174

公告本

440579

申請日期	85.9.9
案號	85111136
類別	C08G 77/06

（以上各欄由本局填註）

A4
C4

修正補充 87.12.14

發明新型專利說明書

一、發明新型名稱	中文	聚烷基矽氧烷純化之方法
	英文	Method for Purifying Polyalkysiloxanes
二、發明創作人	姓名	1. 答尼李哈德森 2. 戴耳羅伯泡爾
	國籍	1. 美國 2. 美國
	住、居所	1. 美國北卡州威名盾歐佩巷3413號 2. 美國紐約州潘提郵威斯頓巷一一二號
三、申請人	姓名（名稱）	康寧公司
	國籍	美國
	住、居所（事務所）	美國紐約州康寧區豪頓園區
	代表人姓名	阿佛雷米查森

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

（由本局填寫）

承辦人代碼：	
大　　類：	
IPC分類：	

A6
B6

本案已向：

美　國（地區）　申請專利，申請日期：1995.9.1　案號：60/003116
1995.12.19　08/574961
，□有　□無主張優先權

有關微生物已寄存於：　　，寄存日期：　　，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 1 ）

發明領域：

本發明係關於一種純化聚烷基矽氧烷方法，以及由純化聚烷基矽氧烷熔融矽石玻璃之方法，以及由所形成純化聚烷基矽氧烷以及熔融矽石玻璃製造出該產品。

由汽相反應劑製造出金屬氧化物中$SiCl_4$, $GeCl_4$, $POCl_3$, $ZrCl_4$, $TiCl_4$及BCl_3為最常用汽體來源，雖然這些材料具有一些化學上不想要之特性。$SiCl_4$通常使用作為製造高純度矽石玻璃。如美國第3698936號專利中所揭示，數種藉由$SiCl_4$氧化反應作用中之一種能用來製造高純度熔融矽石；即

(1) $SiCl_4 + O_2 \rightarrow SiO_2 + 2Cl_2$

(2) $SiCl_4 + 2/3\ O_3 \rightarrow SiO_2 + 2Cl_2$

(3) $SiCl_4 + 2H_2O \rightarrow SiO_2 + 4HCl$

其中燃燒器或噴氣組件被使用於供應反應氣體及蒸氣至反應位置。反應式(2)較少發生或加以使用。這些反應作用本質上均存在經濟性之缺點。除此，這些藉由熱分解及水解將$SiCl_4$氧化之反應作用具有產生有害及腐蝕性鹽酸或氯氣副產物。

然而(1)(2)反應作用理論上地發生，通常需要輔助性燃料以達到高溫分解之溫度。至於第三反應式，$SiCl_4$之水解將導致鹽酸(HCl)之形成，該副產物不但對許多沉積基質以及反應裝置有害，同時亦危害環境。排放處理系統已證明為非常昂貴的，其由於HCl腐蝕性所產生設備之停機，損耗以及維護所致。儘管HCl副產物之處理及處置問題，基於

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（２）

經濟考慮第三反應式$SiCl_4$之水解為商業化優先使用之方法以製造熔融矽石。

雖然數年來$SiCl_4$水解為工業界優先使用來製造高純度矽石，全世界提高對環境保護之關切已促使政府對點污染源排放訂定更加嚴格之規範，因而激勵對環境較無危害原料之研究。點污染源排放之規範要求$SiCl_4$水解副產物HCl必需在排放至大氣前由廢氣中清除。符合這些規範之經濟性考量結果使得由鹵化物為主原料所製成之熔融矽石對工業界較不具吸引力。

可加以變化，高純度石英或矽石已藉由將矽烷熱分解及氧化而製成。矽烷為類似於碳氫化合物之含矽化合物，在其中矽替代碳。（作為說明，我們注意矽氧烷為具有一個氧原子與兩個矽原子鍵結即Si-O-Si之化合物。）不過，熱分解及氧化需要在處理過程中作安全之量測，因為空氣進入密閉性矽烷容器內時將導致劇烈之反應。矽烷與二氧化碳，氧化氮，氧，或水份反應而產生高純度之材料，其具有潛力使用於製造半導體元件或其他元件中。不過，矽烷太過昂貴及活潑性而無法作為商業化使用，除了可能作為小規模極高純度之應用中。

一些專利說明由氯化物為主原料製造出高純度金屬氧化物，特別是熔融矽石，可參閱美國第4491604, 3666414, 3486913, 2269059, 3416890, 2239551, 2326059, 2272342及4501602號專利。

數個專利亦說明矽烷化合物被使用於製造高純度熔融

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（3）

矽石，可參閱日本第908381985號專利，美國第3117838，4810673，及4242487號專利。

基於經濟及環境之理由而高度需要地發現不含鹵化物之矽化合物以替代鹵化矽之原料，其通常使用來製造出高純度矽石玻璃。該不含鹵化物之啟始原料將產生二氧化碳及水份，而不會產生毒性及腐蝕性氯氣及鹽酸之玻璃製造過程副產物。參考美國第5043002，5152819，5043002，及5152819號專利。雖然這些專利避免形成HCl，其仍然有一些問題，特別是當玻璃將作為製造光學波導纖維時。本公司發現存在高沸點雜質於例如聚烷基矽氧烷原料中將導致形成矽膠沉積物於輸送帶中以運送氣態反應劑至燃燒器或燃燒器內部。此將導致粉塵預製件沉積速率之降低，該預製件隨後被固結為抽拉光纖之毛胚。除此，高分子量，高沸點雜質之顆粒被沉積於光纖毛胚上，而產生"缺陷"或"成串缺陷"之缺點，其對往後抽拉出光纖之品質有負面影響以及需要廢棄整個毛胚。

缺陷為相當小(例如直徑為0.1至4.0mm)之氣泡於玻璃物體中。其由於雜質例如為形成於熔融矽石中未燃燒膠狀聚烷基矽氧烷。非常小顆粒矽氧矽膠能夠是缺陷之初始形成位置。矽氧烷在沉積於玻璃物體上之後在高溫下分解，產生之氣體將促使缺陷形成。

成串缺陷為發現於光纖預製件中之較大玻璃缺陷。其由一系列呈線狀或漏斗狀或花叢形狀之缺陷。較大矽膠顆粒為成串缺陷之初始形成位置。在矽膠顆粒到達多孔性預

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（4）

製件後，其將形成凸出區域而由預製件表面凸起。由於成串缺陷為凸起位置，更多熱轉移至該位置。因為其將提高熱轉移，更多傳導熱量發生於該位置，其將導致缺點成長以及留下成串缺陷。由於成串缺陷形成，影響光纖預製件部份無法正常地固結，以及因而導致毛胚中不規則地產生具有缺陷之光纖。

因此需要純化聚烷基矽氧烷組成份，其具有非常低濃度之高沸點雜質以作為製造高純度熔融矽石玻璃及由其形成之物體，其包括光學波導纖維。本發明目標在於達到該目標。

發明大要：

本發明係關於純化聚烷基矽氧烷組成份，其沸點在大氣條件下為小於250℃以及包含高沸點雜質，包括矽氧烷以及矽醇終端之矽氧烷，其在大氣情況下沸點為大於250℃，其總濃度小於14ppm。

本發明更進一步係關於一種製造純化聚烷基矽氧烷組成份，其在大氣情況下沸點為小於250℃，其藉由蒸餾包含沸點雜質之聚烷基矽氧烷啟始材料，該雜質在大氣情況下沸點為大於250℃而總濃度至少14ppm，其進行於在250℃大氣，以及包含高沸點雜質情況下，該雜質在大氣情況下沸點為大於250℃，總濃度小於14ppm。

依據一項優先使用實施例，具有分子量小於或等於六甲基環三矽氧烷(hexamethylcyclotrisiloxane)(D3)相當高揮發性低沸點化學種類包括低分子量矽醇以及D3本身將

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（5）

被去除。

本發明更進一步係關於一種製造熔融矽石玻璃之方法，其藉由將包含高沸點雜質之純化聚烷基矽氧烷組成份轉化為玻璃，該雜質在大氣情況下沸點為大於250℃，總濃度小於14ppm。

附圖簡單說明：

圖1為膠體滲透層析描繪圖，其顯示出以八甲基環四矽氧烷為試樣之高分子量高沸點雜質雙模分佈。

圖2為形成大塊熔融矽石裝置及處理過程之示意圖。

圖3使用於製造光學波導第一蒸發器實施例透視圖。

圖4使用於製造光學波導第二蒸發器實施例示意圖。

圖5使用於製造光學波導第三蒸發器實施例部份斷面圖。

圖6A及6B為沉積矽石粉塵於旋轉心軸上以形成多孔性毛胚或預製件之裝置及處理過程示意圖。

圖7為加熱槽示意圖，在其中多孔性毛胚於氦氣及氯氣之氣體中被煅燒為完全固結非多孔性物體。

圖8為含矽化合物垂直蒸發器之示意斷面圖。

附圖元件數目符號說明：

0 反應劑與燃料/氧氣混合物，200 運載氣體，201 原料，202 旁通氣體，203 分配裝置，204 燃燒器，205 高溫爐頂端，206 支架，315 蒸發器，321 蒸發槽，322 頂板，323 底板，324 325 側板，326 端部壁板，327 端部壁板，328 流量分配器，329 溝槽，330 儲存槽，332 輸入開孔，333 虛線，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（6）

335 輸出開孔，336 支撐構件，338 薄膜，401 位置，420 反應槽，422 壁板，424 槽內部，426 收集區域，428 中間蒸發區域，430 過熱區域，442 垂直中空軸，445 開孔，452 導管，454 噴霧，450 出口，480 出口，501 急速蒸發槽，506 加熱元件，507 供料管線，512 外管，514 T形管，516 垂直管，508 517 518 加熱元件內側表面，519 槽桶，607 原料，608 燃燒器，609 心軸，610 毛胚，611 運載氣體，612 甲烷/氧氣混合物，710 毛胚，713 固結高溫爐，714 包含氦氣/氯氣之氣體，813 蒸發器，822 反應柱，824 中央管件，832 噴嘴，846 高分子量種類，854 856 底部表面。

詳細說明：

雖然聚烷基矽氧烷作為製造矽石玻璃原料將產生重要先前所提及之優點而優於一般採用$SiCl_4$，在$SiCl_4$使用中遭遇到實質上之操作困難。商業化可利用矽氧烷例如為八甲基環四矽氧烷包含高沸點雜質，其濃度範圍高達200ppm或更高。在矽氧烷原料中這些雜質之存在將導致氣體傳輸系統管線中沉積物之產生，其將降低燃燒器粉塵沉積之速率。當氧化性承載氣體例如氧氣包含於反應劑氣態流體中時，由於氧化劑將催化矽氧烷原料發生聚合作用。除此，雜質運送至粉塵中將導致玻璃毛胚中產生缺陷。在一般100公里固結毛胚情況中，其直徑為70mm及長度為0.8米之，毛胚表面上存在一串缺陷通常在抽拉時將導致5公里光纖之損失。在較大固結毛胚情況中，單串缺陷之負面衝擊為成比例地較高的。在250公里固結毛胚中，直徑為90mm及長度

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（7）

為1.8米，毛胚表面上存在一串缺陷通常在抽拉時將導致8公里光纖之損失。

在製造矽石玻璃中聚烷基矽氧烷原料存在高沸點雜質，當雜質分壓大於聚烷基矽氧烷汽化之分壓時將發生問題。在這些情況下，部份雜質無法汽化以及有傾向形成膠體於汽化器表面上。另外一方面，當雜質分壓小於被汽化聚烷基矽氧烷之蒸汽分壓時，積垢並非一項問題，因為汽化條件足以完全地將原料汽化。

在傳統聚烷基矽氧烷合成處理過程中，烷基鹵素矽氧烷化合物之水解產生聚烷基矽氧烷及矽醇之混合物。聚烷基矽氧烷矽醇混合物被蒸餾以由混合物中分離大部份矽醇。此能夠在單一蒸餾過程中達成，或其能夠在兩個或多個連續蒸餾處理過程中達成。所產生蒸餾液通過碳過濾器及分子篩床，因而產生聚烷基矽氧烷啟始物質，其經由去除高沸點雜質而更進一步加以純化。矽烷及矽氧烷與焦碳及分子篩以去除對鉑觸媒會損壞之雜質，其已說明於Ashby等人之美國第4156689號專利，該專利說明在此加入作為參考。同時並不希望受限於該理論，依據本發明結果，人們相信碳過濾器以及分子篩處理步驟之副作用將形成至少一部份高沸點雜質於聚烷基矽氧烷啟始材料中。此增加雜質相信導致於包含較低沸點化合物，可能包括矽醇，縮合反應作用而產生高沸點線性或環狀化合物。該縮合反應作用如下所示：

$$HO-[Si(CH_3)_2-O]_m-H + HO-[Si(CH_3)_2-O]_n-H \rightarrow$$
$$HO-[Si(CH_3)_2-O]_{m+n}-H + H_2O$$

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（8）

這些雜質存在濃度為14ppm或更大將促使形成先前所說明積垢以及產品之品質問題。本發明一項目標在於藉由蒸餾減少該雜質小於14ppm(以及低至0.25ppm或更低)。

在一項實施例中，聚烷基矽氧烷首先通過碳濾床及再通過分子篩床。如先前技術，碳濾床能夠催化矽醇聚合作用以產生高分子量化合物。分子篩再捕捉這些化合物，因為將大大地增加分子尺寸。

依據本發明，含有高沸點雜質之聚烷基矽氧烷啟始材料被蒸餾以產生被純化聚烷基矽氧烷組成份，其沸點在大氣條件下為小於250℃，該雜質沸點大於250℃。在啟始材料中高沸點雜質總濃度至少為14ppm以及能夠高達200ppm或更高。該蒸餾實施於聚烷基矽氧烷產品蒸汽壓超過蒸餾總壓力之溫度，該蒸餾能夠進行於實質上為大氣壓力或在真空較低壓力之情況。此將產生純化聚烷基矽氧烷組成份，其具有高沸點雜質總濃度小於14ppm，最好小於6ppm，更佳情況為小於2ppm，最佳情況為小於0.25ppm。純化聚烷基矽氧烷組成份能夠是線性(例如為六甲基雙矽氧烷)或環狀分子結構最好為由六甲基環三矽氧烷(D3)，八甲基環四矽氧烷(D4)，癸甲基環五矽氧烷(D5)，十二甲基環六矽氧烷(D6)，以及其混合物種類選取出之聚甲基環矽氧烷。所謂D3，D4，D5，D6等為General Electric Co.矽氧烷名稱之範例，其中D表示($[(CH_3)_2Si]$-O-)基。依據本發明八甲基環四矽氧烷(D4)優先使用。十二甲基環六矽氧烷(D6)為可以使用的，但是在環狀種類中較不優先使用的。聚甲基環矽氧烷之

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（9）

製造已說明於Baile等人之美國第4689420號專利中，該專利說明在此加入作為參考。本發明聚烷基矽氧烷包含聚甲基氫環矽氧烷具有氫基以及甲基連接至矽原子。例如在八甲基環四矽氧烷中一半甲基能夠由氫基替代以形成四甲基環四矽氧烷。除此，乙基能夠替代一些甲基或氫基。

當純化聚烷基矽氧烷組成份優先為八甲基環四矽氧烷，蒸餾最好實施於八甲基環四矽氧烷蒸汽壓以Torr為單位大於exp(15.56055-3128.52/(T-98.093))，以及以Pascals為單位大於exp(20.4534-3128.52/(T-98.093))，其中T為以凱式溫度表示之蒸餾溫度。分離高沸點雜質一般包括組成份雙模分佈，其一般分子量大於900公克/莫耳。在八甲基環四矽氧烷一般範例中該分佈顯示於圖1中，其描繪出具有某一分子量種類濃度相對波峰高度為聚烷基矽氧烷試樣通過層析柱與以分鐘為單位時間之關係。相當高分子量種類相當快地通過矽膠。相當低分子量種類相當慢地通過矽膠。在聚烷基矽氧烷材料中高沸點雜質濃度能夠藉由兩種其他處理過程測定出。

在第一（以及優先使用）處理過程，一些稱過重量之聚烷基矽氧烷材料放置於圓形底部燒瓶連接至旋轉式蒸發器。燒瓶放置於加熱水或油池中，以及材料在真空壓力下被濃縮至少量油狀殘餘物。該殘餘物被轉移至使用小體積甲苯之較小燒瓶，以及以甲苯稀釋材料再被濃縮至油狀物質。在第二次以甲苯輔助轉移至小的塗以焦油容器中後接著再加以濃縮，油狀殘餘物被稱重量，因而使得在聚烷基矽氧

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（10）

烷材料中之高沸點雜質濃度被測定出。溶解於甲苯中該殘餘物進行膠體滲透層析分析以測定出高沸點雜質分子量分佈。

測定聚烷基矽氧烷材料中高沸點雜質濃度之第二處理過程採用蒸發性光線散射感測器(ELSD)。該方法商業化可利用設備包含Alltech Varex MKIII感測器,Alltech 426 HPLC泵,以及Alltech 570自動取樣器。聚烷基矽氧烷材料試樣在加壓氣體例如氮氣中被噴成霧狀,以及噴成霧狀材料通過感測器,其連接至泵。含有雷射光源光線散射感測器漂移管被維持約為65-85℃,最好為75℃。在噴霧試樣中被顆粒散射之雷射光線被感測出,以及與光線強度成正比之類比訊號被產生以及加以感測。感測器感應為一波峰,其能夠利用圖記錄器或層析積分器顯示出。波峰高度或面積能夠使用作為感應之數量;面積分為優先加以採用。ELSD法為快速及方便的但是無法作為雜質組成份分子量分佈之資料。

如先前所說明,高沸點雜質能夠是矽氧烷或終端為矽醇之矽氧烷。這些矽氧烷雜質能夠包含環狀聚烷基矽氧烷,其具有沸點在大氣條件下為大於250℃。十二甲基環六矽氧烷(D6)具有沸點低於250℃以及無法構成該雜質,同時沸點高於250℃之十四甲基環七矽氧烷(D7)為該雜質。

在存在水份情況下,環狀聚烷基矽氧烷會產生環狀裂開反應以形成線性矽醇終端矽氧烷,如下列反應式:

$[R'R''SiO]_x + H_2O \rightarrow HO-[R'R''SiO]_x-H$

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（11）

其中R'及R"為烷基。藉由優先使用聚甲基環矽氧烷例如D4或D5(上述反應式中x分別為4或5)水解之環狀裂開所製造出線性雙矽醇矽氧烷與後者化合物相比較實質上具有較低揮發性，因而被預期產生有害之膠體沉積於汽態反應劑管線中或矽石玻璃製造裝置之燃燒器中。除此，在上述所說明水解作用中所製造出之雙矽醇化合物本身為高度反應中間產物，其立即與其環狀矽氧烷前體產生縮合反應，其將形成高沸點縮合產物，如下列反應式所示：

$HO-[R'R''SiO]_x-H + [R'R''SiO]_x \rightarrow HO-[R'R''SiO]_{2x}-H$

該高沸點低揮發性材料結構上能夠是環狀或非環狀，其極容易產生膠體沉積物於製造裝置中。因此，依據本發明，其必需提供含有非常低濃度該高沸點雜質之聚烷基矽氧烷原料以確保有效之粉塵形成。

保持在聚烷基矽氧烷化合物中之低沸點化合物能夠包含六甲基環三矽氧烷(D3)，以及低分子量矽醇，其所有具有分子量為250公克/莫耳或更小。矽醇材料非常快速地形成SiO_2以及聚烷基矽氧烷膠體沉積物於聚烷基矽氧烷煙管及燃燒器中。D3與D4, D5, 或D6相比較有較大傾向分解，形成於其他物體SiO_2中，其會再沉積於煙霧管或燃燒器中。在所使用燃燒器位於部份區域以及無法通過粉塵沉積目標之整段長度情況中，粉塵沉積為不均勻的，其將導致不均勻之產品。在優先使用實施例中，這些低分子量矽醇被去除為本發明蒸餾不可缺少之部份。最好D3亦被去除，雖然我們相信矽醇存在比較大之問題。這些相當揮發性材料在蒸餾

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（12）

處理過程開始時被汽化以及再加以拋棄。最好D3及低分子量矽醇之濃度被減少至小於7000ppm。更佳情況為小於100ppm。目前技術無法使D3及低分子量矽醇濃度之各別量測變為容易。

除此本發明提供一種製造熔融矽石之方法。純化聚烷基矽氧烷組成份沸點在大氣條件下為小於250℃，以及含有高沸點雜質，雜質沸點大於250℃而總濃度小於14ppm，最好小於6ppm，更佳情況為小於2ppm，最佳情況為小於0.25ppm，該組成份被轉化為熔融矽石。生產熔融矽石玻璃所需要之純化聚烷基矽氧烷組成份如先前所說明方式得到。

純化聚烷基矽氧烷組成份可以摻雜混合一種化合物，其能夠由氧化或火焰水解轉化為P_2O_5及/或金屬氧化物，而金屬成份由族屬IA, IB, IIA, IIB, IIIA, IIIB, IVA, IVB, VA, 稀土族種類，以及其混合物選取出。優先使用氧化物摻雜劑包含Al_2O_3, B_2O_3, GeO_2, P_2O_5及TiO_2。

在優先使用實施例中，純化聚烷基矽氧烷在最終使用前藉由擴散惰性氣體例如氦氣以去除溶解氧氣及水份而更進一步加以穩定以防止劣化。氧氣及水份當然會與聚烷基矽氧烷作用而將其劣化，其不但促使不想要之低分子量種類存在於組成份中，同時產生活性之種類，其會聚合及導致膠體形成。

純化聚烷基矽氧烷組成份通常藉由提供含有隨氣流帶走純化聚烷基矽氧烷組成份之氣流而加以轉化為熔融矽石玻璃。我們了解可加以變化，聚烷基矽氧烷組成份能夠以

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（13）

液態形式供應至燃燒器火焰，如Daniel W. Hawtof, Greg E. Smith及Eric H. Urruti之"Method and Apparatus for Forming Fused Silica By Combustion of Liquid Reactant"之美國專利申請案，該專利說明在此加入作為參考。回到本發明說明，氣流被氧化將聚烷基矽氧烷組成份轉化為微細分離非結晶粉塵，其被沉積以產生多孔性物體。氣流提供係藉由將純化聚烷基矽氧烷組成份噴霧或汽化於運載氣體例如為氧化性氣體，燃燒氣體，及惰性氣體或其混合物中。特別適合之氣體為氫氣，氮氣，氧氣，或其混合物。當所選擇運載氣體為非惰性氣體，以及特別情況假如為氧化劑例如氧氣，運載氣體應該在燃燒前立即與聚烷基矽氧烷組成份混合。

氣流藉由通過存在氧氣之燃燒器火焰而加以氧化。粉塵被沉積於靜止引架或其他已知傳統標的物上或之中。最好粉塵沉積於旋轉心軸上。所形成多孔性物體最好藉由在含有氦氣及氯氣高溫爐中加熱而轉化為熔融矽石玻璃之固結物體。雖然本發明之熔融矽石玻璃產物可更進一步加以處理例如抽拉為光纖產品。

在製造大型熔融矽石所使用之傳統boule處理法為一個步驟之處理法，然而製造光學波導應用之矽石玻璃所使用傳統汽相沉積法為三個步驟之處理法。

在傳統boule處理法中，運載氣體噴出經過保持某一特定溫度之原料。汽化反應劑隨著運載氣體運送以及被傳送到反應位置。反應位置包含一些燃燒器，其一般在溫度大

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（14）

於1700℃下將汽化反應劑燃燒及氧化。

下列所說明之系統顯示於圖2中，其中原料201由本發明純化聚烷基矽氧烷組成份所構成，其在商業化高溫爐中燃燒以產生高純度熔融矽石。一種惰性氣體，燃燒性氣體，氧化性氣體，或其混合物被使用作為運載氣體200，加入由相同種類選取出之旁通氣體202以防止汽化氣流飽和。反應劑藉由運載氣體200噴氣通過原料201之作用而加以汽化，其使用之裝置例如為先前所提及參考文件中。反應劑再通過分配裝置203到達具有一些燃燒器204反應位置，其十分接近高溫爐頂端205。反應劑與燃料/氧氣混合物0混合於這些燃燒器處以及在溫度大於1700℃下加以燃燒及氧化。高純度金屬氧化物粉塵被往下導入通過耐火高溫爐頂端205，其立即被沉積及固結為非多孔性物體於支架206上。人們了解在先前技術中原料處理過程需要一項裝置及轉移系統，其能夠將原料汽化及在汽化狀態下傳送至燃燒器。

目前工業界大部份所發展製造光學波導之處理過程係採用化學汽相沉積法(CVD)之觀念或其改良方法。反應劑前體蒸汽被傳送於運載氣體中以及再通過燃燒器火焰，其通常為天然瓦斯/氧氣混合物以及含有過剩氧氣。在混合氣體中蒸汽被轉化為其相關之氧化物於燃燒器出口處以形成一股揮發性氣體以及微細分離非結晶球形顆粒，被稱為粉塵。粉塵被收集於心軸上或支架上或之中，在該處粉塵被沉積為薄層。粉塵收集最終產物為多孔性預製件，其再施以高溫處理，在其中預製件固結為非多孔性單一玻璃物

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（15）

體。氧化，粉塵沉積以及固結步驟能夠在連續性地或同時地實施，如Dobbins等人之美國第5043002號專利，Blackwell等人之美國第5152819號專利中所揭示，該專利說明在此加入作為參考。

在一般操作中，光學波導處理過程為三個步驟之處理過程。

第一階段包含將反應劑原料氧化形成微細分離非結晶球形顆粒之粉塵於基質上。在處理過程第二階段中，毛胚或預製件隨後在氦氣/氯氣中加熱處理以達到固結。在第三階段中，傳統光纖抽拉技術被使用於由預製件抽拉出光學波導纖維。

該處理過程之第一階段能夠藉由一些不同方式實施。

第一階段之第一個實施例中，反應劑以液態形式供應至流量分配器，其將液體傳送至汽化裝置之一端。液體往下朝著裝置之第二端部流動於加熱傾斜表面成為薄膜。當到達第二端部，液體已被轉化為蒸汽以及被傳送至燃燒器以氧化為粉塵顆粒。該實施例說明於Cain等人之美國第5356451號專利中，該專利說明在此加入作為參考，以及顯示於圖3中。

參考圖3，蒸發器315包含由頂板322，底板323，側板324及325以及端部壁板326所包圍之蒸發槽321。具有一組多個U形溝槽329之流量分配器328位於靠近端部壁板326處，流量分配器328及端部壁板326間之空間構成液體儲存槽330。液體輸入開孔332位於儲存槽330底部，以及蒸汽輸出開

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（16）

孔335位於靠近端部壁板327之頂板322上。

反應劑液體被傳送至開孔332。當液面上昇高於虛線333，其開始流經溝槽329以及平均分配通過壁板324及325間之蒸發槽321。支撐構件336將蒸發器一端提高使其與水平面呈α角度，以及液體朝向端部壁板327流動。形成薄膜338，其最大厚度決定於一些參數例如表面張力，密度，黏滯係數以及角度α。不像這些限制薄膜於兩個平行表面間空間內之蒸發器，薄膜338將使得反應劑汽相及液態由一個表面所隔離，該表面與底面323平行或接近平行。薄膜厚度t必需相當薄使得氣泡無法形成於液體薄膜338內。

第一階段之第二個實施例亦包含使用蒸發器。在其中蒸發器為一個被加熱及垂直延伸之膨脹槽，當反應劑噴灑至蒸發器加熱內側壁面上時將達成到蒸發。該處理過程揭示於Williams1994年12月30日申請之美國第08/368,318號專利申請案中，其發明名稱為"Vertical Vaporizer For Halide-Free Silicon Containing Compounds"，該專利說明在此加入作為參考，以及顯示於圖4中。

如圖4所示，預先加熱液體反應劑藉由及垂直中空軸442傳送至膨脹槽420。反應劑由中空軸442經由開孔445噴灑至位於401處之槽420加熱壁板上。一部份液體反應劑由於進入槽420內部而蒸發，其由於中空軸內側及槽內間之壓力降低所致。其餘液體反應劑形成噴霧454，該噴霧通過槽內部424以及與壁板422接觸。此將汽化剩餘液體，以及蒸汽由出口450排出。反應槽420包括膠體收集區域4

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（17）

26，中間蒸發區域428，以及過熱區域430。收集區域426具有出口480以排除會形成膠體之高分子量材料。

第一階段第三個實施例中，液體反應劑被傳送至急速蒸發槽。在該槽中，液體為薄膜形式，將蒸發，以及與惰性氣體，燃燒氣體，氧化氣體，以及其混合物種類選取出之氣體混合以傳送至氧化燃燒器。此說明於Antos等人之美國第5078092號專利中，該專利說明在此加入作為參考，以及顯示於圖5中。

如圖5所示，液體藉由外管512內之垂直管516被直接傳送至急速蒸發槽501於加熱元件506之內側表面517上，其形成於急速蒸發槽501內。液體由供料管線507在控制流量情況下傳送至管件516頂端以及被直接地傳送至內側表面517上而形成薄膜，其將產生平順、無振盪之蒸發。管件516由1/16英吋內徑之垂直管件512構成，並連接至1/4英吋直徑T形管514以直接傳送液體於內側表面517上而成為薄膜。

急速蒸發槽501藉由加熱元件506及槽桶519加熱。槽桶519能夠由數種構造所構成，例如為圓柱形桿件或成對相互平行之平板。加熱元件506溫度保持低於液體產生薄膜沸騰或晶核形成之溫度。

蒸發器另外一個實施例揭示於Cain之1994年12月30日申請美國第08/368319號專利申請案中，該發明名稱為"Vertical, Packed-Bed Film Evaporator For Halide-Free, Containing Compounds"，該專利說明在此加入作為參考。該申請案揭示出如圖8所示蒸發器（薄膜蒸發器）813

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（18）

作為無鹵素化合物之含矽液體反應劑以使用於製造預製件。蒸發器包含一組多個包封反應床柱822圍繞著中央管件824。液體反應劑混合物例如為八甲基環四矽氧烷以及氧氣，該混合氣體藉由一組噴嘴832噴射至反應柱822底部表面854上。液體反應劑蒸發成氣體並持續達到露點溫度時，在該溫度下所有液體反應劑被轉化為蒸汽。蒸汽/瓦斯混合氣體離開柱體822之底部表面856，在該處流動方向由往下改變為往上。該流動方向變化將由蒸汽/瓦斯混合物分離出八甲基環四矽氧烷中存在之任何高分子量種類846。蒸汽/瓦斯混合氣體經由中央管件824離開蒸發器813以及供應至製造粉塵燃燒器。可加以變化，光纖製造第一階段中，運載氣體噴射經過保持在某一固定溫度之液體原料。可選擇性地，每一組成液體被分別加熱至固定溫度，在該溫度下產生足夠之蒸汽壓以產生合理之沉積速率，以及各別蒸汽再加以混合。所產生汽化反應劑由運載氣體傳送至反應位置例如為燃燒器，在該處氣流在燃燒器火焰中燃燒，而運載氣體能夠是惰性氣體，燃燒性氣體，氧化性氣體，或其混合物。在存在氧氣時，汽化反應劑被轉化為其相關之氧化物，離開燃燒器開孔以形成含有微細分離非結晶球形顆粒粉塵氣流，其被沉積至基質上，形成多孔性不透明白色矽石粉塵之毛胚或預製件。

如圖6A所示，原料607由本發明純化聚烷基矽氧烷組成份所構成，其使用於製造光學波導標準處理過程中。運載氣體611例如是燃燒性氣體，氧化氣體，惰性氣體或其混合

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
本
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（19）

物。氮氣最好使用作為運載氣體611以及甲烷/氧氣混合物612被使用來作為燃燒器火焰燃料，因而燃燒及氧化產生於燃燒器608處。所形成粉塵被沉積於旋轉心軸609上，因而形成矽石粉塵預製件或毛胚610，如圖6B所示。預製件再進行熱處理於圖7所示固結高溫爐713中，其中最好包含氦氣/氯氣之氣體714以有效達到完全固結。再使用傳統光纖抽拉技術由固結預製件製造出光學波導纖維。

可加以變化，光學波導元件能夠依據本發明以形成。在一項標準處理過程中，粉塵塗覆於平的基板上以形成底部包層，以及在兩個使用不相同反應劑組成份之連續過程中更進一步將粉塵沉積出以產生心蕊及外包層於基板包層上。所產生之物體再加以固結。組件所需要光學波導路徑之設計以石版印刷處理，接著進行蝕刻以產生所需要波導於基板上。其次，元件為外包層以及外包層被固結。在第二相同的處理過程中，最終外包層適當地摻雜使得其折射率與先前沉積之外包層有相同之折射率，但是其融化點溫度為較低的使得其在某一溫度固結中容易流動，而該溫度不會危及先前所沉積之波導。在第三處理過程中，預製件被抽拉為玻璃桿，如先前方式波導加到其上面（參閱Bhagavatula之美國第5125946及5253319號專利，該專利說明在此加入作為參考）。

除此本發明熔融矽石玻璃產品能夠使用來製造出階躍透鏡或其他光學元件，例如為傳統透鏡。

下列範例更進一步列舉出本發明。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（20）

範例1 八甲基環四矽氧烷在大氣壓力下蒸餾

具有加熱外罩，蒸餾頭，凝結器，承受燒瓶，氮氣清除管線，兩個溫度計以量測瓶及頂部溫度之5公升燒瓶注入4000毫升八甲基環四矽氧烷(D-244)，其可由Dow Corning供應，及含有110ppm具有大於520公克/莫耳之高分子量雜質。該高沸點雜質濃度由先前所說明蒸發處理過程測定出。

蒸餾在大氣壓力(在高出海平面350米)下實施，其使用氮氣清除以排出氧氣，以及收集到下列試樣：

試樣	瓶溫度(℃)	頂部溫度(℃)	體積(ml)
操作前	至173	至166	500
1	173	166-167	850
2	173-174	167-167.5	850
3	174	167.5	850
4	174-175	167.5-171	750
操作後	至189	至174	60

蒸餾試樣1至4之分析顯示出高沸點雜質濃度顯示如下：

試樣	高分子量雜質ppm
1	0.2
2	0.2
3	0.1
4	2.1

因此，在大氣壓力下蒸餾產生純化聚烷基矽氧烷組成份(即試樣1-4)高沸點雜質含量與原先材料相比較，將大大地被減小。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（21）

範例2 八甲基環四矽氧烷在大氣壓力下蒸餾

2.5公升Dow Corning D-244八甲基環四矽氧烷在大氣壓力下在大氣壓力(在高出海平面350米)進行蒸餾,其使用實質上與範例1所說明之相同蒸餾裝置。

得到下列蒸餾試樣:

試樣	瓶溫度(℃)	頂部溫度(℃)	體積(ml)
1	174	144-162	30
2	173	162-167	270
3	175-176	168-170	990
4	176	170	15
5	177-179	170.7-172.7	780
6	180-187	170.5-166	160
7	190	162	60
8	192	158.5	15
9	195	152	8
10	199	146	6
11	204-210	140-134	10

以15.5毫升/分鐘速率收集到之試樣3被分成兩部份,其在減低壓力下被濃縮為總體積為5毫升,其使用連接至旋轉蒸發器之一公升燒瓶。該殘餘物使用兩倍甲苯稀釋液並轉移至50ml燒瓶。甲苯溶液在旋轉蒸發器被再濃縮為油脂。該油脂藉由先前所說明處理過程之膠體滲透層析分析顯示出並無偵測出高沸點物質存在。因而,八甲基環四矽氧烷在大氣壓力下蒸餾對存在高沸點雜質之去除為有效的。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（22）

範例3 具有低濃度高沸點雜質純化八甲基環四矽氧烷製造出矽石毛胚

由數種含有不同濃度高沸點雜質八甲基環四矽氧烷製造出矽石玻璃毛胚。對每一原料，量測每個毛胚製造速率以及壓力之變化。除此，燃燒器需要刷除前能夠製造出毛胚數目加以記錄。觀察下列原料燃燒之燃燒器蒸氣管之外觀。

這些測試結果在下列顯示出：

原料	高沸點雜質 (ppm)	速率變化/毛胚(km/hr)	壓力變化/毛胚(mm Hg)	每回刷除製造毛胚數目
1	199	--	--	2
2	161	-4.2	0.82	4
3	109	-2.2	0.59	8
4	17	-1.8	0.37	10
5	7	-1.9	0.31	15
6	4	0	0.08	--
7	0.6	-0.9	0.11	22

上述所列數據顯示出當原料中高沸點雜質濃度由199降低至161, 109, 17, 7, 4, 及0.6ppm時，每個毛胚速率變化及壓力變化獲得實質之改善。例如含有199ppm高沸點雜質之原料1，在燃燒器需要清除前只有兩個毛胚製造出。高沸點雜質濃度為17ppm之原料4，在燃燒器需要清除前只有兩個毛胚製造出。使用高沸點雜質濃度為0.6ppm之原料7，在燃燒器需要維護前能夠製造出22個毛胚。原料1-3包含0.05-0.2%重量比低沸點六甲基環三矽氧烷及矽醇；原料4則包含

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(23)

0.11%重量比;原料5則包含0.27%重量比;原料6則包含0.01%重量比;及原料7則包含0.19%重量比。因此,本發明方法由純化聚烷基矽氧烷原料製造出熔融矽石玻璃效率顯著地改善。

在不同原料燃燒後檢視燃燒器蒸氣管,觀察到原料4膠體適度地堆積於所有蒸氣管上。在製造玻璃毛胚中當使用原料6並沒有觀察到膠體。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要（發明之名稱：　聚烷基矽氧烷純化之方法　）

本發明係關於一種純化聚烷基矽氧烷之組成份，其在大氣情況下沸點小於250℃，以及含有高沸點雜質，該雜質包括矽氧烷及終端為矽醇之矽氧烷，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃而濃度小於14ppm。本發明同時亦關於一種製造該純化聚烷基矽氧烷之組成份，其藉由蒸餾含有高沸點雜質之聚烷基矽氧烷啟始原料，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃而濃度小於14ppm。

英文發明摘要（發明之名稱：　）

Method for Purifying Polyalkysiloxanes And The Resulting Products

The present invention is directed to a purified polyalkylsiloxane composition having a boiling point, under atmospheric conditions, of less than 250℃ and containing high boiling impurities, including siloxanes and silanol-terminated siloxanes, that have boiling points, under atmospheric conditions, of greater than about 250℃ in a total concentration of less than 14 ppm. The present invention is further directed to a method of producing said purified polyalkylsiloxane composition by distilling a polyalkylsiloxane starting material containing high boiling impurities having a boiling point, under atmospheric conditions, of greater than 250℃ in a total concentration of less than 14 ppm.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

修正 補充 年 月 日 A8 B8 C8 D8

六、申請專利範圍 90.2.19.

1. 一種純化聚烷基矽氧烷之方法，

提供含有雜質之聚烷基矽氧烷啟始材料，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃，雜質濃度至少為14ppm；以及

在有效地產生純化聚烷基矽氧烷組成份情況下蒸餾聚羥基矽氧烷啟始材料，其在大氣情況下沸點為小於250℃，以及雜質總濃度小於14ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

2. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚烷基矽氧烷啟始材料中雜質總濃度高達200ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

3. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份雜質總濃度小於6ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

4. 依據申請專利範圍第3項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份雜質總濃度小於2ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

5. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚烷基矽氧烷啟始原料含有分子量小於250公克/莫耳矽醇之雜質；低沸點雜質之濃度在蒸餾過程中被減少以及該方法更進一步包含去除分子量小於250公克/莫耳之雜質。

6. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中分子量小於250公克/莫耳之雜質由六甲基環三矽氧烷所構成。

7. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由六甲基二矽氧烷所構成。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

六、申請專利範圍

8. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由六甲基環三矽氧烷，八甲基環四矽氧烷，癸甲基環五矽氧烷，十二甲基環六矽氧烷，以及其混合物種類選中取出之聚甲基環矽氧烷所構成。

9. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚甲基環矽氧烷組成份由八甲基環四矽氧所構成。

10. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚甲基環矽氧烷由聚甲基氫化環矽氧烷所構成。

11. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中雜質在大氣情況下沸點大於250℃，該雜質包含中值分子量大於900公克/莫耳成份之雙模分佈。

12. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中提供聚烷基矽氧烷啟始材料包含：

蒸餾含有聚烷基矽氧烷及矽醇混合物以由混合物分離出大部份矽醇以形成聚烷基矽氧烷蒸餾液；以及

將聚烷基矽氧烷蒸餾液通過碳過濾器以及分子篩床，

因而製造出聚烷基矽氧烷啟始材料。

13. 一種純化聚烷基矽氧烷之方法，

蒸餾含有聚烷基矽氧烷及矽醇混合物以由混合物分離出大部份矽醇以形成聚烷基矽氧烷蒸餾液；以及

將聚烷基矽氧烷蒸餾液通過碳過濾器以及分子篩床以製造出聚烷基矽氧烷中間原料，以及

在有效地產生純化聚烷基矽氧烷組成份情況下蒸餾聚羥基矽氧烷中間值材料以及減小其中雜質總濃度，該雜質在

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

六、申請專利範圍

大氣情況下沸點為大於250℃。

14. 依據申請專利範圍第13項之方法，其中分子量小於250公克/莫耳之雜質在聚烷基矽氧烷中間原料蒸餾過程中由聚烷基矽氧烷中間原料去除。

15. 依據申請專利範圍第13項之方法，其中分子量小於250公克/莫耳之雜質由六甲基環三矽氧烷所構成。

16. 依據申請專利範圍第13項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由六甲基環二矽氧烷所構成。

17. 依據申請專利範圍第13項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由六甲基環三矽氧烷，八甲基環四矽氧烷，癸甲基環五矽氧烷，十二甲基環六矽氧烷，以及其混合物種類選中取出之聚甲基環矽氧烷所構成。

18. 依據申請專利範圍第17項之方法，其中聚烷基矽氧烷組成份由八甲基環四矽氧烷所構成。

19. 依據申請專利範圍第13項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由聚甲基氫化環矽氧烷所構成。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

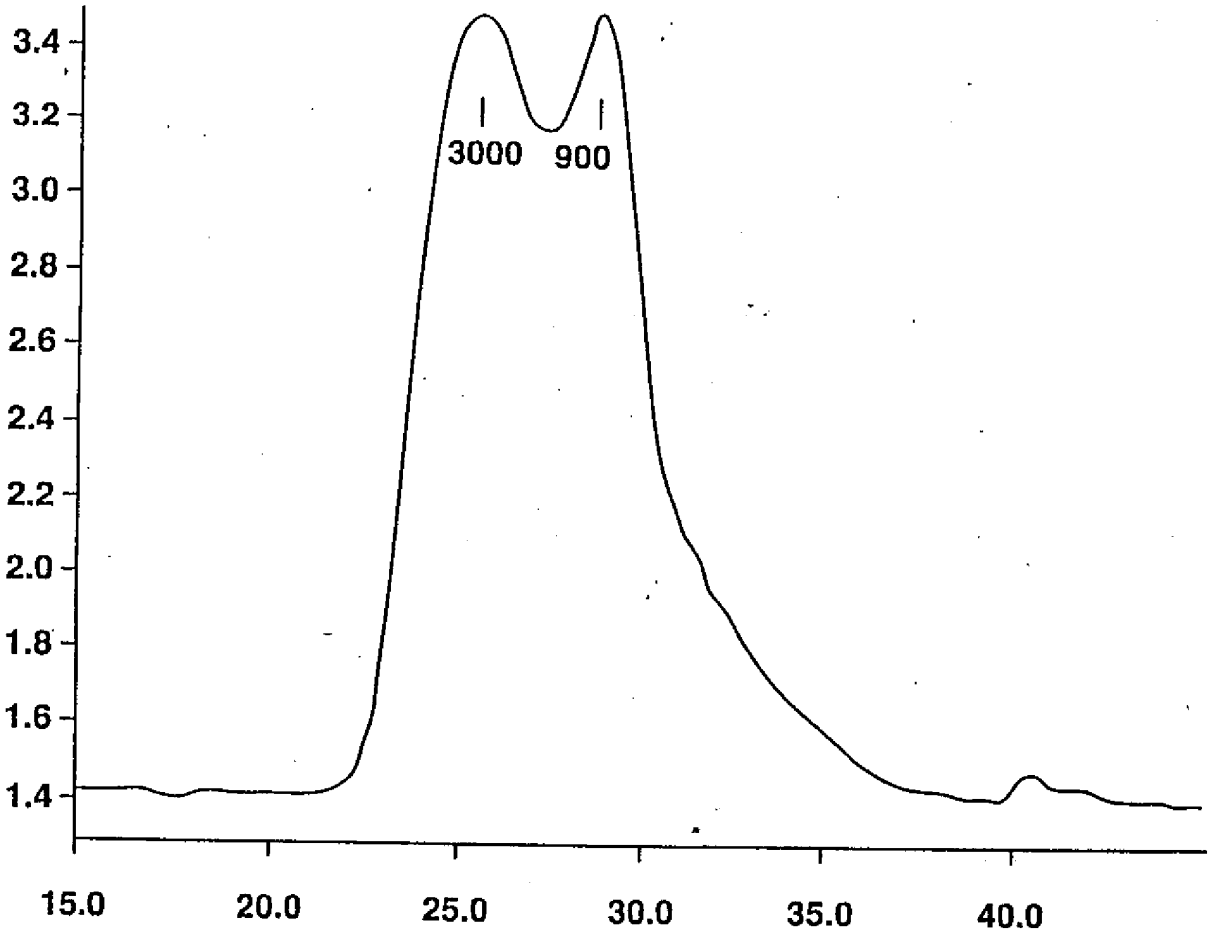
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

A9
B9
C9
D9

圖式

圖 1



（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

A9
B9
C9
D9

圖式

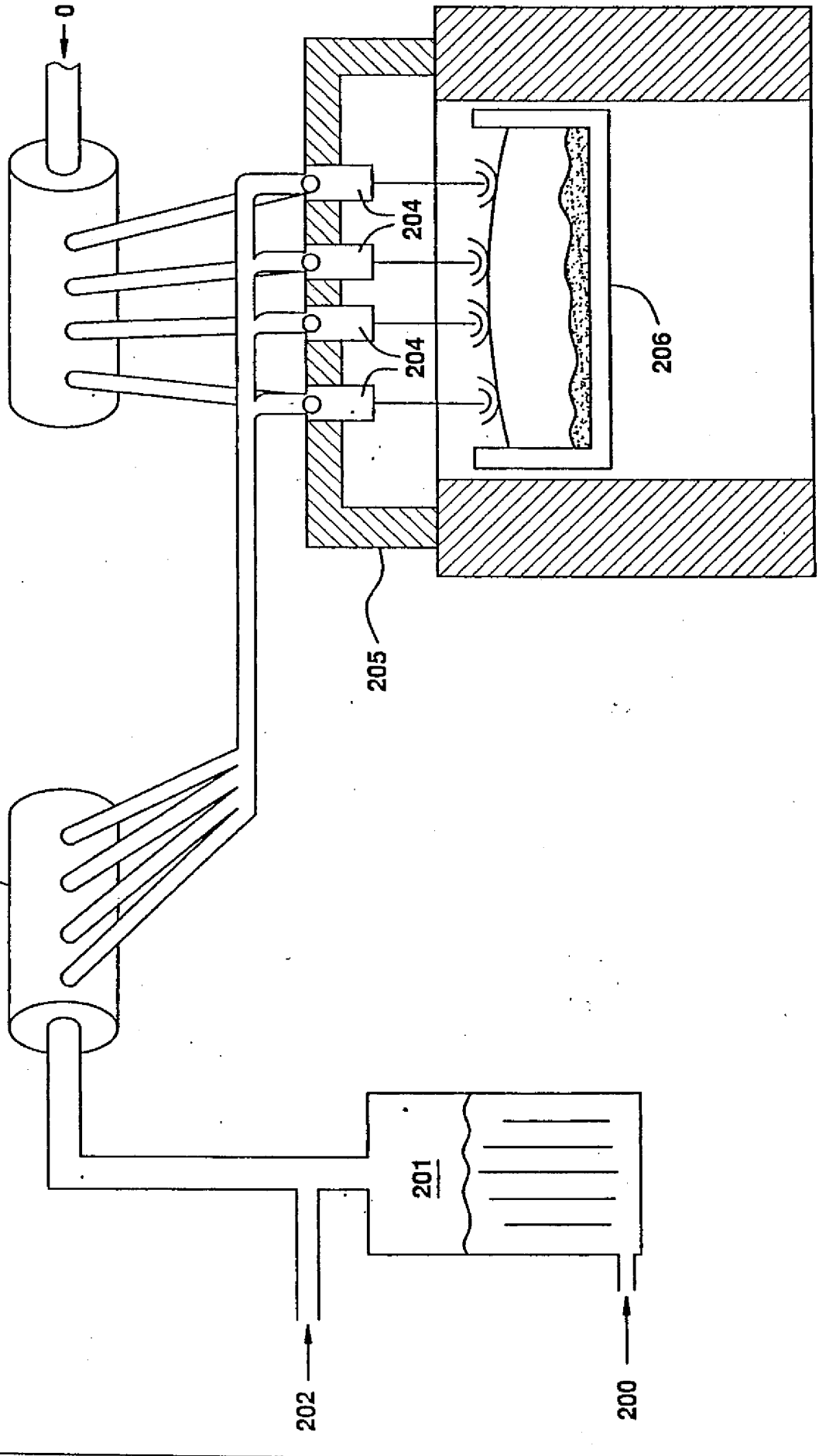


圖 2

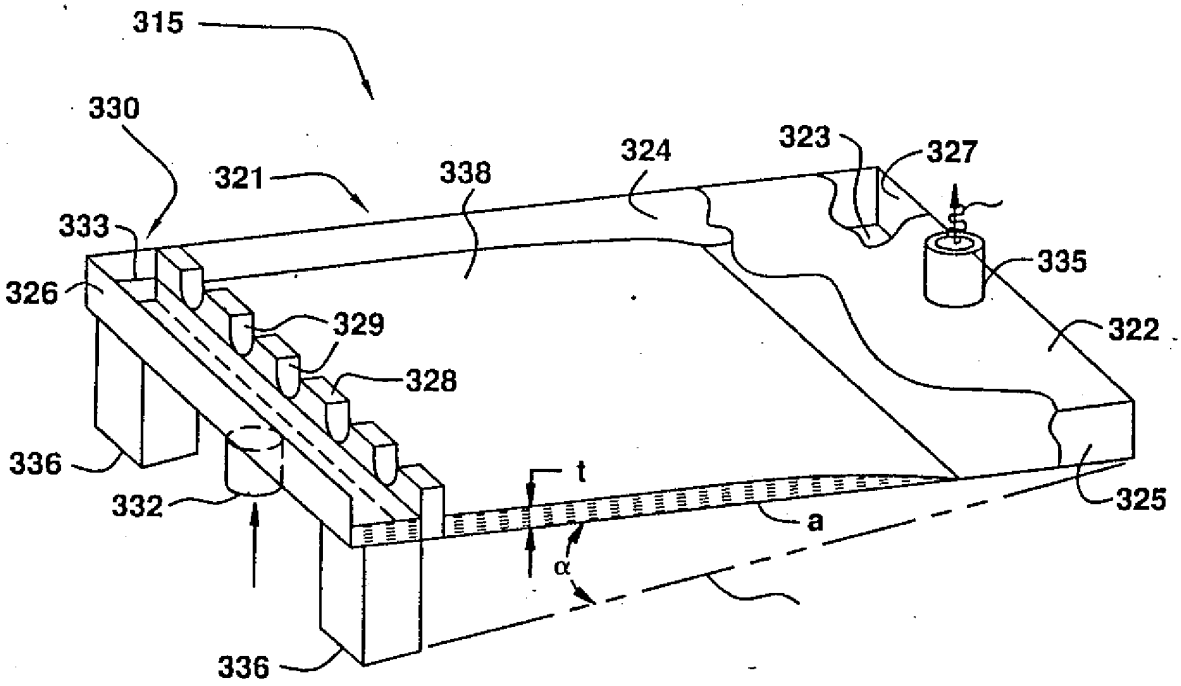
（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

圖式

圖 3



（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）

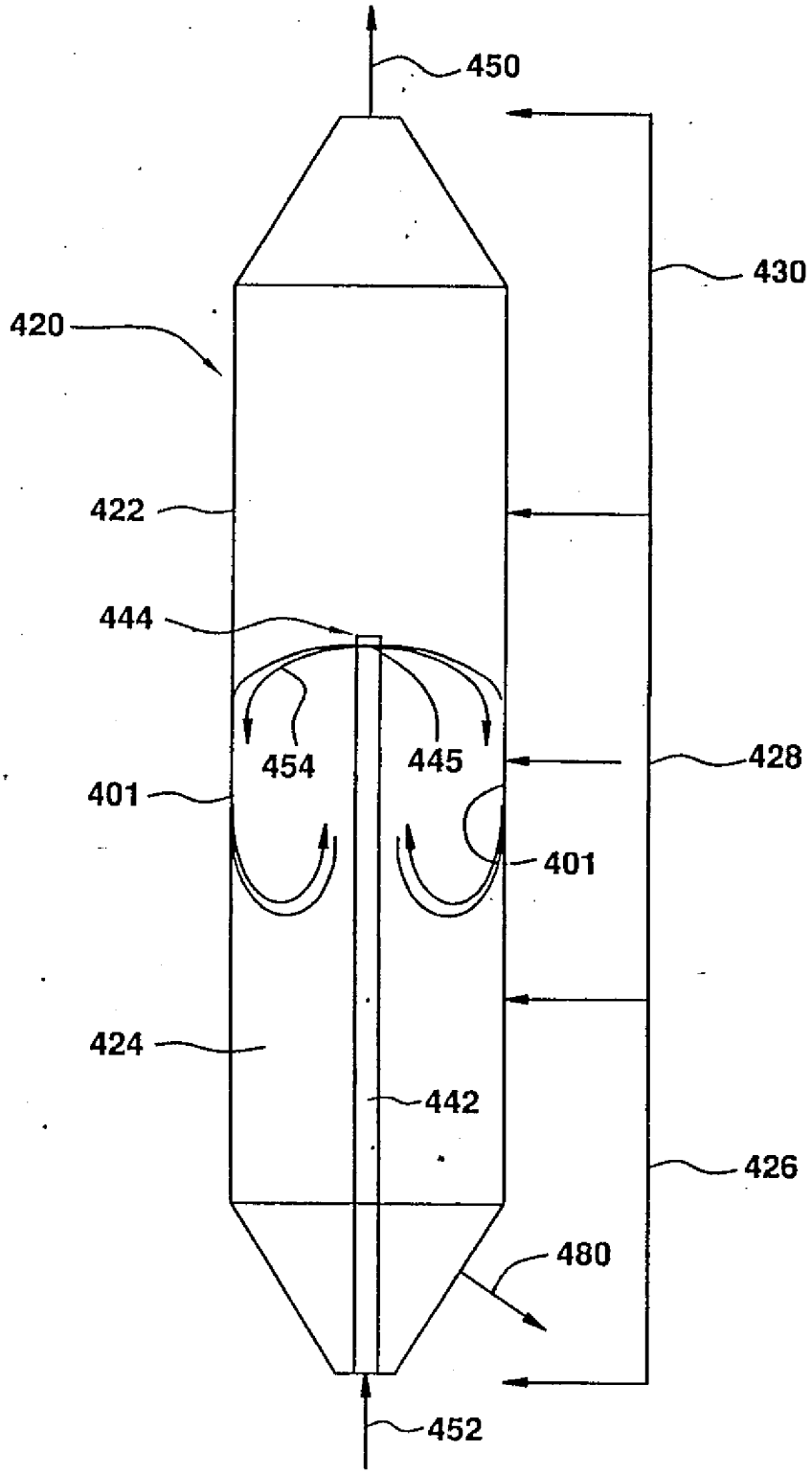
訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

圖式

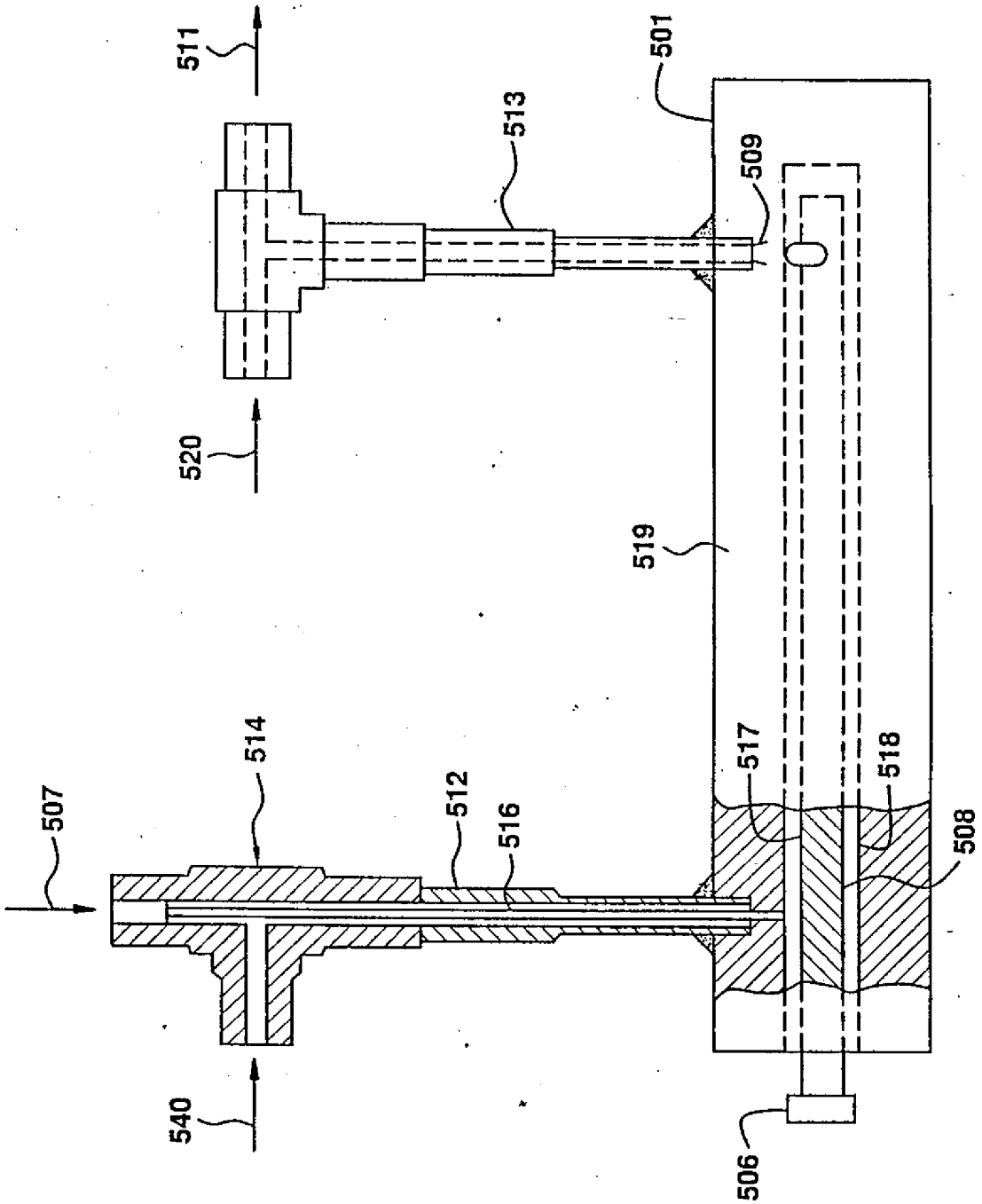
圖 4



（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

A9
B9
C9
D9

圖式



第5圖

（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

圖式

圖 6A

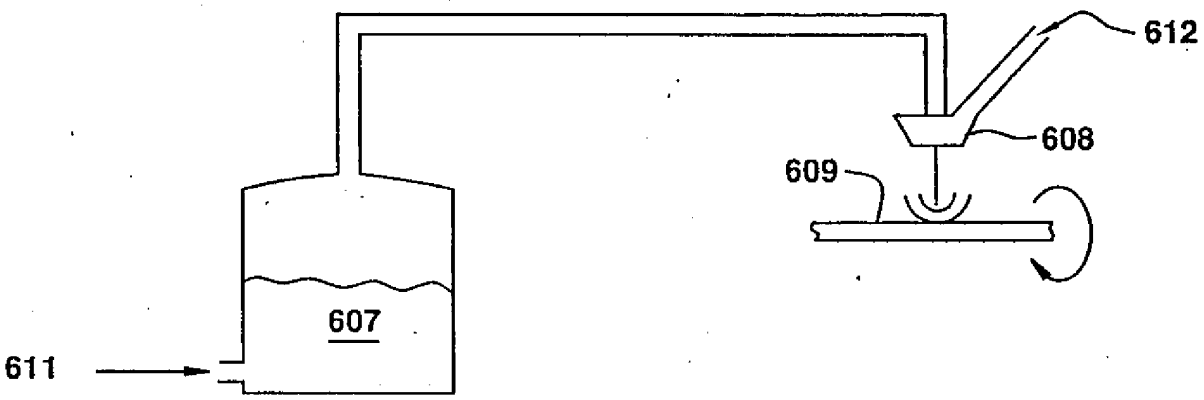


圖 6B

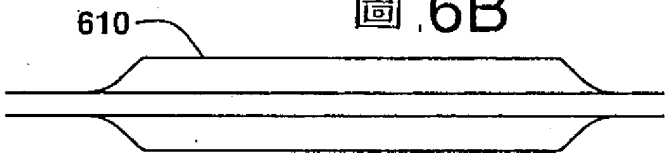
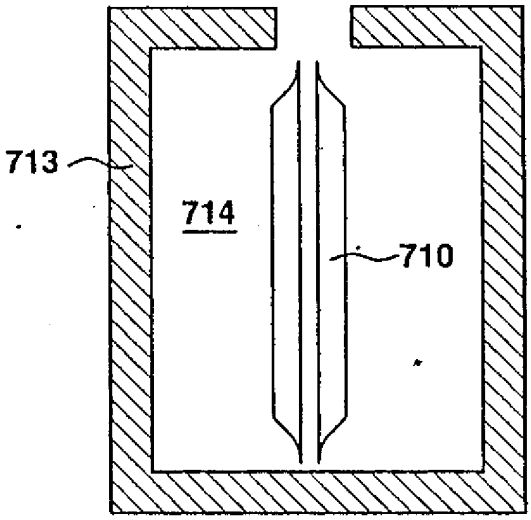


圖 7



（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）

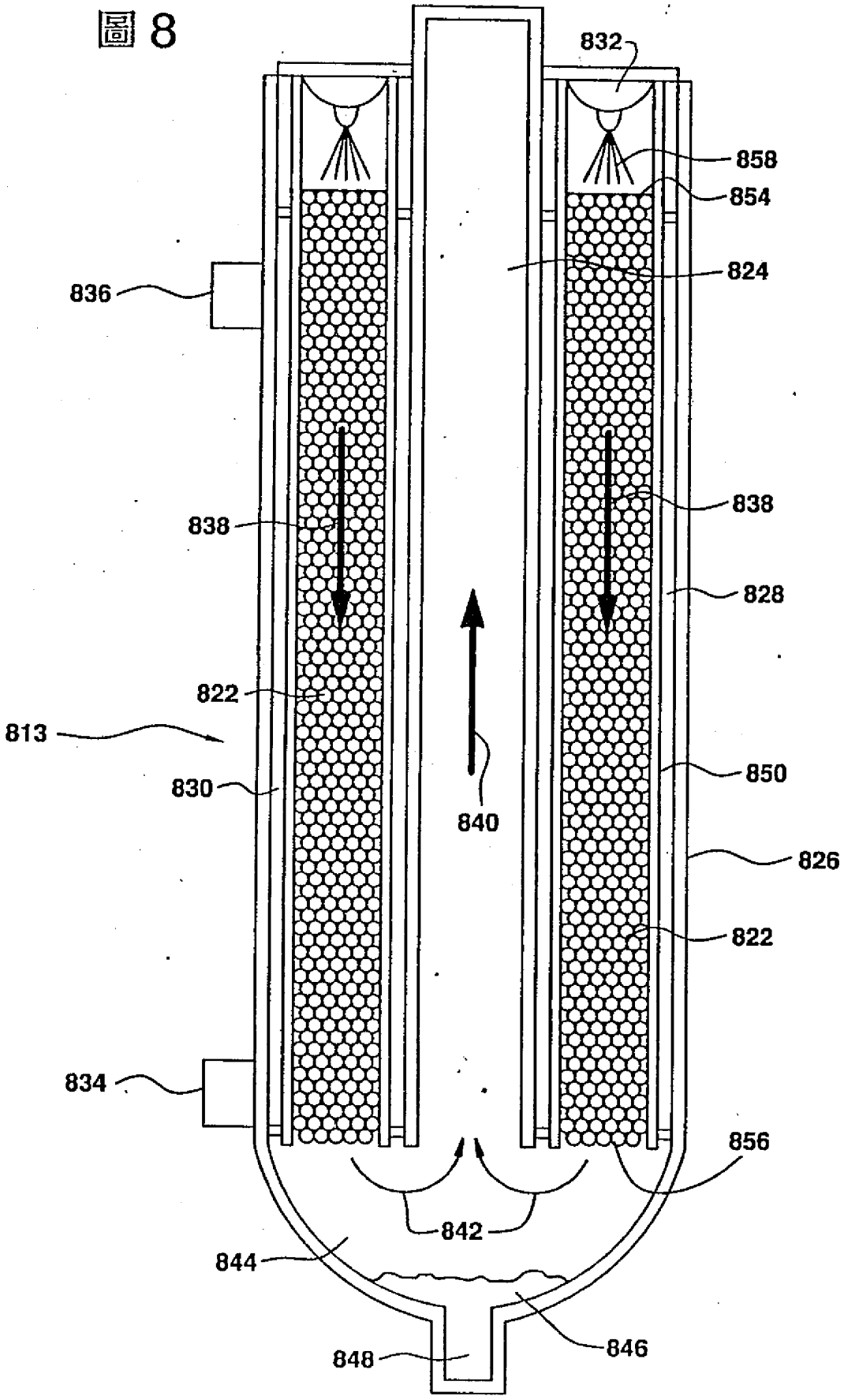
訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

圖式

圖 8



（請先閱讀背面之注意事項再行繪製）

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

174

公告本

440579

申請日期	85.9.9
案號	85111136
類別	C08G 77/06

（以上各欄由本局填註）

A4
C4

修正補充 87.12.14

發明新型專利說明書

一、發明新型名稱	中文	聚烷基矽氧烷純化之方法
	英文	Method for Purifying Polyalkysiloxanes
二、發明創作人	姓名	1. 答尼李哈德森 2. 戴耳羅伯泡爾
	國籍	1. 美國 2. 美國
	住、居所	1. 美國北卡州威名盾歐佩巷3413號 2. 美國紐約州潘提郵威斯頓巷一一二號
三、申請人	姓名（名稱）	康寧公司
	國籍	美國
	住、居所（事務所）	美國紐約州康寧區豪頓園區
	代表人姓名	阿佛雷米查森

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

修正 補充 年 月 日 A8 B8 C8 D8

六、申請專利範圍 90.2.19.

1. 一種純化聚烷基矽氧烷之方法，

提供含有雜質之聚烷基矽氧烷啟始材料，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃，雜質濃度至少為14ppm；以及

在有效地產生純化聚烷基矽氧烷組成份情況下蒸餾聚羥基矽氧烷啟始材料，其在大氣情況下沸點為小於250℃，以及雜質總濃度小於14ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

2. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚烷基矽氧烷啟始材料中雜質總濃度高達200ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

3. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份雜質總濃度小於6ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

4. 依據申請專利範圍第3項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份雜質總濃度小於2ppm，該雜質在大氣情況下沸點大於250℃。

5. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中聚烷基矽氧烷啟始原料含有分子量小於250公克/莫耳矽醇之雜質；低沸點雜質之濃度在蒸餾過程中被減少以及該方法更進一步包含去除分子量小於250公克/莫耳之雜質。

6. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中分子量小於250公克/莫耳之雜質由六甲基環三矽氧烷所構成。

7. 依據申請專利範圍第1項之方法，其中純化聚烷基矽氧烷組成份由六甲基二矽氧烷所構成。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）