteuse.

Le procédé de déformation pour la fabrication de corps creux en verre connu par le brevet 822 005 de la République Fédérale d'Allemagne, également cité déjà, procédé qui implique l'utilisation de tubes de verre, n'a pas pu être adapté directement à la fabrication
10 tion de creusets en verre de silice pour diverses raisons. Par exemple, ce procédé connu demande beaucoup de travail puisqu'il oblige à produire tout d'abord le tube de verre de silice, à fermer ce tube d'un côté et de réaliser ensuite seulement la déformation connue par ce brevet. En raison du point de fusion très élevé du verre de silice,
15 il est aisément compréhensible que ce procédé appliqué à la fabrication de creusets en verre de silice entraînerait une très forte consommation d'énergie. Par ailleurs, la grande viscosité du verre de silice comparativement au verre ordinaire rend très difficile le démoulage d'un corps creux préformé et fermé d'un côté, constituant
20 le produit final qu'est le creuset en verre de silice. Il s'y ajoute que le produit de départ nécessaire, c'est-à-dire le tube fermé unilatéralement en verre de silice doit lui-même être dépourvu autant que possible de bulles, du fait que le processus de déformation consécutif n'a aucune action d'élimination de bulles de la matière de
25 départ. En cas d'adaptation directe de ce procédé connu pour tubes de verre à la fabrication de creusets en verre de silice, une réaction indésirable du verre de silice chauffé avec le matériau du moule serait en outre inévitable.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention
30 ressortiront plus clairement de la description qui va suivre d'un exemple de réalisation non limitatif, ainsi que de la figure unique du dessin annexé, qui est une représentation schématique d'un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention.

Sur le dessin, 1 désigne une enveloppe montée rotative,
35 qui est reliée à un dispositif d'entraînement en rotation 2 par un arbre creux 3. Un moule creux 4 qui est lui-même perméable au gaz

est monté de façon étanche au gaz dans l'enveloppe 1. Le moule 4 de l'exemple représenté est métallique ; sa paroi latérale et son fond présentent de fins percages traversants 5. Il est possible d'utiliser un moule qui est perméable au gaz du fait qu'il est réalisé d'un

5 matériau fritté. Le dispositif d'entraînement en rotation 2 comporte une traversée 6 à laquelle est raccordée une pompe à vide 7. La référence 8 désigne un vacuomètre. 9 est une source de chaleur, par exemple une source de chaleur produisant un arc électrique. 10 désigne une tubulure qui relie la pompe à vide à une source d'air comprimé 11.

10 Pour la fabrication d'un creuset selon l'invention, on introduit du quartz cristallin ou du verre de silice amorphe sous forme de grains fins dans le moule 4, monté de façon étanche au gaz dans l'enveloppe 1 et tournant avec elle, de sorte qu'il se forme une couche de grains 13 sur la paroi latérale intérieure et sur le fond

15 du moule. La rotation de l'enveloppe est désignée par la flèche 12. On fait démarrer la pompe à vide 7 et on introduit la source de chaleur 9 dans le sens de la flèche 14 dans le moule pour chauffer les grains. Sous l'effet du chauffage, il se forme tout d'abord une couche frittée qui migre à travers la couche de grains presque jusqu'à proxi-

20 mité immédiate devant la surface intérieure du moule 4 et qui est suivie par la couche fondue proprement dite. La pompe 7 crée un vide dans l'espace compris entre l'enveloppe 1 et le moule 4 et maintient ce vide pendant le processus de frittage et de fusion. Ce vide agit à travers les orifices 5 sur la couche de grains et

25 en retire les gaz contenus dans les interstices entre les grains. Comme la partie fondue de la couche de grains crée une séparation hermétique avec l'espace intérieur 15 du moule, le maintien du vide est assuré. La couche de grains est fondue en majeure partie dans le sens de son épaisseur ; il subsiste une mince couche partielle frittée

30 et, contre la paroi intérieure du moule 4, une couche isolante qui n'est ni frittée ni fondue et qui permet de réaliser le moule 4 également de matériaux qui réagissent normalement avec le verre de silice au point de fusion de celui-ci. Dès que la couche fondue a atteint l'épaisseur désirée, on retire la source de chauffage 9 de l'espace

35 intérieur 15 du moule pendant qu'on laisse la matière fondue et frittée dans le moule, continuant à tourner avec l'enveloppe, en

vue de sa solidification sous forme d'un creuset. Pour enlever le creuset ensuite de façon simple du moule 4, après l'arrêt de la pompe à vide, on crée une surpression dans l'espace entre l'enveloppe 1 et le moule 4 par la source d'air comprimé 11, à travers la tubu-
5 lure 10, de sorte que le creuset, en raison de la pénétration de l'air comprimé dans les orifices 5, est chassé à la façon d'un piston hors du moule. Le procédé de l'invention permet donc de démouler le creuset en verre de silice final sans outils et sans endommagements.

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

1. Procédé pour fabriquer des creusets en verre de silice, selon lequel on introduit du quartz cristallin ou du verre de silice amorphe en grains broyés fins de façon continue ou semi-continue dans un moule creux qui est fait d'un matériau ne réagissant pas avec les grains chauffés et qui tourne autour de son axe vertical, dans lequel les grains se déposent sous forme d'une couche sur la paroi latérale intérieure et le fond du moule, on fait fondre la couche en partie seulement dans le sens de son épaisseur par apport de chaleur de l'intérieur vers l'extérieur, on produit le frittage d'une mince couche partielle, on laisse le reste de la couche en grains et on enlève le creuset en verre de silice du moule après refroidissement, caractérisé en ce que l'on utilise un moule creux dont la paroi latérale et le fond sont perméables au gaz, on crée une pression inférieure à 5 000 Pa sur le côté extérieur du moule au plus tard au début de la fusion des grains et on la maintient pendant la fusion.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on crée et maintient une pression inférieure à 1 000 Pa.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on utilise un moule creux non refroidi.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, pour enlever le creuset en verre de silice du moule, on applique une surpression à sa paroi en contact avec le moule creux.
5. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant un moule creux, des moyens pour faire tourner le moule et une source de chaleur, caractérisé en ce que le moule (4) est perméable au gaz et est monté de façon étanche au gaz dans une enveloppe (1) rotative qui est reliée à une pompe à vide (7) par une traversée (6) des moyens d'entraînement en rotation (2).
6. Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que la paroi latérale et le fond du moule (4) sont métalliques et sont pourvus de fins orifices (5).

7. Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que le moule creux est en matériau fritté poreux.
8. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que la canalisation qui relie la pompe à vide (7) à la traversée (6) présente une tubulure (10) pour l'introduction d'air comprimé.

