



(10) **DE 10 2011 121 190 A1** 2013.06.20

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2011 121 190.3**

(22) Anmeldetag: **16.12.2011**

(43) Offenlegungstag: **20.06.2013**

(51) Int Cl.: **C03B 20/00** (2012.01)
C03B 8/04 (2012.01)

(71) Anmelder:
**Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG, 63450,
Hanau, DE**

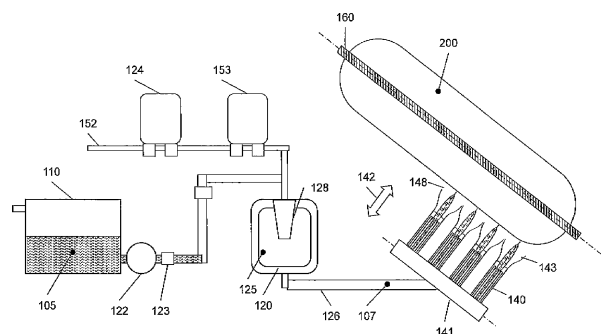
(74) Vertreter:
**Kleinevoß, Ulf, Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., 63450,
Hanau, DE**

(72) Erfinder:
**Badeke, Klaus-Uwe, 06193, Petersberg, DE; Otto,
Norbert, 06179, Teutschenthal, DE; Trommer,
Martin, 06749, Bitterfeld, DE; Laudahn, Hilmar,
06766, Wolfen, DE; Brückel, Andreas, 06766,
Wolfen, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **OMCTS-Verdampfungsverfahren**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von synthetischem Quarzglas. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass das Verdampfen des erhitzten SiO_2 -Einsatzmaterials eine Injektionsphase in einer Expansionskammer umfasst, in der das SiO_2 -Einsatzmaterial in feine Tröpfchen atomisiert wird, wobei die Tröpfchen einem mittleren Durchmesser von weniger als $5\ \mu\text{m}$, vorzugsweise weniger als $2\ \mu\text{m}$, aufweisen, und die Atomisierung der Tröpfchen in einem vorgewärmten Trägergasstrom stattfindet, der eine Temperatur von mehr als 180°C aufweist.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von synthetischem Quarzglas.

[0002] Zur Herstellung von synthetischem Quarzglas für kommerzielle Anwendungen werden chlorfreie Einsatzmaterialien erprobt. Als Beispiel seien Monosilane, Alkoxysilane und Siloxane genannt. Eine besonders interessante Gruppe chlorfreier Einsatzmaterialien bilden die Polyalkylsiloxane (auch kurz als „Siloxane“ bezeichnet), die beispielsweise aus der EP 463 045 A1 bekannt sind. Die Stoffgruppe der Siloxane lässt sich unterteilen in offenkettige Polyalkylsiloxane und in geschlossenkettige Polyalkylsiloxane. Die Polyalkylsiloxane haben die allgemeine Summenformel $\text{Si}_p\text{O}_p(\text{R})_{2p}$, wobei P eine ganze Zahl ≥ 2 ist. Der Rest „R“ ist eine Alkylgruppe, im einfachsten Fall eine Methylgruppe.

[0003] Polyalkylsiloxane zeichnen sich durch einen besonders hohen Anteil an Silizium pro Gewichtsanteil aus, was zur Wirtschaftlichkeit ihres Einsatzes bei der Herstellung von synthetischem Quarzglas beiträgt. Wegen der großtechnischen Verfügbarkeit in hoher Reinheit wird derzeit Octamethylcyclotetrasiloxan (OMCTS) bevorzugt eingesetzt. Diese Substanz wird gemäß einer von General Electric Inc. eingeführten Notation auch als „D4“ bezeichnet, wobei „D“ die Gruppe $[(\text{CH}_3)_2\text{Si}]_0-$ repräsentiert.

[0004] Das siliziumhaltige Einsatzmaterial kann dem Verbraucher, wie etwa einem Abscheidebrenner, in flüssiger Form zugeführt werden. In der Regel wird das flüssige Einsatzmaterial aber mittels eines Verdampfers in eine gasförmige oder dampfförmige Phase überführt und dem Verbraucher ein kontinuierlicher Gasstrom zugeführt. Bei den bekannten Verdampfungssystemen wird die zu verdampfende Flüssigkeit mit einer heißen Oberfläche in Kontakt gebracht. Heiße Oberflächen können insbesondere bei organischem Einsatzmaterial zu unvorhergesehenen Veränderungen führen, wie beispielsweise Zersetzungen oder Polymerisationen. Die Zersetzungsprodukte bzw. Polymersate verursachen Ablagerungen in Leitungssystemen und führen letztendlich zu kaum kontrollierbaren und nicht reproduzierbaren Prozessbedingungen. Daraus ergibt sich eine gewisse Variabilität und Unreproduzierbarkeit in der Prozessführung, die zu Fehlern im Partikelbildungsprozess und zu Inhomogenitäten im Sootaufbau führen kann.

[0005] Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung von SiO_2 -Sootkörpern mit hoher Materialhomogenität zu schaffen, bei dem die genannten Nachteile vermieden werden. Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein Verfahren mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1 vorgeschlagen. Erfindungsgemäß wird ein Verfahren zur Her-

stellung von synthetischem Quarzglas gezeigt, umfassend die Verfahrensschritte:

- (A) Bereitstellen eines flüssigen SiO_2 -Einsatzmaterials, welches mehr als 70 Gew. % des Polyalkylsiloxanes D4 aufweist,
- (B) Verdampfen des flüssigen SiO_2 -Einsatzmaterials in einen gasförmigen SiO_2 Einsatzdampf,
- (C) Umsetzen des SiO_2 -Einsatzdampfes zu SiO_2 Partikeln,
- (D) Abscheiden der SiO_2 Partikel auf einer Ablagerungsfläche unter Bildung eines SiO_2 Sootkörpers,
- (E) Verglasen des SiO_2 -Sootkörpers unter Bildung des synthetischen Quarzglases.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass das Verdampfen des erhitzten SiO_2 -Einsatzmaterials eine Injektionsphase in einer Expansionskammer umfasst, in der das SiO_2 -Einsatzmaterial in feine Tröpfchen atomisiert wird, wobei die Tröpfchen einem mittleren Durchmesser von weniger als 5 μm , vorzugsweise weniger als 2 μm , aufweisen, und die Atomisierung der Tröpfchen in einem vorgewärmten Trägergasstrom stattfindet, der eine Temperatur von mehr als 100°C aufweist.

[0006] Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens soll ein flüssiges SiO_2 -Einsatzmaterial in einen SiO_2 -Einsatzdampf umgewandelt werden. Dabei weist der SiO_2 -Einsatzdampf vorrangig Polyalkylsiloxane auf, bevorzugt besteht der SiO_2 -Einsatzdampf aus Polyalkylcyclosiloxanen, besonders bevorzugt enthält der SiO_2 -Einsatzdampf als Hauptkomponente D4, Um homogene Sootkörper zu erlangen muss eine Polymerisation der Polyalkylsiloxane im Rahmen des Verdampfers verhindert werden. Dieses kann mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erreicht werden.

[0007] Es wird ein Verdampfungsverfahren gezeigt, welches insbesondere für die kontinuierliche Verdampfung von Polyalkylsiloxanen, insbesondere OMCTS (= D4) über Zeiträume von > 10 h im Batchbetrieb bei hohen Verdampfungsraten von > 20 kg/h eine im Verdampfer annähernd rückstandsfreie Verdampfung ohne die Bildung von störenden polymeren Folgeprodukten ermöglicht. Kritisch dabei ist, dass die zu verdampfende Flüssigkeit bzw. Flüssigkeitströpfchen während der Verdampfung nicht oberhalb ihrer Verdampfungstemperatur erhitzt werden. Dazu soll einerseits eine Zerstäubung der Flüssigkeit in sehr kleine Flüssigkeitstropfen mit einer hohen Oberfläche erreicht werden, um so eine möglichst große Oberfläche für die Wärmeübertragung zu generieren. Andererseits soll eine sehr kurze Verweilzeit des SiO_2 -Einsatzmaterials im Verdampfungsreaktor (auch als Verdampfer bezeichnet) realisiert werden, um so eine möglichst kurze Reaktionszeit des Siloxans im Verdampfer zu haben. Bei einer sehr kurzen mittleren Verweilzeit im Verdampfungsreak-

tor (< 2 Sekunden) können unter diesen Bedingungen die Trägertemperatur und die Oberflächentemperatur im Verdampfungsreaktor auch oberhalb des Siedepunktes der zu verdampfen Flüssigkeit liegen, da die Flüssigkeitströpfchen bei der Phasenumwandlung (flüssig – dampfförmig) gleichzeitig eine Abkühlung erfahren.

[0008] Wesentliche Idee ist es, dass die zu verdampfende Flüssigkeit in feinste Tröpfchen überführt (= als vernebelt oder zerstäubt oder atomisiert bezeichnet) wird und quasi "in situ" während der Atomisierung mit einem stark vorgewärmten Trägertgasstrom (mit einer Temperatur von mehr als 180°C, insbesondere mehr als 230°C) im Molverhältnis Trägertgas/Siloxan $\geq 1,5$ (bevorzugt im Molverhältnis von mehr als 2,5, insbesondere mehr als 3) vermischt werden. Die feinsten Flüssigkeitstropfen (< 10 micron) nehmen die Wärme vom vorgeheizten Trägertgas über die äußere Oberfläche auf und eine erste Schicht der äußeren Oberfläche des Tröpfchens verdampft und bildet um das Tröpfchen einen dünnen Dampffilm aus. Die von einem Dampffilm umgebenen Flüssigkeitströpfchen werden direkt in einen Verdampfungsreaktor transportiert und dort komplett verdampft. Dadurch dass die Flüssigkeitströpfchen von einem dünnen Dampffilm mit hoher Dampfkonzentration umgeben sind, kann die flüssige Phase des Flüssigkeitströpfchen (= innere, noch unverdampfte Bereich des Tröpfchens) zu keiner Zeit direkten Kontakt zur Innenwandung des Verdampfers des Wärmetauschers bekommen. Damit wird verhindert, dass die flüssige Phase des Flüssigkeitstropfens in direkten Kontakt zur Metalloberfläche des Verdampfungsreaktors kommt.

[0009] In einer vorteilhaften Ausgestaltung wird das erfindungsgemäße Verfahren in einem Verdampfer umgesetzt. Dieser Verdampfer – auch als Verdampfungskammer bezeichnet – weist zwei Zonen auf. Die erste Zone ist die Atomisierungszone, in welcher das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial in feine Tropfen überführt wird. Dieser auch als Atomisierung bezeichnete Vorgang umfasst ein Zerstauben der Flüssigkeit in Tropfen, deren Durchmesser kleiner als 2 µm (1 µm = 1 micron), bevorzugt kleiner als 0,5 µm ist. Weiterhin findet in dieser ersten Zone ein Vermischen der Tropfen mit einem Trägertgas statt. Die Besonderheit des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass das Trägertgas vorgeheizt ist. Im Stand der Technik ist es bekannt, Trägertgas zu nutzen, welches Zimmertemperatur (ca. 10°C bis ca. 40°C) aufweist. Abweichend davon wird im erfindungsgemäßen Verfahren ein stark aufgeheiztes Trägertgas mit einer Temperatur von mehr als 180°C, bevorzugt mehr als 230°C genutzt, um die Atomisierung zu unterstützen. Folglich dient das Trägertgas zum einen als Träger der Tropfen an sich. Gleichzeitig setzt das Trägertgas den Taupunkt des eingesetzten SiO₂-Einsatzmaterials herab und sorgt so für einen schnelleren Übergang aus der Flüssig in die Gas-Phase. Weiterhin

dient das stark aufgeheizte Trägertgas dazu, in einem kurzen Zeitintervall einen ersten Energieeintrag in das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial sicherzustellen. Die Nutzung von sehr stark erhitztem Trägertgas hat gegenüber der im Stand der Technik bekannten Nutzung von kaltem Trägertgas eine Vielzahl von Vorteilen. Zum einen bedarf es keiner Vorheizung des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials. Dieses kann direkt und kalt – als nicht aufgeheizt – aus einem Vorratsbehälter entnommen werden. Dadurch ist es möglich, Flüssigkeitsdurchflussmesser zu nutzen, um die dem Verdampfer zugefügte Menge des SiO₂-Einsatzmaterials zu bestimmen. Solche Art Flüssigkeitsdurchflussmesser arbeiten maximal bis Temperaturen von 80°C. Durch die Nutzung von flüssigem SiO₂-Einsatzmaterial, welches maximal eine Temperatur von maximal 60°C, bevorzugt weniger als 50°C besonders bevorzugt weniger als 40°C aufweist, können die dem Verdampfer zugefügten flüssigen Mengen präzise mit dem Flüssigkeitsdurchflussmesser bestimmt werden. Dieses ist günstig für reproduzierbare Prozessbedingungen. Die so entstehenden Gele können bei solcher Art hohen Durchsätzen, wie sie mit dem hier offenbarten Verfahren bewerkstelligt werden sollen, zu Verstopfungen bzw. Querschnittsverengungen der Zuleitungen etc. führen. Dieses wiederum beeinflusst die Druck- und Strömungsverhältnisse in der Dampfleitung. Da im hier offenbarten Verfahren das SiO₂-Einsatzmaterial – insbesondere die Polyalkylsiloxane – in der Zuleitung im flüssigen Zustand auf bevorzugt weniger als 40°C aufgeheizt werden, besonders bevorzugt auf Raumtemperatur gehalten werden, findet keinerlei Polymerisation mehr statt. Folglich ergeben sich keine Verstopfungen der Zuleitungen und/oder am Flüssigkeitsdurchflussmesser.

[0010] Nachdem in der ersten Zone des Verdampfers eine Atomisierung des SiO₂-Einsatzmaterials und eine Vermischung mit dem heißen Trägertgas stattgefunden hat, strömt dieses Gemisch in die zweite Zone des Verdampfers ein. Die zweite Zone – auch als Wärmetauscherzone und/oder Wärmetauscher bezeichnet – dient zur weiteren Energiezufuhr und damit zur weiteren Verdampfung. Durch die Nutzung eines heißen Trägertgases ist die in der zweiten Zone benötigte Energiezufuhr geringer als im Stand der Technik. Darüber hinaus dient die bei der schlagartigen Verdampfung in dem Atomisierer – auch als Atomisator bezeichnet – entstehende Dampfschutzschicht um das Tröpfchen als eine Art Schild gegen einen direkten Kontakt der Flüssigkeit im Tröpfchen mit der Wandung und/oder innerer Kanäle der zweiten Zone. Dadurch wird eine Polymerisation des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials in den Tröpfchen verhindert.

[0011] Die Dampfschutzschicht ummantelt das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial in dem Tröpfchen. Es wirkt als eine Abschirmung der Flüssigkeit gegenüber äußeren Einflüssen. Vorteilhafterweise hat sich heraus-

gestellt, dass Energieeinträge durch diese Dampfschicht besonders schnell in des flüssige SiO₂-Einsatzmaterial eindringen können. Folglich unterstützt die Dampfschutzschicht das Verdampfer des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials in dem Tröpfchen. Diese Erkenntnis begründet, warum bei einer Annäherung des Tröpfchens an eine aufgeheizte Wandung in der zweiten Zone kein direkter Kontakt zwischen dem flüssigen SiO₂-Material und der zweiten Zone auftritt. Vielmehr wird die in der zweiten Zone abgestrahlte Wärme von der Dampfschutzschicht aufgenommen und auf das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial derart konzentriert, dass eine schnelle Verdampfung stattfindet. Somit findet kein direkter Kontakt zwischen dem flüssigen SiO₂-Einsatzmaterial und Wänden oder Kanälen der zweiten Zone statt. Dadurch wird die Neigung der Polyalkylsiloxane zur Polymerisation deutlich reduziert. Insgesamt wird also die Innenfläche des Verdampfers sowie auch alle ableitenden Kanäle aus dem Verdampfer heraus deutlich weniger als im Stand der Technik mit polymerisierten Resten der Polyalkylsiloxane beaufschlagt.

[0012] Um die Chancen eines direkten Kontaktes des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials mit Innenwänden oder Kanälen des Wärmetauschers – also der zweiten Zone – zu reduzieren, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die Zeitspanne, die vom Einspeisen des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials in den Atomisator bis zum Austritt des gasförmigen SiO₂-Einsatzdampfes möglichst kurz ist. Vorteilhafterweise beträgt die mittlere Verweilzeit weniger als eine Sekunde.

[0013] So kann die Oberflächentemperatur des Verdampfungsreaktors in der zweiten Zone mindestens 10°C oberhalb des Taupunktes des Gasgemisches liegen. Durch den schützenden Dampffilm um das Tröpfchen herum wird ein direkter Wandkontakt der flüssigen Phase und damit auch eine Überhitzung der flüssigen Phase vermieden. Damit wird das Risiko für eine partielle Polymerisation des Siloxans in der zweiten Zone des Verdampfers vermieden.

[0014] Weiterhin kann die mittlere Verweilzeit der Dampfmoleküle im Verdampfervolumen des Verdampfers weniger als 2 Sekunden, bevorzugt weniger als 1 Sekunden, nach bevorzugter weniger als 0,5 Sekunde betragen.

[0015] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass der Verdampfer eine erste Zone und eine zweite Zone aufweist. Dabei weist die erste Zone die Zerstäubungseinheit und die zweite Zone den Wärmetauscher auf.

[0016] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass in der Zerstäubungseinheit (Atomisierungseinheit) aus dem flüssigen SiO₂-Einsatzmaterial feine Tröpfchen generiert

werden (z. B. Düse, Ultraschallzerstäubung) mit einer mittleren Tröpfchengröße von weniger als 10 micron, bevorzugt weniger als 5 micron, besonders bevorzugt weniger als 2 micron.

[0017] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass die Atomisierung der Tröpfchen in einem vorgewärmten Trägergasstrom stattfindet. Dieses Trägergas weist insbesondere Stickstoff oder Argon oder Helium auf und weist eine Temperatur von mehr als 180°C auf, bevorzugt eine Temperatur von mehr als 200°C, besonders bevorzugt eine Temperatur von mehr als 230°C bis maximal 350°C.

[0018] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass sich durch den Energieeintrag des Trägergases um die atomisierten Tröpfchen eine über der Oberfläche des Tröpfchens partielle Tröpfchenverdampfung einsetzt und sich so um die Oberfläche des Tröpfchens ein Dampffilm ausbildet.

[0019] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass die vom dem Dampffilm umgebenen flüssige Phase des Tröpfchens aufgrund des Dampffilmes keinen direkten Kontakt zu beheizten Elementen in der zweiten Zone und/oder der Wärmetauschereinheit erfahren, so dass eine Benetzung von Flüssigkeitstropfen an den Wänden innerhalb des Verdampfers ausgeschlossen wird.

[0020] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass mindestens 7,5% der eingetragenen Energie durch das Trägergas zur Verdampfung des Siloxans beiträgt.

[0021] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass die Oberflächentemperatur des Wärmetauschers oberhalb des Siedepunktes des zuverdampfenden Siloxans liegt.

[0022] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass die mittlere Verweilzeit des Siloxans im Verdampfer < 5 Sekunden, bevorzugt < 1 Sekunde beträgt.

[0023] Eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, dass das Verhältnis von generiertem Dampfvolumen pro Sekunde (OMC-TS + Trägergas bei der Dampfaustrittstemperatur) und innerem Volumen der Verdampfungskammer > 0,5, bevorzugt > 1 beträgt.

[0024] Der Verdampfer kann sowohl senkrecht als auch horizontal ausgerichtet sein. Das Prinzip des Verdampfers ist es, aufgrund der sehr kleinen Tröpfchengröße in Kombination mit einer hohen Wärmeübertragung, hohen Strömungsgeschwindigkeit

ten als auch kurzen Verweilzeiten eine unmittelbare Untersättigung des Dampfdruckes der Flüssigkeit (Überschreitung des Taupunktes) zu erreichen. Dadurch bilden sich keine störenden Kondensatropfchen mehr aus. Eine bevorzugte Ausrichtung des Verdampfers ist daher nicht erforderlich.

[0025] Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung, in der unter Bezugnahme auf die Zeichnungen ein Ausführungsbeispiel der Erfindung im einzelnen beschrieben sind. Dabei können die in den Ansprüchen und der Beschreibung erwähnten Merkmale jeweils einzeln für sich oder in beliebiger Kombination erfindungswesentlich sein. Es zeigen:

[0026] [Fig. 1](#) eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung eines SiO_2 -Sootkörpers in schematischer Darstellung,

[0027] [Fig. 2](#) ein schematisches Diagramm der verschiedenen Elemente des erfindungsgemäßen Quarzglasherstellungssystems und

[0028] [Fig. 3](#) eine weitere schematische Darstellung einer Verdampfungskammer.

[0029] Der Ausgangspunkt des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dabei die Bildung eines Gasstromes aus einem SiO_2 -Einsatzdampf **107**, der als Hauptkomponente D4 enthält. Der Gasstrom wird einer Reaktionszone zugeführt, in der der SiO_2 -Einsatzdampf unter Bildung amorpher SiO_2 -Partikel durch Pyrolyse, Oxidation oder Hydrolyse zu SiO_2 umgesetzt wird. Das sich anschließende Abscheiden der amorphen SiO_2 -Partikel auf einer Ablagerungsfläche **160** führt zur Bildung eines porösen SiO_2 -Sootkörpers **200**, der durch Verglasung ein synthetisches Quarzglas bildet. Um dabei die Herstellung von großvolumigen zylinderförmigen Sootkörpern **200** mit Außendurchmessern von mehr als 300 mm mit verbesserter Materialhomogenität zu ermöglichen, offenbart die Erfindung, dass das Verdampfen des erhitzten SiO_2 -Einsatzmaterials eine Injektionsphase in einer Expansionskammer umfasst, in der das SiO_2 -Einsatzmaterial – insbesondere in flüssiger Form – in feine Tröpfchen zerstäubt wird, wobei die Tröpfchen einem mittleren Durchmesser von weniger als 5 μm , vorzugsweise weniger als 2 μm , aufweisen.

[0030] Die in [Fig. 1](#) dargestellte Vorrichtung dient zur Herstellung eines SiO_2 -Sootkörpers **200**. Entlang eines Trägerrohres **160** aus Aluminiumoxid ist eine Vielzahl in einer Reihe angeordneter Flammhydrolysebrenner **140** angeordnet. Bei einer auf höhere Produktivität abzielenden Verfahrensabwandlung wird anstelle nur eines Brenners **140** eine Vielzahl von Abscheidebrennern eingesetzt, die zur Soot-Abscheidung in einer gemeinsamen Brennerreihe entlang des rotierenden Trägers reversierend hin- und

herbewegt werden, wobei jede der Brennerflammen nur eine Teillänge des Trägerrohres **160** überstreicht. Des SiO_2 -Einsatzmaterial **105** weist vorzugsweise mehr als 95 Gew.%, bevorzugt mehr als 98 Gew.%, insbesondere mehr als 99,5 Gew.% des Polyalkylsiloxanes D4 auf und wird der Reaktionszone in gasförmiger Form zugeführt und dabei durch Oxidation und/oder Hydrolyse und/oder Pyrolyse zu SiO_2 zersetzt. Die Reaktionszone ist beispielsweise eine Brennerflamme oder ein Plasma. In der Reaktionszone entstehen SiO_2 -Partikel **148**, die unter Bildung des SiO_2 -Sootkörpers **200** auf der Ablagerungsfläche **160** schichtweise niedergeschlagen werden. Die SiO_2 -Partikel **148** selbst liegen in Form von Agglomeraten oder Aggregaten von SiO_2 -Primärpartikeln mit Partikelgrößen im Nanometerbereich vor.

[0031] Die Flammhydrolysebrenner **140** sind auf einem gemeinsamen Brennerblock **141** montiert, der parallel zur Längsachse **161** des Trägerrohres **160** zwischen zwei, in Bezug auf die Längsachse **161** ortsfesten Wendepunkten hin- und herbewegt wird und der senkrecht dazu verschiebbar ist, wie dies die Richtungspfeile **142** andeuten. Die Brenner **140** bestehen aus Quarzglas; ihr Mittenabstand zueinander beträgt 15 cm.

[0032] Den Flammhydrolysebrennern **140** ist jeweils eine Brennerflamme **143** zugeordnet, die eine Reaktionszone im Sinne der Erfindung darstellt. In ihr werden SiO_2 -Partikel gebildet und auf der Zylindermantelfläche des um seine Längsachse **161** rotierenden Trägerrohres **160** abgeschieden, so dass schichtweise ein Sootkörper **200** mit einem Außendurchmesser von 350 mm aufgebaut wird. Während des Abscheideprozesses stellt sich auf der Sootkörperoberfläche **200** eine Temperatur von etwa 1200°C ein. Den Flammhydrolysebrennern **140** werden jeweils als Brennergase Sauerstoff und Wasserstoff zugeführt sowie als Einsatzmaterial für die Bildung der SiO_2 -Partikel der SiO_2 -Einsatzdampf **107**. Im Rahmen der Erfindung umfasst der Begriff Polyalkylsiloxane sowohl Polyalkylcyclsiloxane als auch deren lineare Homologe.

[0033] Die Herstellung des SiO_2 -Einsatzdampfes **107** aus mehr als 95 Gew.%, bevorzugt mehr als 98 Gew.%, insbesondere mehr als 99,5 Gew.% des Polyalkylsiloxanes D4 erfolgt mittels eines Verdampfersystems **120**, das einen Vorratsbehälter **110** für das flüssige Gemisch, eine pulsationsfreie Flüssigkeitspumpe **122**, ein Durchflussmessgerät **123** für Flüssigkeit, einen MFC (mass flow controller) **124** für die geregelte Zufuhr eines Stickstoff Trägergasstroms **152** und eine beheizbare Verdampfungskammer **125** – auch Expansionskammer – mit einer Zerstäuberdüse **128** umfasst. Der Vorratsbehälter **110**, eine Pumps **122** und eine Zerstäuberdüse **128** sind mittels metallischer Leitungen miteinander verbunden. Der Vorratsbehälter **110** wird auf eine Temperatur von 30–

40°C erwärmt – auch auf Raumtemperatur gehalten – und die Flüssigkeit mittels der Pumpe **122** über das Durchflussmessgerät **123** in exakter Dosierung der Zerstäuberdüse **128** zugeführt. In und mittels der Zerstäuberdüse wird das SiO₂-Einsatzmaterial **105** in feine Tröpfchen – auch als SiO₂-Tröpfchen bezeichnet zerstäubt – auch als atomisiert bezeichnet –, wobei die SiO₂-Tröpfchen einen mittleren Durchmesser von weniger als 5 µm, vorzugsweise weniger als 2 µm, aufweisen. Dabei kann in der Verbindungsleitung zwischen Durchflussmessgerät **123** und Zerstäuber **128** ein Konzentrationsdetektor zur Überwachung der Zusammensetzung des SiO₂-Einsatzmaterials **105** und/oder des SiO₂-Einsatzdampfes **107** und/oder der SiO₂-Tröpfchen vorgesehen sein.

[0034] Bei dem Zerstäuber **128** – auch als Zerstäuberdüse oder Atomisierer bezeichnet – kann es sich um einen Ultraschallzerstäuber oder einen Überschallzerstäuber („supersonic“) handeln. Diese Zerstäuberdüse **128** stellt sicher, dass das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial in feine Tröpfchen zerstäubt wird, wobei die Tröpfchen einem mittleren Durchmesser von weniger als 5 µm, vorzugsweise weniger als 2 µm, aufweisen. Je nach Ausgestaltung kann dem SiO₂-Einsatzmaterials **105** und/oder den Tröpfchen ein Stickstoff-Trärgasstrom über den MFC **123** mit einem Druck von 1,5 bar bis 5 bar zugeführt werden.

[0035] In einer vorteilhaften Ausführungsform zerstäubt die Zerstäuberdüse **128** zusammen mit einem separat eingespeistem und auf mehr als 200°C vorgewärmten Trärgas das SiO₂-Einsatzmaterials **105** in feine Tröpfchen mit einem maximalen Durchmesser von 5 µm und schmaler Tröpfchengrößenverteilung mit einem mittleren Durchmesser (d₅₀-Wert) von 0,9 µm, und sprüht unmittelbar danach diese Tröpfchen in der Injektionsphase in die nachgeschaltete Wärmetauscherzone **220** des Verdampfers **120** ein. Der Verdampfer **120** hat eine Innentemperatur von bis zu 300°C, so dass die feinen Flüssigkeitstropfen unmittelbar verdampfen und der Dampfstrom einem Flussteiler zugeführt und von diesem über wärmeisolierte flexible Medienzufuhrleitungen auf die einzelnen Abscheidebrenner **140** aufgeteilt wird. Das Trärgas wird in einem Vorheizer **153** aufgeheizt. Dabei wird das Trärgas auf Temperaturen jenseits von 200°C erwärmt.

[0036] In den Flussteiler münden auch eine Zufuhrleitung für die Brenngase Sauerstoff und Wasserstoff sowie eines Hilfsgases (Sauerstoff), das in der Brennerflamme **143** zwischen dem Strom des Einsatzmaterials und dem Strom des Brenngases eingesetzt wird, und das einer frühzeitigen Durchmischung entgegenwirkt. Die Mischung von Brenngasen und dem SiO₂-Einsatzdampf **107** erfolgt somit erst in der heißen Zone der Brennerflamme **143**. Nach Abschluss des Abscheideprozesses wird ein Rohr aus porösem SiO₂-Soot (Sootrohr) erhalten.

[0037] Die [Fig. 2](#) und [Fig. 3](#) zeigen das System **100** zur Herstellung von Quarzglas, welches das erfindungsgemäße Verfahren nutzt. Dabei findet eine die Zerstäubung des SiO₂-Einsatzmaterials **105** mittels einer Zerstäuberdüse **128** statt (z. B. Überschallzerstäubung). Das System **100** weist dazu einen Vorratstank **110** auf, aus dem das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial **105** mittels einer Pumpe **122** in die Zerstäuberdüse gepumpt wird. In einer Expansionskammer **125** findet der Übergang der flüssigen SiO₂-Tröpfchen in den gasförmigen SiO₂-Einsatzdampf **107** statt. Dabei umfasst definitionsgemäß die Expansionskammer **125** eine erste Zone **210** und eine zweite Zone **220**. Somit umfasst die Expansionskammer **125** das gesamte innere Volumen des Verdampfers – also der Atomisierungszone und der Wärmetauscherzone. In der ersten Zone **210** der Expansionskammer **125** findet das Zerstäuben der Flüssigkeit – auch als Atomisieren bezeichnet – und das gleichzeitige Vermischen mit dem stark vorgewärmten Trärgas statt sowie der Transport der Tröpfchen in die zweite Zone **220** der Expansionskammer **125**. Über eine Leitung **130** strömt der SiO₂-Einsatzdampf **107** zu dem Brenner **140**, wo eine pyrolytische und/oder hydrolytische Umsetzung des SiO₂-Einsatzdampfes in SiO₂-Partikel erfolgt.

[0038] Innerhalb des Vorratsbehälters **110** findet eine Erwärmung des SiO₂-Einsatzmaterials **105** auf Temperaturen deutlich unterhalb des Siedepunkts, vorzugsweise auf Raumtemperatur, des SiO₂-Einsatzmaterials statt. Dieses kann durch die Verwendung eines Heißölsystems oder eines elektrischen Heizelementes in den Wänden der Vorheizeinrichtung erfolgen. Um eine gleichmäßige Aufheizung des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials **105** unter Vermeidung heißer Bereiche zu erzielen, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn der Vorratsbehälters **110** einen Strömungskanal aufweist, welcher von Heißölkanälen umgeben ist. Der so realisierbare flüssig-zu-flüssig Hitzetransfer erzielt eine gleichmäßige Erhitzung des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials **105**. Diese Art der gleichmäßigen Erwärmung stellt sicher, dass es nicht zu temperaturbedingten chemischen Umsetzung der Polyalkylsiloxane kommt. Das erhitzte flüssige SiO₂-Einsatzmaterial **105** wird von dem Vorratsbehälter **110** in die Expansionskammer **125** durch eine Zuführungsleitung **145** abgegeben.

[0039] Die Expansionskammer **125** – auch als Verdampferkammer bezeichnet – definiert ein Innenvolumen für die freie Ausdehnung des SiO₂-Einsatzdampfes. Um eine gleichmäßige Verdampfung der SiO₂-Tröpfchen in den gasförmigen Einsatzdampf zu erzielen, hat es sich nicht als vorteilhaft erwiesen, wenn in dem Vorratsbehälter **110** die Temperatur des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials über den Siedepunkt des SiO₂-Einsatzmaterials bei dem Betriebsdruck der Expansionskammer erhöht wird. Eine bevorzugte Betriebstemperatur für den Vorratsbehälter **110** liegt un-

terhalb 40°C, idealerweise bei Raumtemperatur (= 22°C). Der Siedepunkt von D4 bei Atmosphärendruck beträgt ungefähr 175°C. Somit wird vermieden, dass sich Gele oder Ablagerungen durch eine Polymerisation des SiO₂-Einsatzmaterials bilden.

[0040] Wie die [Fig. 3](#) verdeutlicht, fließt das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial aus dem Vorratsbehälter **110** durch die Zuführungsleitung **145** in den Innenraum der Expansionskammer **125**, ohne dass das SiO₂-Einsatzmaterial **105** auf Temperaturen von mehr als 40°C erhitzt wird. Dann findet eine Zerstäubung des SiO₂-Einsatzmaterials mittels der Zerstäuberdüse **128** statt. Ein zusätzlicher Wärmeeintrag erfolgt durch ein Trägergas, welches beispielsweise ebenfalls durch die Zerstäuberdüse **128** geführt wird.

[0041] Als Trägergas **152** – auch als Verdünnungsmittel bezeichnet – hat sich insbesondere Stickstoff als vorteilhaft erwiesen. Andere Verdünnungsmittel, wie beispielsweise Argon oder Helium, können ebenfalls verwendet werden, wenn dieses erwünscht ist. Hierbei handelt es sich um Gase, die sich in Bezug auf Polyalkylsiloxane inert verhalten, so dass Oxidations-, Polymerisations- oder Zersetzungsreaktionen zwischen der Flüssigkeit und dem Trägergas, insbesondere unter Druck und höherer Temperatur, und damit eine nicht reproduzierbare Veränderung der Zusammensetzung des Einsatzmaterials vermieden werden.

[0042] Durch das Hinzuführen des Verdünnungsmittels wird der Partialdruck des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials – hier der Tröpfchen des SiO₂-Einsatzmaterials – in der Expansionskammer **125** vermindert und so dessen Taupunkt erniedrigt. Ziel ist es dabei, dass das Verdampfen des SiO₂-Einsatzmaterials eine Injektionsphase umfasst, in der das Einsatzmaterial in der ersten Zone in flüssiger Form in feine Tröpfchen zerstäubt wird und die feinen Tröpfchen nach dem Kontakt mit einem heißen Trägergas in der zweiten Zone – ohne Kontakt des flüssigen Kerns der Tröpfchen mit Wandungen der Expansionskammer **125** – schnell und effizient vollständig verdampft werden.

[0043] Die [Fig. 3](#) verdeutlicht die erfindungsgemäße Verdampfung. Das aufgeheizte SiO₂-Einsatzmaterial **105** wird durch die Zuführungsleitung **145** der Expansionskammer **125** zugeführt. Am Ende der Zuführungsleitung **145** im Inneren der Expansionskammer **125** weist die Zuführungsleitung **145** einen düsenartigen Zerstäuberdüse **128** auf. Mittels der Zerstäuberdüse **128** – die vorzugsweise ein Ultraschallzerstäuber ist – wird das flüssige SiO₂-Einsatzmaterial **105** in feine Tropfen zerstäubt, welche einen mittleren Durchmesser von weniger als 5 µm, bevorzugt weniger als 2 µm, insbesondere weniger als einem µm aufweisen. Besonders bevorzugte Ergebnisse ergeben sich, wenn die mittlere Teilchengröße kleiner 0,5 µm beträgt (d₅₀-Wert). Der Medianwert oder d₅₀-

Wert ist dabei als Maß für die mittlere Teilchengröße die wichtigste Nenngröße. Der d₅₀-Wert beschreibt jenen Wert, bei dem 50 Prozent der Tröpfchen feiner sind und die anderen 50% grober sind als d₅₀.

[0044] Durch den Druckabfall, der beim Austritt aus der Zerstäuberdüse **128** auftritt wird ein wesentlicher Teil der Tröpfchen in die Gasphase überführt. Zusätzlich wird durch die Medienleitung **150** ein auf ca. 180°C bis ca. 300°C vorgewärmter Stickstoffstrom in die Expansionskammer **125** und die Zerstäuberdüse **128** geleitet.

[0045] Es ist nicht vorgesehen, dass sich Teile des flüssigen SiO₂-Einsatzmaterials **105** – die Tröpfchen – an den Wänden der Expansionskammer **125** niederschlagen und/oder dort thermisch verdampft werden. Durch die Leitung **130** findet der Abfluss des gasförmigen SiO₂-Einsatzdampfes **107** zu dem Brenner **140** statt. Im Brenner **140** wird der SiO₂-Einsatzdampf **107** durch Pyrolyse, Oxidation oder Hydrolyse zu SiO₂-Partikel **148** – auch als SiO₂ oder Soot oder SiO₂-Soot bezeichnet – umgesetzt.

Bezugszeichenliste

100	System
105	SiO ₂ -Einsatzmaterial
107	SiO ₂ -Einsatzdampf
110	Vorratstank/Vorratsbehälter
117	Ablauf
120	Verdampfer/Verdampfersystem
122	Flüssigkeitspumpe
123	Durchflussmessgerät
124	MFC (mass flow controller)
125	Expansionskammer/Verdampfungskammer
126	Leitung
127	Flussteiler
128	Zerstäuberdüse
130	Leitung
140	Brenner/Flammhydrolysebrenner
141	Brennerblock
142	Bewegung von 140
143	Brennerflamme
145	Zuführungsleitung
148	SiO ₂ -Soot
150	Medienleitung
151	Vorratsbehälter
152	Verdünnungsmittel
153	Vorheizter
160	Ablagerungsfläche/Trägerrohr
161	Längsachse von 160
200	Sootkörper

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- EP 463045 A1 [[0002](#)]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von synthetischem Quarzglas, umfassend die Verfahrensschritte:
(F) Bereitstellen eines flüssigen SiO_2 -Einsatzmaterials (**105**), welches mehr als 70 Gew. % des Polyalkylsiloxanes D4 aufweist,
(G) Verdampfen des flüssigen SiO_2 -Einsatzmaterials (**105**) in einen gasförmigen SiO_2 Einsatzdampf (**107**),
(H) Umsetzen des SiO_2 -Einsatzdampfes (**107**) zu SiO_2 Partikeln,
(I) Abscheiden der SiO_2 Partikel auf einer Ablagerungsfläche (**180**) unter Bildung eines SiO_2 Sootkörpers (**200**),
(J) Verglasen des SiO_2 -Sootkörpers unter Bildung des synthetischen Quarzglases,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Verdampfen des erhitzten SiO_2 -Einsatzmaterials (**105**) eine Injektionsphase in einer Expansionskammer (**125**) umfasst, in der das SiO_2 -Einsatzmaterial (**105**) in feine Tröpfchen atomisiert wird, wobei die Tröpfchen einem mittleren Durchmesser von weniger als 5 μm , vorzugsweise weniger als 2 μm , aufweisen, und die Atomisierung der Tröpfchen in einem vorgewärmten Trägergasstrom stattfindet, der eine Temperatur von mehr als 180°C aufweist.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

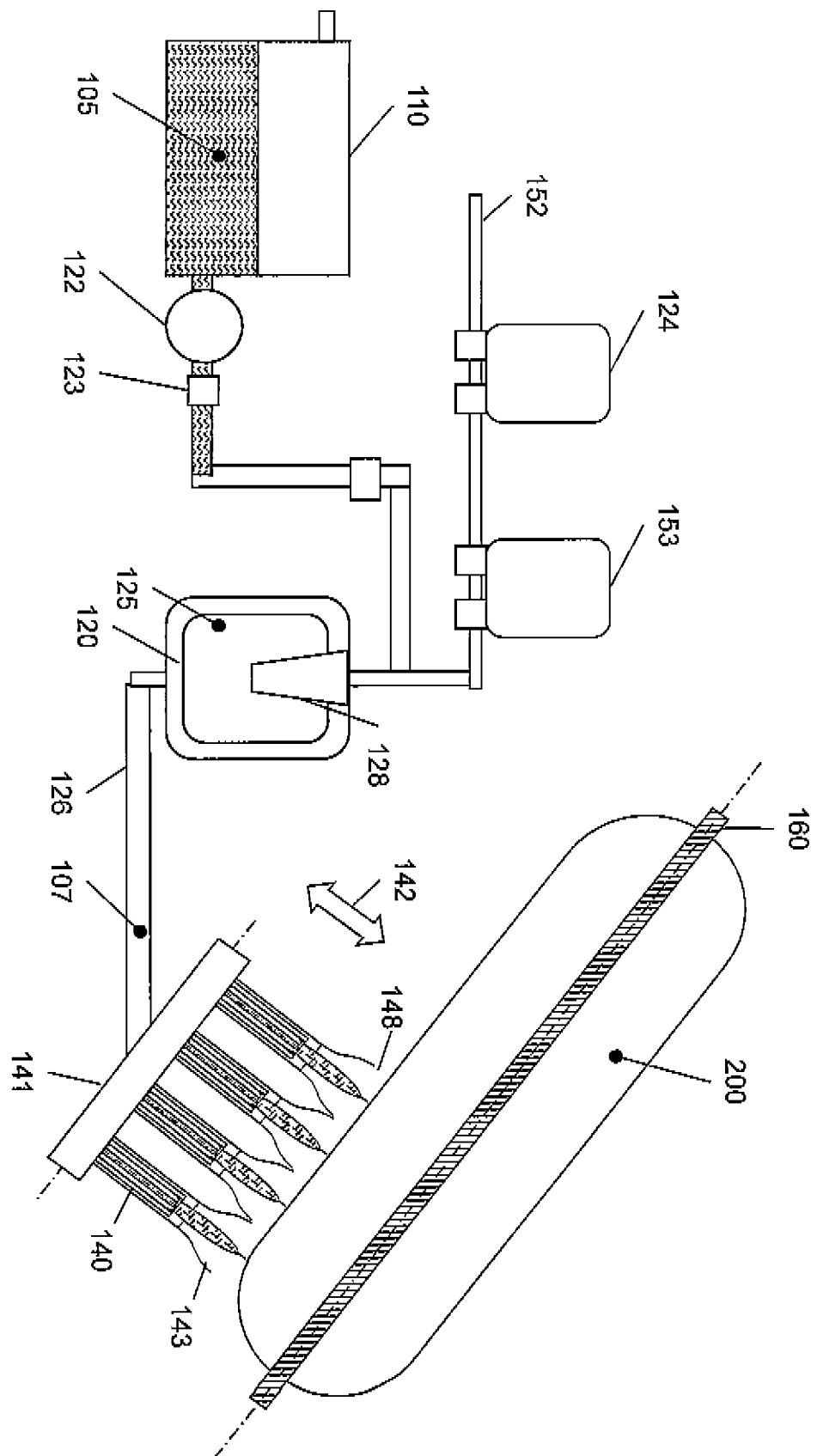


Fig. 1

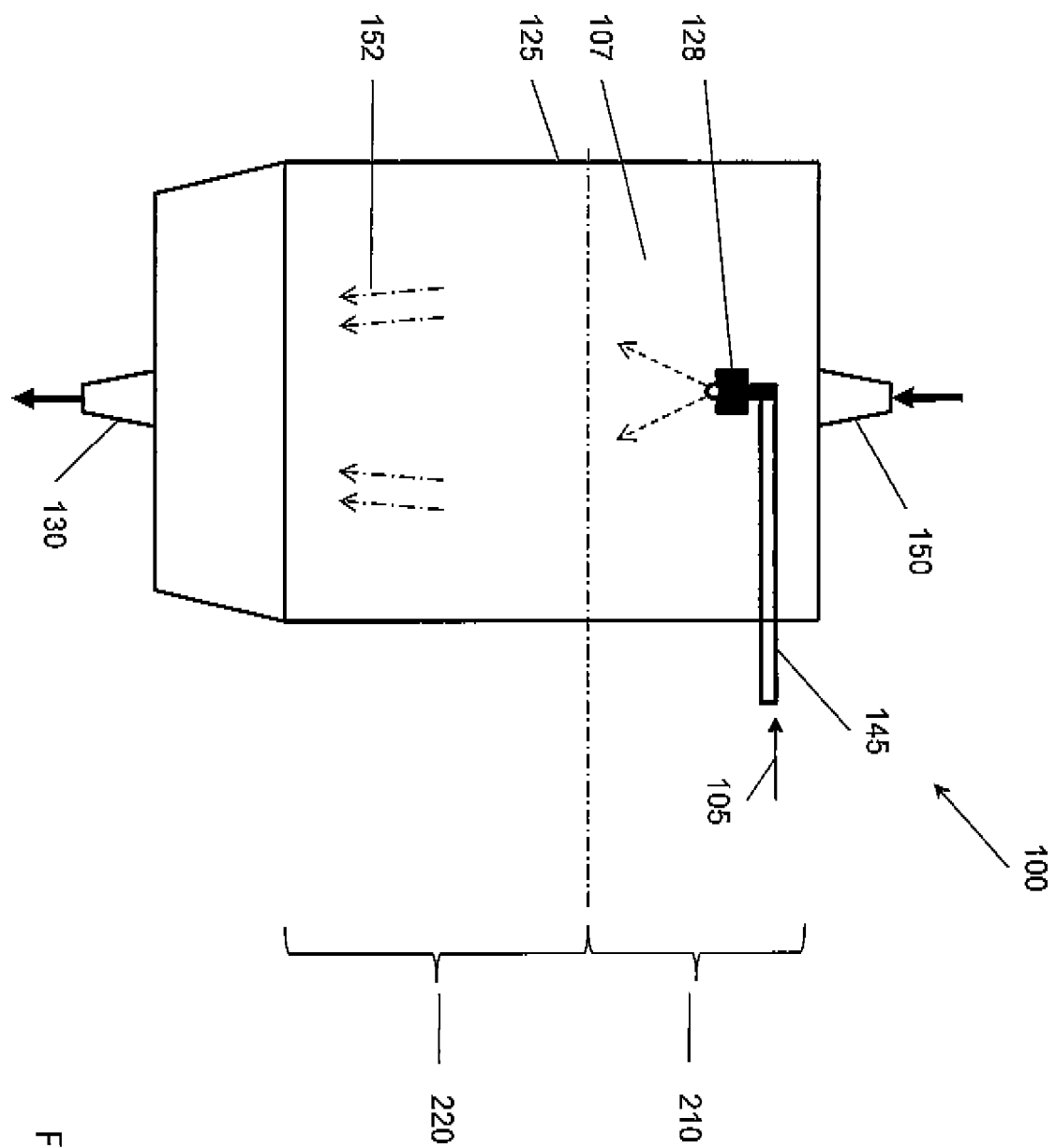


Fig. 2

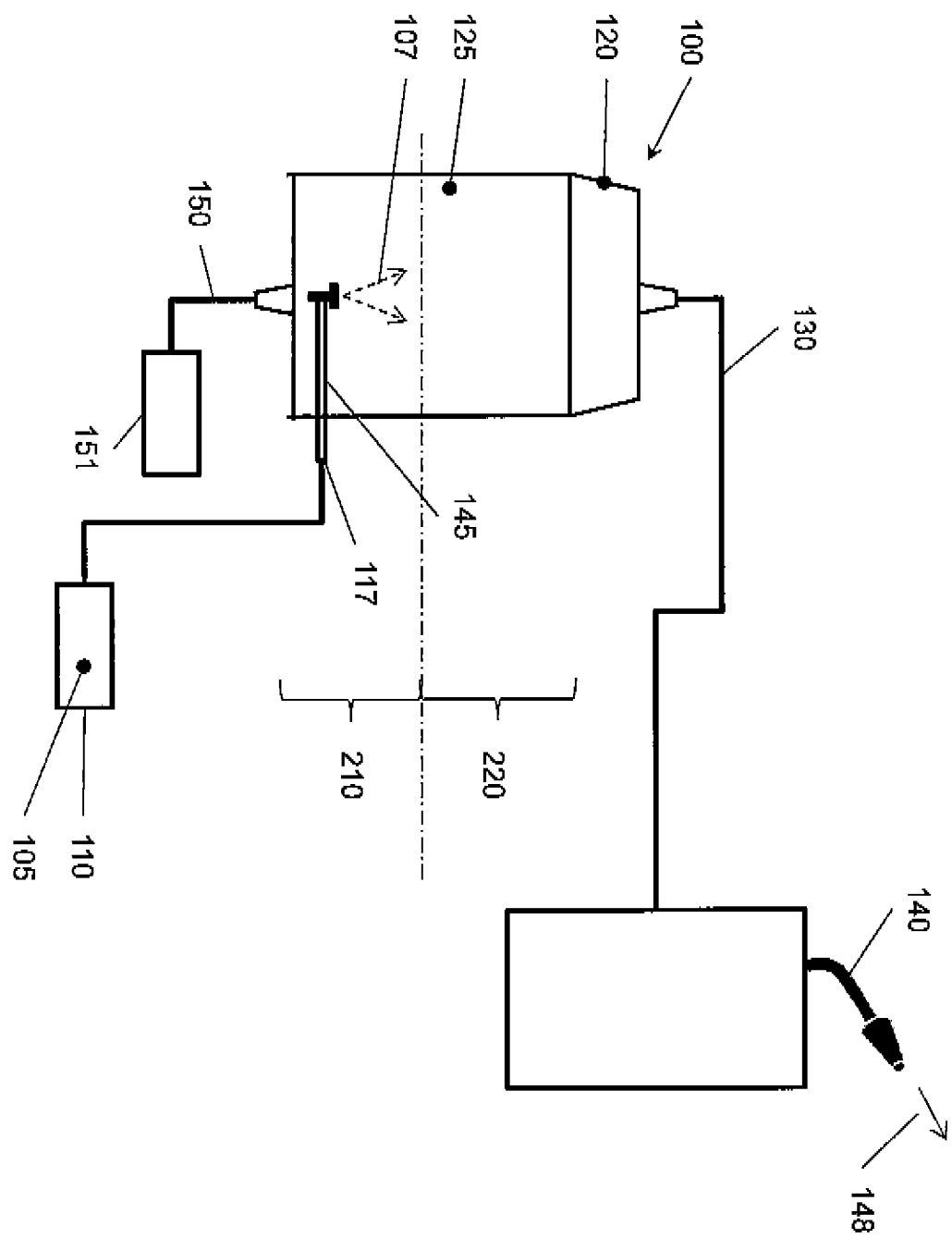


Fig. 3