

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 450**

51 Int. Cl.:
C03B 19/09 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09757375 .2**
- 96 Fecha de presentación: **06.05.2009**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **2300380**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.03.2011**

54 Título: **Método y aparato para la producción de un crisol de cristal de cuarzo**

30 Prioridad:
05.06.2008 DE 102008026890

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.06.2012

73 Titular/es:
**Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG
Quarzstrasse 8
63450 Hanau, DE**

72 Inventor/es:
**KAYSER, Thomas;
LEHMANN, Walter y
LAUDAHN, Hilmar**

74 Agente/Representante:
BALLESTER CAÑIZARES, Rosalía

ES 2 383 450 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Método y aparato para la producción de un crisol de cristal de cuarzo

Descripción

Campo de la invención

5 **[0001]** La presente invención hace referencia a un método para la producción de un crisol de cristal de cuarzo, el cual comprende las siguientes fases: una fase de vitrificación de gránulos de SiO₂ de la capa interior en un molde de fusión que gira sobre un eje de rotación y que contiene una pared interna, presentando dicho molde una abertura en la parte superior cubierta por una pantalla o escudo térmico al menos de forma parcial. La vitrificación se efectúa por la
 10 acción de una zona de plasma en una atmósfera que contiene un gas ligero, a saber, helio o hidrógeno, para formar una capa interna transparente sobre un molde de base de crisol de cristal de cuarzo. Al menos una parte de la atmósfera contiene gas ligero suministrado al molde de fusión por medio de una entrada de gas.

[0002] Asimismo, la invención hace referencia a un aparato para la producción de un crisol de cristal de cuarzo. Dicho aparato comprende un molde de fusión giratorio sobre un eje de rotación, el cual presenta una abertura en la parte superior que puede cubrirse al menos
 15 parcialmente con un escudo térmico que contiene una entrada de gas para un gas ligero, a saber, helio o hidrógeno, y una fuente de plasma que puede ser introducida en el molde de fusión.

20

Descripción de la técnica

[0003] Los crisoles de cristal de cuarzo se utilizan para recibir la fundición de metal a la vez que se introducen monocristales, siguiendo el llamado método Crzochralski. En este proceso de adición, el crisol de cristal de cuarzo se somete a altas presiones mecánicas, químicas y
 25 térmicas durante varias horas. Para mitigar el ataque corrosivo de la fundición de metal y, en relación con ello, la liberación de impurezas desde la pared del crisol, la capa interna del crisol que está en contacto con la fundición de metal debería ser homogénea y estar libre de burbujas en la medida de lo posible.

[0004] La capa interna transparente con un bajo número de burbujas se forma normalmente
 30 con el siguiente método: se produce un molde de base de cristal de cuarzo del crisol en un molde de fusión metálico y se aplica la capa interna a la pared interna del molde de base. Se inflama un arco eléctrico (plasma) en el molde de fusión y los gránulos de SiO₂ se introducen dispersándose en el molde de base giratorio a través de un tubo ensanchador que termina encima del arco eléctrico. Los gránulos se funden en el plasma y vuelan hacia la pared interna
 35 del molde de base bajo la acción de la presión producida por el plasma, se quedan ahí depositados y se vitrifican inmediatamente después en la capa interior transparente, mientras que el molde de base queda principalmente opaco. En adelante, la fase de difusión de gránulos de SiO₂ en el molde de fusión y de la exposición simultánea de estos al plasma se referirá como "método de dispersión".

[0005] Las burbujas pequeñas residuales, que normalmente contienen nitrógeno proveniente del aire, podrían permanecer en la capa interna. Durante el uso que se pretende hacer del crisol, estas burbujas crecerán debido a la acción de la temperatura y la presión para finalmente explotar, de tal forma que pasen fragmentos y otras impurezas al silicio fundido, resultando todo ello en un monocristal de silicio libre de dislocaciones de menor rendimiento.

[0006] Se ha sugerido la sustitución del gas contenido en las burbujas por los gases helio o hidrógeno (en adelante se referirá a estos dos gases de bajo peso molecular como “gases ligeros”). Dichos gases se difunden rápidamente en cristal de cuarzo y, por tanto, se reduce tanto la formación de burbujas como el crecimiento de estas. Por ejemplo, en US 2002/0166341 A1 se revela un método para la producción de un crisol de cristal de cuarzo con un contenido bajo en burbujas en la capa interior. En este método, los gránulos de SiO₂ se introducen en un molde de fusión giratorio y toman forma debido a la acción de la fuerza centrífuga que surge a medida que se calienta posteriormente la capa de la base del crisol junto con esta capa y se vitrifica en una atmósfera que contiene helio o hidrógeno.

[0007] En EP 1 094 039 se revela un método y un aparato del tipo que se ha mencionado anteriormente. Aquí el molde de base opaco del crisol de cristal de cuarzo se produce primero de la forma convencional, y los gránulos que se dispersan se suministran al interior del crisol y del plasma que se inflama junto con hidrógeno (alternativamente helio y/u oxígeno) para depositar la capa interior transparente a través de un método de dispersión de arco eléctrico. Para este fin, se utiliza un tubo de doble pared para introducir gránulos y gas, que se proyecta hacia el interior del crisol por el lateral en relación con los electrodos de arco y a través de un escudo térmico que cubre sustancialmente la abertura de la parte superior del crisol.

[0008] Debido a un tratamiento temprano con hidrógeno, las impurezas contenidas en los gránulos esparcidos y los componentes con contenido de carbono deben eliminarse con anterioridad a la fusión de los gránulos. Además, el volumen de gases atrapados en la capa interior debe reducirse, así como minimizarse el crecimiento de burbujas a la vez.

[0009] Como suplemento al tratamiento con hidrógeno de los gránulos que se dispersan, se ha sugerido que los residuos de gas presentes en el molde de base opaco deberían también ser reemplazados por un gas de rápida difusión, como el helio. Con este fin, se efectúa un método de vacío por el que el molde de base se ajusta firmemente con una cubierta con anterioridad a la formación de la capa interna, con lo cual queda evacuado el interior del crisol y se introduce el helio desde fuera a través de la pared del molde de base aún poroso. Después de efectuarse el intercambio de gases y una vez retirada la cubierta, la pared interior del molde de base se vitrifica en la superficie y la pared interior vitrificada se ha formado sobre la capa interior según el método de dispersión de tipo arco eléctrico, como se ha explicado anteriormente.

[0010] En US 6 502 422 B1 se revela otro método de vacío para producir un crisol de cristal de cuarzo. Se utiliza un molde de fusión al vacío que contiene una pared con múltiples orificios pasantes a través de los cuales pueden retirarse los gases del interior del molde de fusión hacia el exterior aplicando presión negativa. El molde de fusión al vacío se introduce en una cámara de sobrepresión donde se puede ajustar una determinada atmósfera de fusión.

Después de la formación del molde de base de gránulos de SiO_2 , el molde de fusión al vacío se evacúa y la atmósfera existente se reemplaza por la “atmósfera artificial” de la cámara de sobrepresión. El gas presente en el molde de base se succiona al exterior a través de la pared del molde de fusión, monitorizándose la composición de gas en la corriente de gas en flujo al exterior para detectar la finalización del intercambio de gases. Gases como helio, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, gases nobles, halógenos, vapor de agua y similares se denominan gases de intercambio.

[0011] En el método que se conoce a partir de EP 0 693 461 A1 por producir un crisol de cristal de cuarzo con una capa interior transparente, se utiliza un molde de fusión con capacidad para girar en torno a un eje de rotación que tiene una abertura superior cubierta con una tapa que incluye orificios de ventilación. Para formar la capa interior transparente, se suministran los gránulos de SiO_2 en pequeñas cantidades al molde de fundición giratorio, se depositan sobre la pared interna de un molde de base de SiO_2 y se funden simultáneamente mediante una fuente de plasma con formación de la capa interna transparente. La ventilación se efectúa aquí por medio de los orificios de ventilación, de forma que la atmósfera gaseosa a alta temperatura escapa del interior del molde de fusión y es reemplazado por una atmósfera libre de polvo de “aire sintético”.

[0012] En el método conocido, la fabricación de una capa interna libre de burbujas conlleva un consumo comparativamente elevado de energía y de gases de proceso, además de requerir esfuerzos de construcción elevados.

Breve resumen de la invención

[0013] El objeto de la presente invención es indicar un método por el cual un crisol de cristal de cuarzo puede producirse con una capa interna con un bajo número de burbujas a la vez que se mantienen al mínimo los esfuerzos en términos de energía y material.

[0014] Es también objeto de la presente invención ofrecer un aparato de realización constructiva simple.

[0015] Con respecto al método, este objeto, que parte del método del tipo mencionado anteriormente, se consigue según la invención de la siguiente forma. En la fase de formación de la capa que precede a la fase de vitrificación, una capa granulosas a partir de los gránulos de SiO_2 de la capa interior se forma en la pared interna, por lo que la zona de plasma y el escudo término junto con la entrada de gas se pueden mover al menos en una dirección perpendicular al eje de rotación, y se desplazan de forma lateral en dirección a la capa granulosa durante la fase de vitrificación para vitrificar la capa granulosa.

[0016] El método según la invención permite la fabricación de una capa interna transparente libre de burbujas en un molde de base de crisol de cristal de cuarzo opaco a la vez que se consume una cantidad de energía y material comparativamente baja. Esto es posible principalmente por la combinación de las siguientes medidas:

- Por un lado, la “técnica de dispersión de arco eléctrico” como se describe en detalle más arriba no se usa para formar la capa interna, como ocurre en el método genérico,

sino que se utiliza un procedimiento donde, en primer lugar (esto es, con anterioridad a la fase de vitrificación) se forma una capa granulosa porosa a partir de los gránulos de la capa interna, y dicha capa se vitrifica posteriormente en la fase de vitrificación. La formación de una capa granulosa a partir de los gránulos de la capa interna de SiO₂ en la pared interior se lleva a cabo, por ejemplo, utilizando una plantilla con la que los gránulos de la capa interna se presionan contra la pared interna y/o mediante la acción de gravitación mientras gira el molde de fusión. La capa granulosa se aplica tanto de forma directa sobre la pared interna del molde de fusión como en la pared interna de un molde de base de crisol ya existente. En el primer caso, los gránulos de la capa interna de SiO₂ sirven tanto para fabricar el molde de base de crisol de cristal de cuarzo opaco como para la formación de la capa interna de cristal de cuarzo transparente. En este último caso, esto es, en el caso donde ya existe un molde de base de crisol, este se halla presente tan sólo como una capa suelta de gránulo mecánicamente precompactado o, al menos, como un moldeado de gránulos de SiO₂ parcialmente sinterizados o vitrificados. La pared interna se define por un fondo recto o curvado, una pared lateral y un área de transición entre el fondo y la pared lateral. Se contempla al menos una porción de la pared interna con gránulos de capa interna de SiO₂ que se vitrifican en la capa interna transparente. En comparación con la "técnica de dispersión", para este procedimiento de formación de una capa transparente con un grosor predeterminado se necesita menos tiempo de fusión y, con ello, una cantidad menor de energía.

- Como otra medida, se prevé en el método según la invención que la zona de plasma y, al menos, una entrada de gas del escudo término, puedan desplazarse en dirección perpendicular al eje de rotación del molde de fusión, y se desplacen durante la vitrificación de la capa granulosa al menos una vez hacia la capa granulosa formada previamente. La entrada de gas sirve para suministrar el gas ligero o una mezcla de gases que contenga un gas ligero al molde de fusión. Debido al movimiento en dirección horizontal, la zona de plasma y el suministro de gas pueden desplazarse cerca de las áreas de la capa granulosa para ser respectivamente vitrificados (esto es, fondo, pared lateral o área de transición). Estas se calientan de forma local y se vitrifican en la zona de plasma, lo cual reduce la cantidad de energía necesaria para el proceso de vitrificación. Tras el desplazamiento de la zona de plasma también en dirección al eje de rotación, es posible efectuar un movimiento cercano de seguimiento durante la vitrificación de la capa granulosa. Se debe prestar atención al hecho de que, debido a la rotación del crisol a una posición de altura predeterminada de la zona de plasma, se obtiene cada vez un área de vitrificación anular, la cual puede desplazarse a través de un movimiento ascendente y descendente de la zona de plasma sobre la totalidad de la pared interna. El desplazamiento de la zona de plasma puede lograrse con el movimiento correspondiente de los electrodos generadores de plasma, mediante la inclinación de los electrodos, o a través de la energía suministrada a los electrodos.

- También guarda importancia el uso de un escudo térmico con movilidad horizontal (en adelante el movimiento horizontal también se denominará “desviación lateral”), lo cual posibilita el movimiento de la entrada de gas para gas ligero cerca de la zona de plasma, de forma que el gas ligero puede suministrarse localmente a la zona respectiva de vitrificación en uso. El suministro local consigue una explotación particularmente eficiente del gas ligero utilizado y, por tanto, reduce el consumo de gas. El escudo térmico y la entrada de gas se dirigen hacia la zona de vitrificación durante la fase de vitrificación al menos una vez, aunque preferentemente de forma continua u ocasionalmente. El escudo térmico cubre la abertura de la parte superior del molde de fusión no de forma cerrada, sino de manera que se permita que el gas pueda fluir hacia afuera del molde de fusión durante la vitrificación ocasionalmente.

[0017] La fase de vitrificación se realiza preferentemente en un sistema de flujo abierto.

[0018] El sistema de flujo abierto no sólo permite el flujo de gas dentro del molde de fusión, sino también el flujo de gas hacia el exterior del molde de fusión. Esto facilita la descarga de gas contaminado o de material evaporado hacia el exterior de dicho molde. Se evita así la presencia de depósitos indeseados y se reduce el número de impurezas. Un sistema de flujo abierto se consigue, por ejemplo, por medio de un hueco del molde de fusión situado entre la parte superior del molde y el escudo térmico.

[0019] Además, este sistema ha resultado ser ventajoso cuando el gas ligero se suministra de forma continua al molde de fusión como una corriente controlada de gas ligero.

[0020] El control del flujo de gas para la corriente de gas ligero permite una actuación del gas ligero dependiente de la posición o del tiempo durante la vitrificación de la capa interna, lo cual contribuye a una mayor reducción del consumo de gas. Esto se aplica igualmente a otros posibles gases suministrados al molde de fusión a través del escudo térmico. Por ejemplo, durante la vitrificación en la parte inferior de la pared interna, donde se corre el riesgo de que los gránulos de SiO_2 apenas compactados queden barridos por la acción de la corriente de gas, lo deseable es que haya una corriente más pequeña ahí que en el área de la pared lateral.

[0021] Preferentemente, el escudo térmico se configura de forma que la abertura de la parte superior del molde de fusión quede cubierta también en una desviación lateral del escudo térmico.

[0022] El escudo térmico presenta un tamaño mayor que la abertura del molde de fusión para proyectarse en todo momento más allá de la abertura superior después de la desviación. La desviación máxima del escudo térmico (o de la entrada de gas) relevante en la práctica parte de la distancia entre el eje central y la pared lateral del molde de fusión, esto es, el radio de apertura del crisol que desea producirse. Puesto que incluso en estas dos posiciones extremas de la entrada de gas (posición central y posición sobre la pared lateral) la abertura superior del molde de fusión, en una vista superior del escudo térmico, permanece cubierta, se asegura un flujo de gas estable y reproducible tanto dentro como fuera del molde de fusión.

[0023] A este respecto, se ha demostrado ventajoso el hecho de que la zona de plasma y el escudo térmico se muevan de forma sincronizada.

[0024] Como resultado del movimiento sincronizado, también se evitan cambios en el flujo de gas dentro del crisol, lo cual presenta un efecto ventajoso sobre la constancia y la reproducibilidad del proceso de vitrificación.

5 [0025] En una variante particularmente preferente del método, se pretende que el gas ligero se insufla a la zona de plasma a través de la entrada de gas del escudo térmico.

[0026] La insuflación del gas ligero directamente a la zona de plasma da como resultado una utilización particularmente eficiente de un gas ligero costoso, pues dicho gas se suministra a partir de la presión del plasma directamente al área objeto de vitrificación.

10 [0027] También ha resultado ventajoso el hecho de que el proceso de enriquecimiento de gas tenga lugar entre la fase de formación de capa y la fase de vitrificación, donde la atmósfera en el molde de fusión se ve enriquecida por la atmósfera que contiene el gas ligero.

15 [0028] Gracias a este enriquecimiento de gas anterior a la vitrificación, se reduce el contenido de aire (y de nitrógeno, respectivamente) en la capa granulosa de SiO_2 , de forma que la utilización de gas ligero es más eficiente durante la vitrificación, y la capa interna que se produce de este modo muestra una densidad particularmente baja en burbujas.

[0029] A este respecto, también se ha demostrado ventajoso el hecho de que el proceso de enriquecimiento de gas comprenda el suministro de gas ligero al molde de fusión a través de la entrada de gas del escudo térmico y la exposición de una pared externa de la base de molde del crisol a un vacío.

20 [0030] Debido a la aplicación de presión negativa (vacío), y partiendo de la pared exterior, el gas existente en la capa granulosa, y opcionalmente el existente en la pared del molde de base del crisol poroso, se succiona directamente al exterior y se reemplaza con gas ligero a través de la atmósfera que surge posteriormente del interior del molde de fusión.

25 [0031] Asimismo, se ha demostrado provechoso que, durante la vitrificación, la pared externa del molde de base del crisol se exponga al vacío.

30 [0032] Durante la vitrificación en vacío, se forma una capa de sellado en el área donde la zona de plasma actúa en la pared interna de la capa granulosa de SiO_2 , evitando dicha capa de sellado cualquier otra acción del vacío en el interior del molde de fusión, por lo cual se forma la capa interna transparente gradualmente. Tan pronto se constituye esta capa interna transparente, el vacío (la presión negativa) puede apagarse o reducirse.

[0033] De forma preferente, la atmósfera que contiene el gas ligero presenta un volumen de oxígeno de no más del 50%, preferentemente entre el 10 y el 30% volumétrico, así como helio.

35 [0034] Debido al contenido en oxígeno de la atmósfera de vitrificación, se observa una combustión de grafito y una conversión a CO y CO_2 cuando los electrodos de grafito se utilizan para inflamar el plasma. Se ha constatado que esto podría tener un impacto beneficioso en la calidad de la capa interna del crisol de cristal de cuarzo que se desea producir.

[0035] Además, una atmósfera de molde de fusión que, aparte de helio, contenga suficiente oxígeno, tiene la ventaja de poder ser utilizada como gas inhalado, de forma que no es necesario utilizar máscaras respiratorias u otras medidas de seguridad como, por ejemplo, una

cámara de proceso convenientemente aislada del medio ambiente y utilizada para alojar el molde de fusión. Asimismo, pueden adoptarse y adaptarse con mayor facilidad los parámetros de proceso extraídos de la fabricación de crisoles de tipo convencional con una vitrificación de la capa interna en el aire.

5 **[0036]** En una variante preferente del método, se pretende que la atmósfera que contiene el gas ligero se cree a través de un suministro controlado de una mezcla de gases que se compone de gas ligero y oxígeno.

[0037] El uso de una mezcla de gases previamente producida ofrece la ventaja de que la composición gaseosa sea constante en el tiempo independientemente de la presión o de
10 cambios en la temperatura o variaciones en el control de flujo de gas. Además, el número de controladores de flujo de gas necesarios es menor que en el caso de un control de flujo de gas individual para cada tipo de gas. La mezcla de gases se fija con anterioridad, por ejemplo, a través de una mezcladora eléctrica que permite un alto rendimiento (por ejemplo, hasta 600 m³/h).

15 **[0038]** En una variante alternativa igualmente preferente del método, se pretende que la atmósfera que contiene el gas ligero se genere al suministrarse gas ligero y oxígeno de manera controlada.

[0039] El control de flujo de gas individual para cada tipo de gases es más flexible que el uso de una mezcla de gases previamente fijada, y permite sobre todo también que se produzcan
20 cambios en la composición de la atmósfera dentro del molde de fusión en respuesta a la posición del intervalo de vitrificación actual o de la fase temporal del proceso de vitrificación.

[0040] En lo que respecta al aparato, el objeto arriba indicado, que parte desde un aparato que comprende las características del tipo antes mencionado, se consigue de acuerdo con la invención al configurarse la fuente de plasma y el escudo térmico junto con la entrada de gas
25 de forma que puedan moverse al menos en una dirección perpendicular al eje de rotación.

[0041] El aparato de la invención sirve para llevar a cabo el método ilustrado anteriormente. Se distingue sustancialmente en que tanto la fuente de plasma como el escudo térmico con al menos una entrada de gas son móviles en dirección perpendicular al eje de rotación del
30 molde de fusión, esto es, de manera horizontal, de forma que la fuente de plasma y la zona de plasma producidas y el suministro de gas se mueven cerca de las regiones de la capa granulosa para ser respectivamente vitrificadas, y estas pueden ser calentadas y vitrificadas localmente por la zona de plasma.

[0042] Esto reduce considerablemente la cantidad de energía necesaria para la vitrificación y conlleva una explotación particularmente eficiente del gas ligero, como se ha descrito con
35 detalle anteriormente con referencia a la discusión del método según la invención.

[0043] A partir de las reivindicaciones adicionales, se ponen de manifiesto diseños ventajosos del aparato según la invención. Al imitar las configuraciones del aparato indicadas en las reivindicaciones los procedimientos mencionados en dichas reivindicaciones con respecto al método según la invención, se hace referencia a una explicación suplementaria de las
40 observaciones realizadas más arriba con respecto a las correspondientes reivindicaciones del

método. Las configuraciones del aparato según la invención como se mencionan en el resto de reivindicaciones adicionales serán explicadas con mayor detalle a continuación.

[0044] El escudo térmico y la abertura superior delimitan, de forma ventajosa, un hueco entre ellos.

5 [0045] El escudo térmico cubre la abertura a la vez que deja un hueco en la zona circundante de forma completa o parcial en relación con el borde superior del molde de fusión. Esta medida permite un "sistema abierto" y, por tanto, un flujo de gas tanto dentro del molde de fusión, como directamente hacia fuera del mismo. Esto facilita la descarga de gas contaminado o de material evaporado del molde de fusión, y se evita la presencia de depósitos indeseados, reduciéndose así las impurezas.

10 [0046] Se ha demostrado útil la presencia de un dispositivo de vacío que produce un efecto de vacío sobre una pared exterior del molde de fusión.

[0047] El dispositivo de vacío facilita el intercambio de gases desde el interior del molde de fusión, la pared del molde de base del crisol y la capa granulosa de SiO₂. Esto ayuda a producir un crisol de cristal de cuarzo con un reducido número de burbujas. El dispositivo de vacío puede ser utilizado durante la vitrificación de la capa interna y también durante el enriquecimiento de gas y el proceso de intercambio que precede a la fase de vitrificación.

[0048] Resulta ventajoso que la entrada de gas del escudo térmico se presente con un tubo flexible para suministrar el gas ligero.

20 [0049] El tubo flexible simplifica la desviación lateral del escudo térmico y de, al menos, una entrada de gas.

Breve descripción de los dibujos

[0050] Seguidamente se explicará la invención con más detalle haciendo referencia a las realizaciones y un dibujo. Como única figura se presenta:

La **Figura 1**, que muestra un aparato de fusión adecuado para la ejecución del método de la invención, en una representación esquemática.

Descripción detallada de la invención

[0051] El aparato de fusión según la **Fig. 1** comprende un molde de fusión 1 de metal con un diámetro interno de 75 cm, residiendo el molde 1 en un flanco externo de un soporte 3. El soporte 3 tiene la capacidad de rotar sobre el eje central 4. El cátodo 4 y el ánodo 6 (electrodos 5; 6) de un grafito que, como queda ilustrado mediante flechas de dirección 7, son móviles dentro del molde de fusión 1 en todas las direcciones del espacio que se proyectan hacia el interior 20 del molde de fusión 1.

[0052] El escudo térmico 2 en forma de placa de metal enfriada por agua, que presenta un grosor de 10 mm y comprende un orificio pasante central a través del cual los electrodos 5, 6, que sobresalen del molde de fusión 1, se proyectan más allá de la parte superior abierta del

molde de fusión 1. El escudo térmico 2 se encuentra conectado a la entrada de gas 8 para una mezcla de gases de helio y oxígeno y a una entrada de gas 9 para helio puro. Dichas entradas se hallan configuradas como tubos flexibles por medio de los cuales se insertan controladores de flujo de gas 16 (reguladores de caudal-masa). Se contempla la presencia de un hueco de ventilación con una anchura de 50 mm entre el molde de fusión 1 y el escudo térmico 2 (la Fig. 1 muestra esta dimensión y el resto de dimensiones del aparato sólo de forma esquemática, no siendo fiel a escala). El escudo térmico 2 puede moverse de forma horizontal (en dirección x e y) en el plano ubicado sobre el molde de fusión 1, tal y como describen las flechas de dirección y el plano de coordenadas 10.

10 **[0053]** El espacio entre el soporte 3 y el molde de fusión puede evacuarse con la acción de un dispositivo de vacío, representado por la flecha de dirección 17. El molde de fusión 1 comprende múltiples pasajes 15 (que en la Figura 1 quedan simbolizados únicamente en el área inferior) a través de los cuales el vacío puede actuar desde fuera del molde 1 hacia adentro.

15 **[0054]** A continuación se explica con más detalle la fabricación de un crisol de cristal de cuarzo de 28 pulgadas según la invención con referencia a una realización preferente.

[0055] En una primera fase del método, los gránulos cristalinos de arena de cuarzo natural, que se han limpiado previamente con cloración caliente y presentan un tamaño preferente de entre 90 µm a 315 µm, se introducen en el molde de fusión que gira sobre su eje longitudinal 4. Debido a la acción de la fuerza centrífuga y mediante una plantilla de molde, se construye una capa con forma de crisol de giro simétrico 12 de arena de cuarzo compactada mecánicamente en la pared interna del molde de fusión 1. El grosor medio de capa de dicha capa 12 es de 12 mm.

[0056] En una segunda fase del método, se forma una capa granulosa 14 de polvo de cristal de cuarzo producida sintéticamente en la pared interna de la capa de arena de cuarzo 12 utilizando también una plantilla de molde y por acción del giro continuo del molde de fusión 1. El grosor medio de capa de dicha capa 14 es también de 12 mm.

[0057] En una tercera fase del método, el aire contenido en las capas granulosas 12 y 14 se enriquece con un gas de proceso que contiene helio. Para este fin, el escudo térmico 2 se posiciona sobre la abertura del molde de fusión 1 y se bombea el aire desde dentro del molde de fusión hacia afuera por medio de un dispositivo de vacío 17 a través de las capas granulosas permeables al gas 12 y 14, desplazándolo hacia el exterior a través de las capas granulosas 12 y 14. Al mismo tiempo, una mezcla de helio y de oxígeno a un 20% se introduce en el interior 20 del molde de fusión 1 a través de la entrada de gas 8 del escudo térmico 2. Después de un período de 10 minutos aproximadamente, finaliza el proceso de enriquecimiento con el gas de proceso que contiene helio.

[0058] En una cuarta fase del método, las capas granulosas 12 y 14 se vitrifican zona por zona. Para este fin, y tras la finalización del proceso de enriquecimiento de gas, los electrodos 5; 6 se introducen en el interior por la abertura central del escudo térmico 2 y el arco eléctrico, que queda marcado en la Fig. 1 por la zona de plasma 13 como un área sobre un fondo gris, se

inflama entre los electrodos 5; 5 en la atmósfera del molde de fusión compuesto por helio y oxígeno. En este proceso se suministra una corriente constante y controlada de la mezcla de HE/O₂ de 300 l/min al interior 20 a través del conducto de alimentación 8. En el interior 20, se genera un flujo de gas estable, mostrado en la Fig. 1 a través de las líneas de puntos 11, que
5 desemboca fuera del interior del molde de fusión 20 por el hueco existente entre el escudo térmico 2 y el molde de fusión 1.

[0059] Para la vitrificación de las capas granulosas 12; 14 en el área de la pared lateral, se dispone el escudo térmico 2, junto con la entrada de gas 8 y los electrodos 5; 6, en una posición lateral (como se muestra en la Fig. 1). Para la vitrificación de las capas granulosas 12;
10 14 en el área del fondo, se desplazan el escudo térmico 2 y la entrada de gas 8 a una posición central, moviéndose también los electrodos 5; 6 a dicha posición con inclinación hacia abajo.

[0060] Es posible, por tanto, alcanzar todas las áreas de las capas granulosas 12; 14; esto es, el fondo, la pared sustancialmente cilíndrica y el área de transición curvada entre el fondo y la pared tanto con la zona de plasma 13 como con el gas de proceso (80He/20O₂). La movilidad
15 del escudo térmico 2 permite un ajuste horizontal del suministro de gas 8, que facilita al gas de proceso el ser arrastrado directamente a la zona de plasma 13, por lo cual el gas de proceso se explota óptimamente y se mejora la reproducibilidad del método. Asimismo, la corriente de gas puede ajustarse libremente, lo que permite un flujo de gas estable dentro del molde de fusión 1 y fuera del mismo. De esta manera, se asegura que el gas de proceso suministrado alcance
20 todas las áreas de las capas granulosas 12; 14 en las que se lleva a cabo el proceso de vitrificación.

[0061] Durante la vitrificación, se forma rápidamente una capa de sellado sobre la superficie interna de la capa granulosa 12. Dicha capa de sellado separa las partes no fundidas de la pared del crisol de la atmósfera presente en el interior del molde de fusión 20. Puesto que la
25 mezcla de gases de helio y oxígeno todavía sigue bombeándose al exterior a través de las capas granulosas porosas 12 y 14, se genera una presión negativa de aproximadamente 20 mbar (absoluta). Como consecuencia de esto, se forma una capa interna densa que apenas muestra burbujas y que es, por tanto, transparente. La capa de sellado delgada y no transparente que cubre la capa interna transparente se elimina más adelante en el transcurso
30 del proceso por la acción del plasma 13 al menos en parte, y se descarta completamente, si es necesario, al final del proceso de fabricación mediante limpieza con chorro de arena.

[0062] Tan pronto como la capa interna vitrificada alcanza un grosor de alrededor de 2,5 mm, la capacidad de succión del dispositivo de vacío 17 se reduce por medio de una válvula de mariposa (que no se muestra en la Fig. 1), de forma que la presión que prevalece en las áreas
35 de las capas granulosas 12; 14 aún no vitrificadas aumenta a 900 mbar (presión absoluta). El gas necesario para ello se origina particularmente desde el interior 20 del molde de fusión 1 y abandona el mismo por las áreas no fundidas de las capas granulosas 12; 14 a través de las intrusiones 15 de la pared del molde. La composición de gases en las áreas no fundidas de las capas granulosas 12; 14 pueden, pues, ser ajustadas a través de la atmósfera del interior 20

hasta que estas áreas también se fundan en cristal de cuarzo. El proceso de fusión se completa antes de que el frente del fundido alcance la pared interior del molde de fusión 1.

[0063] La superficie interior del crisol de cristal de cuarzo producida de esta manera está formada por una capa interna homogénea y vítrea de SiO₂ sintético con un reducido número de burbujas, que además se halla bien conectada a una capa externa de cristal de cuarzo opaco. La capa interna así constituida se distingue, además, por la formación de un reducido número de burbujas cuando se utiliza el crisol de la manera pretendida.

5

10

15

20

25

30

35

40

Reivindicaciones

- 5 1. Un método para producir un crisol de cristal de cuarzo, comprendiendo dicho método las siguientes fases: una fase de vitrificación de gránulos de capa interna de SiO₂ en un molde de fusión (1) que gira en torno a un eje de rotación (4) y comprende una pared interna. Dicho molde de fusión presenta una abertura en la parte superior cubierta por un escudo térmico (2) al menos en parte, estando dicha vitrificación sometida a la acción de la zona de plasma (13) en una atmósfera que contiene un gas ligero, a saber, helio o hidrógeno. De esta manera se forma una capa interna transparente en un molde de base de crisol (12) de cristal de cuarzo, conteniendo, al menos parte de la atmósfera, el gas ligero suministrado al molde de fusión (1) a través de una entrada de gas (8; 9) del escudo térmico (2), y **caracterizado porque** en la fase de formación de la capa que precede a la fase de vitrificación, una capa granulosa (14) de los gránulos de la capa interna de SiO₂ se forma en la pared interna. La zona de plasma (13) y el escudo térmico (2), junto con la entrada de gas (8; 9), son móviles al menos en una dirección perpendicular al eje de rotación (4) y se desplazan lateralmente en la dirección de la capa granulosa (14) durante la fase de vitrificación para vitrificar la capa granulosa (14).
- 10
- 15
- 20 2. El método de la reivindicación 1, que comprende la fase de vitrificación llevada a cabo en un sistema de flujo abierto.
- 25 3. El método de la reivindicación 1 o 2, según el cual el gas ligero se suministra al molde de fusión (1) de manera continua en forma de flujo de gas controlado.
- 30 4. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual la abertura de la parte superior del molde de fusión (1) permanece cubierta también en una desviación lateral del escudo térmico (2).
- 35 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual el gas ligero es suministrado a través de la entrada de gas (8; 9) del escudo térmico hacia la zona de plasma (13).
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual la zona de plasma (13) y el escudo térmico (2) se mueven de forma sincronizada.
7. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual la operación de enriquecimiento de gas en la que la atmósfera del molde de fusión (1) se ve enriquecida por la atmósfera que contiene gas ligero se efectúa entre la fase del método de formación de capa y la de vitrificación, comprendiendo el proceso de enriquecimiento de gas el suministro

de gas ligero al molde de fusión (1) a través de la entrada de gas (8;9) del escudo térmico (2) y la exposición al vacío de una pared externa del molde de base del crisol (12).

- 5
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual, durante la vitrificación, la pared externa del molde de base del crisol (12) se expone al vacío (17).
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual la atmósfera que posee gas ligero contiene helio y no más del 50% de oxígeno en volumen, preferentemente entre el 10 y el 30% volumétrico.
- 10
10. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, según el cual la atmósfera que contiene gas ligero se genera por medio de un suministro controlado de gas ligero y oxígeno, o bien se genera mediante un suministro controlado de una mezcla consistente en gas ligero y oxígeno.
- 15
11. Un aparato para producir un crisol de cristal de cuarzo, comprendiendo dicho aparato: un molde de fusión (1) que gira en torno a un eje de rotación y que tiene una abertura en la parte superior que puede ser cubierta al menos en parte por un escudo térmico que tiene una entrada de gas (8; 9) para gas ligero, a saber, helio o hidrógeno, y una fuente de plasma que puede ser introducida en el molde de fusión (1), el cual **se caracteriza porque** la fuente de plasma (13) y el escudo térmico (2), junto con la entrada de gas (8; 9) pueden ser configuradas para desplazarse al menos en una dirección perpendicular al eje de rotación (4).
- 20
12. El aparato de la reivindicación 11, según el cual el escudo térmico (2) y la abertura de la parte superior definen un hueco entre sí.
13. El aparato de las reivindicaciones 11 o 12, según el cual un controlador de flujo de gas (16) suministra el gas ligero al interior del molde de fusión (1).
- 30
14. El aparato de cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, según el cual el escudo térmico (2) tiene una dimensión lateral adecuada para proyectarse más allá de la abertura de la parte superior del molde de fusión (1), también en el caso de una desviación lateral del escudo térmico (2).
- 35
15. El aparato de cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14, según el cual un dispositivo de vacío produce un vacío (17) sobre la pared externa del molde de fusión (1).

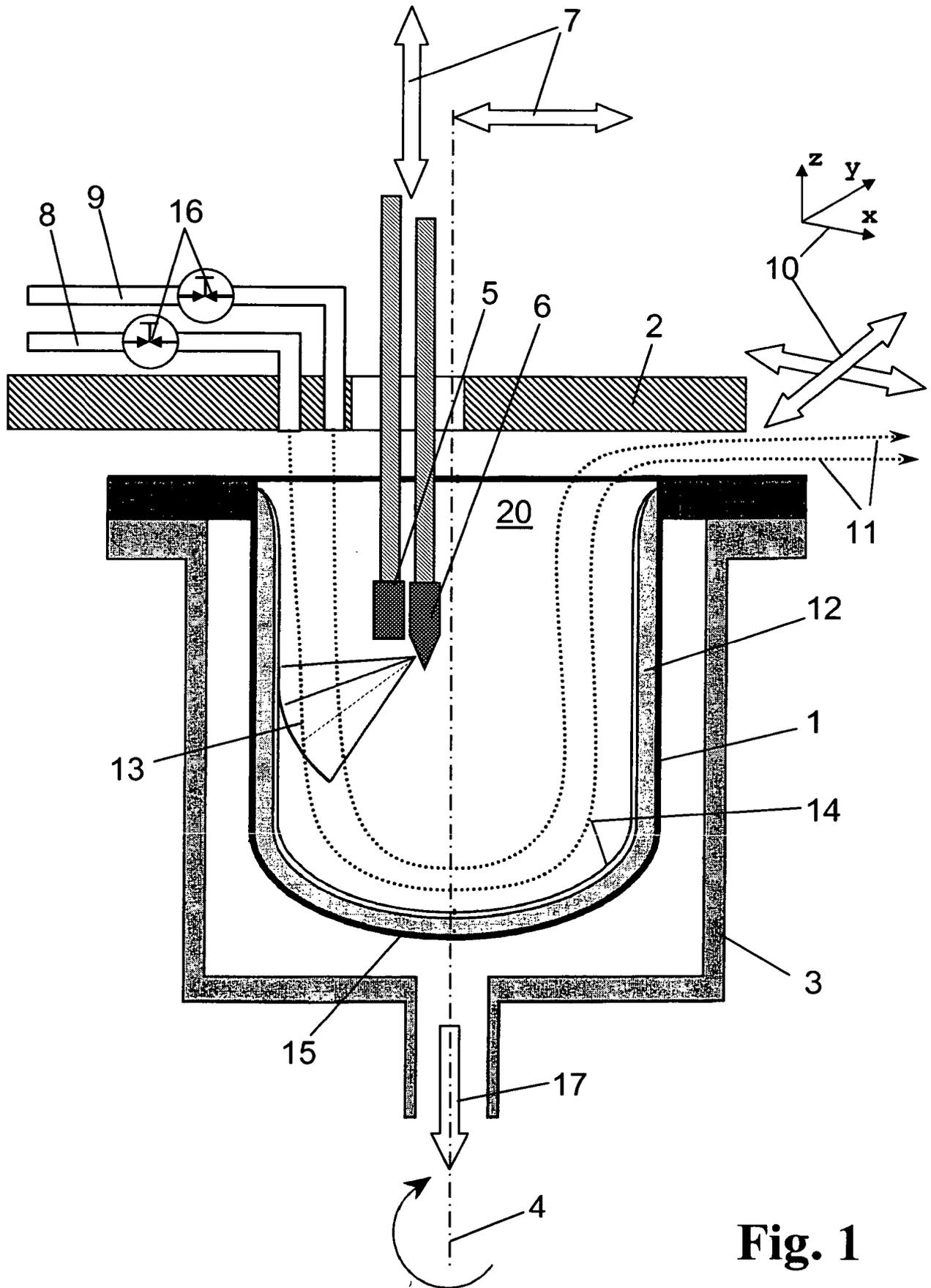


Fig. 1

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

La lista de referencias citadas por el solicitante se incluye únicamente para la comodidad del lector, no formando parte del documento de la patente europea. A pesar del sumo cuidado durante la recopilación de las referencias, no se pueden excluir la presencia de errores u omisiones, declinando la OEP toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patentes citados en la descripción

- US 200201663431 A1 [0006]
- EP 1094039 A1 [0007]
- US 6502422 B1 [0010]
- EP 0693461 A1 [0011]