

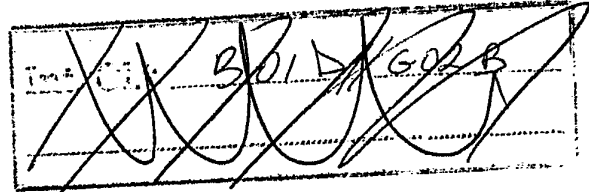
420829
P.- 58.509

(Caso C.E.E.
STEWART-5)

Int Cl.³ CO3B 5102

29 AGO. 1974

MEMORIA DESCRIPTIVA



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de INTERNATIONAL STANDARD ELECTRIC CORPO-
RATION

entidad norteamericana

establecida en 320 Park Avenue, Nueva York 10022,
Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA LA PREPARACION DE CRISTALES
PUROS PARTIENDO DE MATERIALES EN LOTES COLO-
CADOS EN UN CRISOL"

(Clase Internacional CO1b, CO1d)

26.8.74

- 1 -

Este invento se refiere a la preparación de cristales partiendo de materiales por lotes u hornadas, que se usa particularmente en la preparación de cristales de gran pureza tales como son los cristales con baja pérdida óptica que se requieren en la fabricación de las fibras ópticas y para la obtención de rayos laser.

Cuando los gases se preparan del modo usual, por calentamiento en un horno eléctrico o de llama, quedan sometidos a tres fuentes principales de contaminación; la del recubrimiento refractario del horno, la del elemento de calentamiento o de la llama y la del crisol que contiene el metal fundido. Dos de los factores que afectan a la mayor o menor contaminación son la temperatura y la duración del proceso. Con ello se tiene que la contaminación que tiene lugar durante el calentamiento inicial necesario para que los materiales se fundan es normalmente menor que la que se tiene durante el calentamiento más prolongado, con más alta temperatura, requerido para el refinado y homogeneización del cristal. En la solicitud de Patente norteamericana Nº 479.004, se hace la descripción de un sistema conocido del uso, al objeto de reducir la contaminación, de radiofrecuencias en la preparación del cristal puro y del enfriamiento de los crisoles con gas.

A la temperatura ambiente, la conducti-
vidad para la corriente alterna de la mayoría de los
cristales, así como de los elementos con los que se
constituyen los lotes para su preparación, es tan baja
5 que hay que desechar el calentamiento inductivo por ra-
diofrecuencia partiendo de la temperatura ambiente, con
lo que se usa un método alternativo para calentar la
carga a una temperatura con la que se hace fácilmente
el acoplamiento con el campo que se aplica. Con agu-
10 nos cristales, la conductividad, aún cuando estén fundi-
dos, es tan baja que es preferible el uso del calenta-
miento dieléctrico por radiofrecuencia utilizando las
pérdidas dieléctricas. La elección de la frecuencia
apropiada, que puede típicamente estar entre uno y va-
15 rios miles de MHz, dependerá de las propiedades eléctri-
cas de cada composición particular de gas que se prepara.
Así se tiene que la forma de aplicación de la ener-
gía de radiofrecuencia dependerá de los valores absolu-
tos y de como cambian con la temperatura tanto la con-
20 ductividad en alterna como las pérdidas dieléctricas,
dependiendo estos parámetros mayormente de la tempera-
tura y de la frecuencia. Así, por ejemplo, se sabe que
un cristal típico de sosa y cal se puede acoplar a un
campo de 2 a 5 MHz a unos 1000°C de temperatura. En es-
25 te caso, el acoplamiento es principalmente inductivo,

siendo atribuida la relativamente alta conductividad de este cristal a la movilidad del ion de sodio. En contraste con esto, un gas compuesto exclusivamente de sílice y óxido de plomo, que aún fundido tiene una conductividad baja, requerirá un calentamiento dieléctrico con una frecuencia mucho más alta, típicamente de varios miles de MHz. Las combinaciones de inductores y placas de condensador (diseñadas para el calentamiento de otros materiales) que pueden ser indicadas para la finalidad de que tratamos, están descritas en la literatura existente.

Durante la tapa de refinado y homogeneización en la preparación del cristal, la contaminación del metal en fusión es relativamente pequeña porque la fuente de calor es no contaminante, porque la contaminación procedente del crisol puede ser debidamente eliminada por el enfriamiento del mismo y porque el metal fundido se encuentra contenido en un ambiente limpio.

Cuando se requiera una etapa de precalentamiento para que el campo de radiofrecuencia se acople al metal fundido, es preferible el empleo de una fuente de calor no contaminante. Para muchas aplicaciones la contaminación se mantiene dentro de unos límites aceptables cuando el precalentamiento se efectúa con calor radiado y conducido desde un suscepto, típicamente de grafito, co-

locado encima o dentro de la carga de los materiales. La contaminación por el grafito se puede eliminar encapsulándolo por ejemplo en silicio, sílice o carburo de silicio. El silicio se puede emplear de por sí como una alternativa de material susceptible. Otros métodos de precalentamiento incluyen el uso de una llama de plasma excitada por radiofrecuencia así como el de una radiación de foco concentrado procedente de una lámpara de infrarrojos de gran potencia.

10 De acuerdo con el presente invento, se provee un método mejorado para la preparación de un cristal partiendo de materiales en lotes, los cuales son dispuestos en un crisol dieléctrico con camisa de agua. El calor requerido para el acabado y homogeneización del
15 cristal se obtiene por un calentamiento de la fusión por radiofrecuencia. Este método permite que el crisol se mantenga a una temperatura baja. Dicho crisol es, a ser posible, de sílice. El enfriamiento por agua del crisol evita que el metal fundido moje el crisol y evita la contaminación.
20

A continuación se describe una realización del invento haciendo referencia al dibujo que se acompaña.

25 La figura muestra el aparato para la preparación del cristal con materiales por lotes con calen-

tamiento inductivo por radiofrecuencia, usando para el precalentamiento un susceptor de grafito encapsulado en sílice.

5 La bobina refrigerada por agua 10, de un calentador de inducción por radiofrecuencia que actúa entre 2 y 6 MHz y que puede transferir 25 KW de energía de radiofrecuencia a una carga adecuada, rodea a un tubo de sílice 11. En el interior del tubo 11 hay dispuesto un crisol 12 cuya boca está sellada a la pared del tubo; de este modo, se tiene formado un encamisado para el agua el cual rodea el crisol. El agua de refrigeración sube desde la parte de abajo del crisol y sale por un tubo 13. El tubo 11 tiene un estrechamiento 14 para que el agua pase refrigerando mejor la base del
10
15 crisol.

La bobina 10 está también refrigerada por agua y está formada por cuatro vueltas de un tubo de cobre, teniendo dicha bobina una longitud axial de unos 10 cm. y un diámetro interior de unos 7 cm. La altura del
20 crisol es de unos 8 cm. y tiene un diámetro interior de unos 5,5 cm.

En este aparato fueron preparados unos cuantos cristales de sosa-cal-sílice con composiciones dentro de los límites:

25

Na_2O	20 a 25 % en peso
CaO	3 a 6 % en peso
SiO_2	70 a 75 % en peso

5 con una frecuencia de 3,5 a 4 MHz y con un caudal de pa-
so de agua de enfriamiento por la cruceta de más de 180
litros por hora.

Para cada composición se preparó una car-
ga de 500 gramos de material en polvo, usándose carbona-
tos para dar el contenido de sosa y de cal. El crisol
10 se llenó hasta una profundidad de unos 2 cm. con una par-
te de la carga y entonces se hizo descender un suscepto-
r 15 de grafito encapsulado en sílice al interior de la bo-
bina, a una posición por encima de la superficie del ma-
terial en el crisol. El suscepto-
r calienta el material
haciéndole que reaccione, desprenda gas y dé comienzo a
la unión. En este estado, la temperatura de la fusión
es de 800 a 1000°C, la resistividad de unos 5 ohmios por
cm. o menor y la energía de radiofrecuencia comienza a
20 acoplarse directamente con la fusión. Este cambio en la
distribución de la energía produce unos cambios en la
carga que se dejan notar en el control del suministro de
la energía de radiofrecuencia.

A continuación el suscepto-
r se saca del
25 crisol y entonces se añade a la fusión el resto de la

carga del material en lotes. Esto se hace justamente en el momento en que la evolución de los gases no sea causa de que una parte del material sea expulsado del crisol. De forma típica, el material se añade en partes de 40 ó 50 gramos. Puede ocurrir que se requiera ajustar algo las condiciones del suministro de la radiofrecuencia durante la adición de este material extra.

Una vez que ha sido añadido todo el material del lote al material en fusión se coloca sobre la boca del crisol una tapa (que no se muestra) para que contribuya al refinado reduciendo la velocidad en la disminución de la temperatura de la fusión.

Para el refinado y homogeneización del material fundido se eleva inicialmente la temperatura a unos 1600°C, manteniéndolo así durante dos horas y a continuación se hace descender la temperatura a unos 1500°C durante otro período de calentamiento de unas tres horas. Durante todo este tiempo, el paso continuo del agua mantiene el crisol de sílice a una temperatura mucho más baja. El cristal resultante está en su conjunto prácticamente libre de gérmenes, pero una pequeña cantidad de ellos pueden quedar en el material fundido a lo largo del eje del crisol.

Un proceso alternativo de refinado y

homogeneización con el que se producen menos gérmenes requiere una agitación del material fundido. Primeramente se calienta el cristal a unos 1600°C, sin la tapa. En este estado, se sumerge en el crisol una varilla refrigerada por aire (que no se muestra) hasta prácticamente el fondo de la mezcla, agitándola durante una hora. Al final de este tiempo se saca el agitador, se coloca la tapa en su sitio y se mantiene la fusión a unos 1600°C durante otra media hora, antes de reducir su temperatura a unos 1500°C, manteniéndola así durante dos horas.

Cuando ha sido extraído el agitador del metal fundido, lleva consigo una pequeña cantidad del material en fusión que, cuando se enfría, tiende a romper el agitador. Si en lugar de ello, el agitador se refrigera con agua, el cristal fundido se desprende del agitador sin que éste se estropee. No obstante, el uso de un agitador de sílice refrigerado con agua tiene su peligro porque, si al entrar se rompiese, el agua caería en el material. Por esta razón se prefiere un agitador de plata refrigerado por agua, el cual puede tener la forma de un simple tubo en U. Cualquier contaminación de su superficie es atrapada, cuando penetra en el material fundido, por la capa de gas que inmediatamente se congela alrededor de ella, pudiendo desprenderse esta conta-

minación del material cuando se haya extraído el agitador.

5 El enfriamiento del crisol, el cual tiene un espesor de unos 1,5 mm., es tan grande que el material fundido no la humedece. Si el material se solidifica y se extrae del crisol como un bloque, se verá que su superficie tiene, en las partes en que estuvo en contacto con las paredes del crisol, un aspecto como de escarchado; ello se debe a la presencia de material que
10 no ha reaccionado.

Para el precalentamiento del lote de material se puede usar en lugar del susceptor una llama de plasma excitada por radiofrecuencia. Para ello se establece por encima de la carga una corriente de gas en
15 ciclón adaptándole al tubo ll un elemento superior, que no se muestra, que tiene un conducto más o menos tangencial al tubo y otro axial al mismo. El gas se hace que entre por el primero y que salga por el segundo. El plasma es iniciado en argón y a continuación es cambiado a nitrógeno.
20

Otro modo más de precalentamiento consiste en concentrar el foco de la emisión de una lámpara de ra
yos ultrarrojos sobre una parte de la carga que hay en el crisol. Con ciertas composiciones de cristales se fa
25 cilita el acoplamiento de la energía de radiofrecuencia

5 haciendo que los constituyentes del material en lotes estén prácticamente sin mezclar y disponiendo la radiación de modo que se concentre sobre uno de los componentes que sea capaz de acoplarse a la energía de radio frecuencia a menor temperatura que el resto de los constituyentes.

10 Ha de ser entendido que la precedente descripción de unos ejemplos específicos de este invento se hace unicamente a modo de ejemplo y sin que deba ser considerada como una limitación a la finalidad del mismo.

15 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, con fecha 30 de Agosto de 1973, bajo el número 40.890/73, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20 REIVINDICACIONES

25 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son

los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1ª.- Un método para la preparación de cristales puros partiendo de materiales en lotes colocados en un crisol, el cual incluye el calentamiento del cristal para su fusión, la aplicación de un campo de radiofrecuencia para calentar más el cuerpo fundido para refinar y homogeneizar el cristal, y el enfriamiento del crisol con un líquido para evitar que el material fundido moje el crisol.

10 2ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 1ª, con el que el crisol está hecho de sílice incluye un encamisado para agua, subiendo el agua de refrigeración por dicho encamisado por encima de la base del crisol.

15 3ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 1ª, con el que se incluye el precalentamiento de una parte de los materiales en lote, por medio de un calor radiante procedente de un susceptor, antes de hacer el calentamiento por radiofrecuencia.

20 4ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 3ª, con el que el susceptor está situado, durante el precalentamiento, en el material en lote que hay en el crisol y dicho susceptor está encapsulado para evitar la contaminación del material.

25 5ª.- El método de acuerdo con la reivin-

dicación 3ª, en el que el susceptor está hecho de grafito.

5 6ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 1ª, con el que se incluye el precalentamiento, de una parte de los materiales del lote, por un plasma excitado por radiofrecuencia, antes de producir el calentamiento por radiofrecuencia.

10 7ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 1ª con el que se incluye el precalentamiento, de una parte de los materiales del lote, por medio de rayos infrarrojos, antes del calentamiento por radiofrecuencia.

15 8ª.- El método de acuerdo con la reivindicación 1ª, con el que se incluye la agitación del material fundido, durante el refinado y la homogeneización, con un agitador refrigerado por un fluido.

20 9ª.- Un método para la preparación de cristales puros partiendo de materiales en lotes colocados en un crisol.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

25

La presente Memoria consta de catorce ho-
jas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

29 AGO. 1974

P.A.

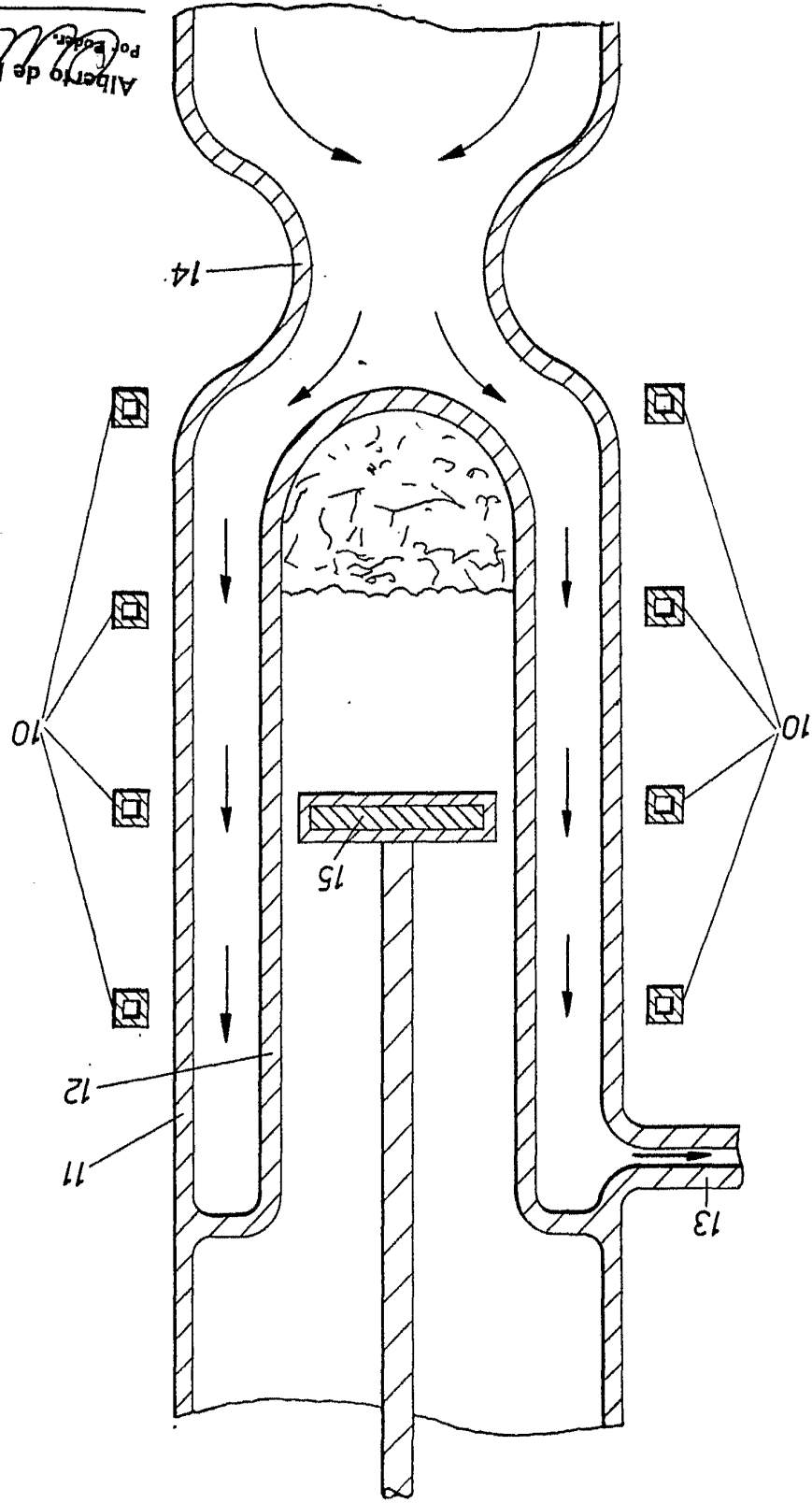
Alberto G. VEIZAGURU
Por Poderes

26.8.74

JGM/.

- 14 -

Albino de Elizaburu
Prof. Escult.



24 SET. 1976
10
11
12
13
14
15

INTERNATIONAL STANDARD FORM OF COMPARISON
I/I