

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl.⁴

C03B 37/012



[12] 发明专利申请公开说明书

[11] CN 85 1 08825 A

CN 85 1 08825 A

[43]公开日 1986年7月16日

[21]申请号 85 1 08825

[22]申请日 85. 11. 4

[30]优先权

[32]84. 11. 7 [33]荷兰(NL) [31]8403380

[71]申请人 飞利浦光灯制造公司

地址 荷兰艾恩德霍芬·格陵纽沃德路1号

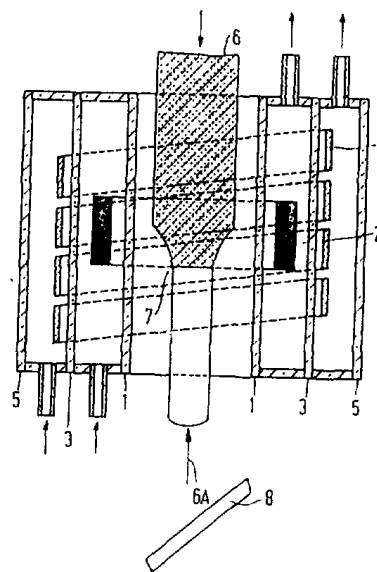
[72]发明人 威廉穆斯·科尼利厄斯·皮特勒斯·马
丽亚·米尔曼

[74]专利代理机构 中国专利代理有限公司
代理人 陶令霭

[54]发明名称 主要成分为二氧化硅材料的预制多孔体的致密方法和装置

[57]摘要

以 SiO_2 为主要成分的材料制成的多孔体,通过使高温区经由多孔体进行加热。高温区是利用光的辐射形成的,这种光的波长可被多孔体的多孔部分吸收,而不被多孔体的致密部分吸收($\lambda < 3$ 微米)。致密装置最好围绕进行致密的多孔体(6)安有转动的辐射源(2)。



北京市期刊登记证第1405号

242/8601485/12

权 利 要 求 书

1、一种进行以 SiO_2 为主要成分的预制多孔体材料致密的方法，使高温区通过多孔体，而成为透明玻璃体，其特征在于该方法采用波长小于透明玻璃吸收波长的红外射线进行致密，辐射源和多孔体彼此相对移动，可提供防止多孔体不被致密或致密后由于对流和/或受红外线（其波长为透明玻璃的吸收波长）加热的方法和装置。

2、按权利要求 1 的方法，其特征在于多孔体是分区用波长小于约 3 微米的射线照射。

3、按权利要求 1 的方法，其特征在于进行致密过程中，在多孔体和辐射源之间设有石英玻璃屏蔽。

4、按权利要求 3 的方法，其特征在于向进行致密用的辐射源所在空间通入惰性气体或使之保持真空。

5、按权利要求 4 的方法，其特征在于与待致密多孔体相距较远，并且其中放有辐射源的空间壁是强制冷却的。

6、按权利要求 1 的方法，其特征在于在进行致密过程中，多孔体围绕与高温区垂直的轴转动。

7、按权利要求 1 的方法，其特征在于该方法使用空心圆筒形辐射源，围绕在致密多孔体的周围，进行致密，多孔体与空心圆筒体彼此间以下述方式相关连，即空心圆筒体的轴和多孔体轴相一致，空心圆筒体围绕其轴心旋转，不转的多孔体和空心圆筒体沿着与上述轴心平行的方向彼此相对移动。

8、按权利要求 7 的方法，其特征在于将进行致密的多孔体放在石英玻璃导管中，多孔体在其中可以同轴移动，导管安在圆筒形辐射源中心的石英玻璃屏蔽内，熔结面经由多孔体向地面方向移动。

9、按权利要求 8 方法，其特征在于在熔结物体上面自由空间形

成 1 巴以上的压力。

10、本发明装置用于主要成分为 SiO_2 的圆柱形多孔体的致密，包括利用移动高温区经由多孔体的方法，其特征是上述方法包括使用一个空心圆筒形辐射元件，其轴与多孔体轴一致，利用感应加热，并围绕上述轴转动，与多孔体彼此相对移动。

11、按权利要求 8 的装置，其特征是辐射元件为由碳制成的空心圆筒体。

12、按权利要求 8 的装置，其特征是包括一个绕在辐射元件上的射频线圈。

主要成分为二氧化硅材料的预制
多孔体的致密方法和装置

本发明是关于由主要成分为 SiO_2 的材料预制的多孔体致密方法，使高温区通过多孔体而成为一种透明的玻璃。

众所周知，通常将主要成分为 SiO_2 的多孔体在炉中加热可以提高其密度。

该方法的主要问题是致密过程中如何防止玻璃中生成气泡，为此提出采用环形炉使软化面通过多孔体。在此情况下，致密物体不可避免地要受对流加热（例，见西德公布的专利申请 DE-OS 3 24 03 55）。当使用这种方法时，在致密以后仍有小气泡或空腔（空泡）存在。因此该方法中提出，确保气泡充有氮或氢气，在进一步热处理过程中，上述气体可以从玻璃中排出。而空泡则必须通过热处理排除。

采用该方法，如果主要成分是 SiO_2 的话，玻璃在高温下加热一段时间，有可能产生结晶。本发明的目的就是改进提高主要成分为 SiO_2 的预制多孔体密度的方法，采用此法生成的透明玻璃，基本上不需要加热处理。

主要成分为 SiO_2 的材料可以认为是包括过量 SiO_2 和另一些混合物（掺加物）的材料，一般因其成分百分含量不同，可以降低或提高二氧化硅玻璃的折光指数，上述玻璃通常可用于光导纤维。此外，上述材料亦可能是一种只包括 SiO_2 ，并含有一些不可避免的杂质的物质。

本发明目的可通过下述方法达到，该方法的特点是利用波长小于透明玻璃实质吸收的波长的红外射线进行致密，辐射源和多孔体彼此相对移动，这意味着可以防止多孔体未被致密和在致密以后被对流和

／或被透明玻璃吸收波长的红外线所加热。

本发明方法的特点是使用波长小于主要成分为 SiO_2 的透明玻璃实质的可吸收波长（约 < 3 微米）的红外线辐射，本质上是在多孔体上发生反射或散射的地方被吸收。这样，当辐射源和多孔体彼此相对移动，通过急剧上升的高温区时，能够使多孔体密度提高。可以充分排除要放出的气体，因此不需要进行致密多孔体的加热后处理。本发明方法制成的透明玻璃也不需要其它可能产生结晶的方式进行加热。

可以防止多孔体处于非致密条件和致密后被对流和／或透明玻璃可以吸收波长的红外线（ $\lambda > 3$ 微米）所加热，其办法可以包括，例如，在辐射源和进行熔结的物体之间安装透明石英玻璃屏蔽。本发明方法的一种具体装置中，利用辐射源进行多孔体致密，辐射源在多孔体周围，使多孔体每个面都能得到致密，辐射源位于两管之间，内管为石英玻璃管，外管为冷却管。

由于内管是用石英玻璃制作，辐射源发出的波长 $\lambda > 3$ 微米的红外线可以被吸收。在这种情况下，通过管间通入气体可以防止石英玻璃管的温度升高。因此，对流热也被消散。由于装有外管，采用如水强制冷却等方法可获得更好的效果。通入管间的气体可以用不与辐射源发生化学反应的气体，例如，氮、氩或氙气，或其混合气体。如果辐射源不发射 $\lambda > 3$ 微米的射线，则两管间可以抽空。辐射源可以用碳、石墨、氧化锆、钼和钨等制作。辐射元件用电感加热或直流电流加热。

本发明方法特别适用于具有旋转体形外周边的多孔体的致密。这些多孔体可以是空心或实心的圆柱体等，在致密时制成相应的管或棒。

在进行具有旋转体形外周边的多孔体致密时，辐射源最好做成空

心圆筒，全侧向环绕在要致密的物体周围。

尽管多孔体在圆筒形辐射源内，经过小心对准中心，实际上还发现有时致密多孔体加热不均匀。这种加热不均常使致密物体发生翘曲。但是，通过在致密过程中转动致密物体可以相当程度地避免加热不均情况。在致密过程中，调定中心可以通过反射镜直观检查，反射镜安在加热装置的外面，在延长轴线上，与致密物体的轴心成 45° 角。因为物体是转动的，因此，很难直观确定应如何校正与物体中心的偏差。

这个困难可以用本发明的具体办法克服，即使用空心圆筒辐射源，围绕在致密的多孔体周围，多孔体和空心圆筒的轴心彼此一致，空心圆筒围绕其轴心转动，并在与上述轴心平行的方向，作转动的多孔体与空心圆筒彼此相对移动。这个方法使用的装置中，辐射源为空心圆筒形，用射频线圈感应加热。

在致密过程中，进行致密的非转动物体对准中心可以很简便地控制和校正。

在本发明的另一具体办法中，熔结期间的控制和调节可以相应简化。致密的物体置于石英玻璃导向管中，物体在管中轴向移动。通过使用上述导向管，使熔结物体集聚在空心圆筒形辐射源的中心。采用这个办法时，管的内径和熔结物体的直径要彼此相配，以致由于导管和熔结物体之间摩擦的结果，在物体沿着与重力方向相反方向移动过程中，有一种轴向力作用于物体。因此，熔结面通过物体照直角方向向地面移动。这种轴向力可以有效地抑止熔结过程中的翘曲倾向，也不必要在熔结过程中调整空间位置。如果由于某种情况熔结面离开理想位置（理想位置应与熔结物体中心线成直角）时也可采用。在熔结

物体上部空间通入压力 1 巴以上的气体，则可得到额外拉伸的效果。

用所谓溶胶—凝胶法制得的预制多孔体，尤其可以采用本发明的方法进行致密而成为透明的玻璃体。溶胶—凝胶方法即用烷氧基硅烷的醇溶液加水进行凝胶化，然后，生成的凝胶经过干燥和致密（见，例如，Electronics Letters, 10th June, 1982, Vol. 18, N°-12, PP499-500）。

多孔体可以是有掺杂物的 SiO_2 ，例如，掺有 GeO_2 的 SiO_2 。如果使用可以吸收波长 $\lambda < 3$ 微米射线的掺杂物，则辐射源和多孔体之间要设石英玻璃屏蔽，该屏蔽应含有与多孔体同样的掺杂物，掺杂物量应尽可能足够多地吸收不需要的光谱。采用这个方法可达到：在此条件下通过致密制得透明的含有掺杂物的石英玻璃不吸收或基本上不吸收射线。

按照本发明方法，在含有氯或氯化物（例如，亚硫酰氯）的流动气体中进行致密，能够有效地降低羟基的含量。

当然，采用本发明方法也可以分段方式进行，在第一步，多孔体不被致密，而最大限度地在最后一步致密，成为透明的无孔玻璃。采用这种方式，必定能得到含有 0.01 ppm 羟基的玻璃，并且在很多氢存在（不论如何与 SiO_2 连接）的过程制得初产品时。

本发明方法的具体内容将参照附图更详细地说明。附图有：

图 1：本发明方法具体使用的部分装置图；

图 2：固定和校正中心装置图；

图 3：本发明另一方法使用的部分装置图。

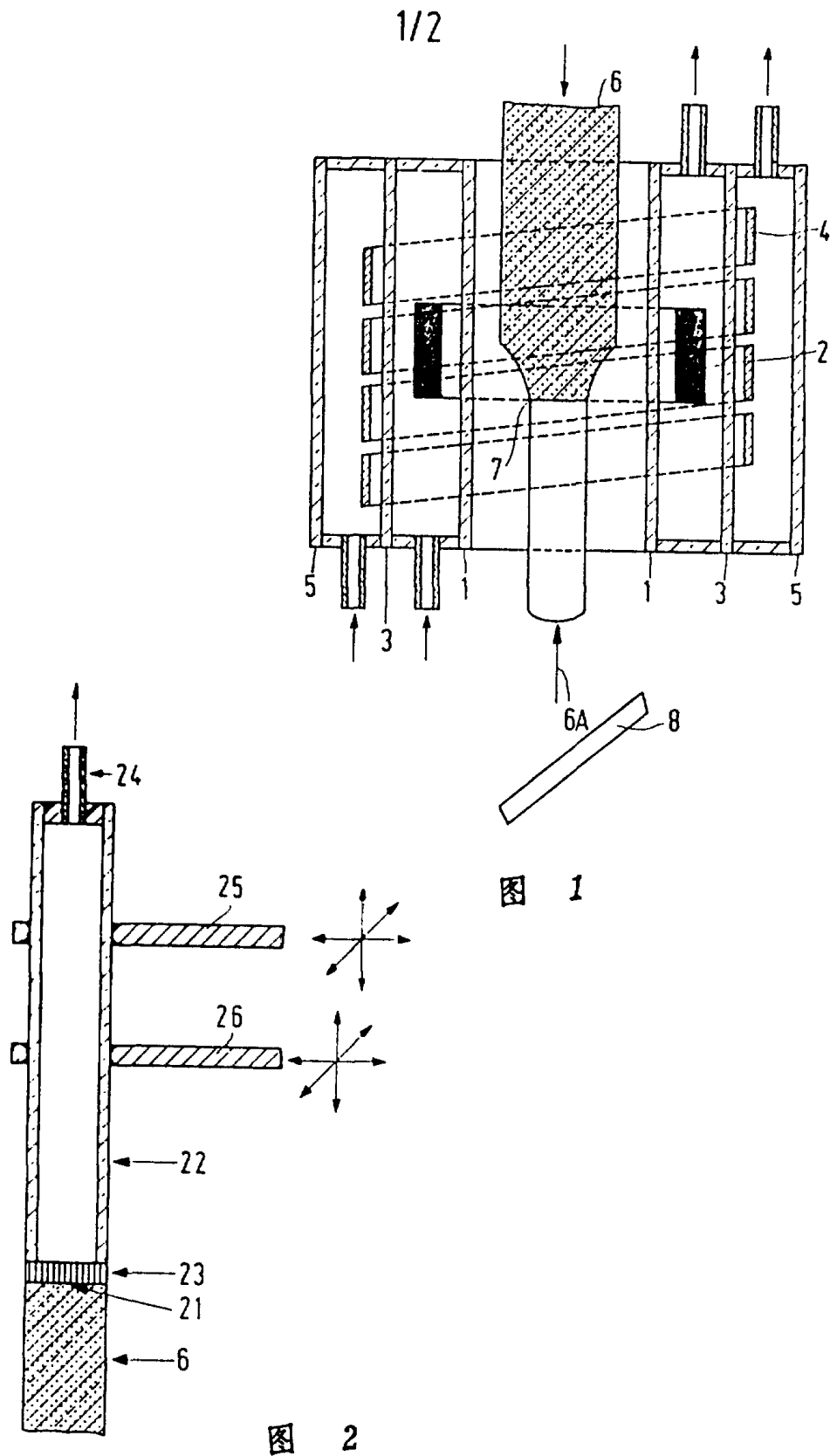
该装置主要由石英玻璃管 1 和可以转动的环形石墨辐射源 2 组成。辐射源 2 位于石英玻璃管 1 和第二根管 3（亦由石英玻璃制作）之间。

环形辐射源 2 实际上是装在管 1 和 3 之间的支架上（图中未划出，以避免图纸复杂化），不吸收或基本上不吸收电场的电能。支架围绕其纵轴（图中未划出）转动。一种惰性气体通过管 1 和 3 之间的空间，其目的，一方面是消散对流热量，另一方面是冷却管 1。环形辐射源 2 利用管 3 和 5 之间的线圈 4 感应加热。在管 3 和 5 之间可以通入冷却剂（如软化水）用于冷却管壁 3。电阻足够高的油（例如，变压器油）也可用作冷却剂。 SiO_2 多孔 预制坯 6 以一定速率装入石英玻璃管 1 内。由辐射源 2 照射的结果生成一个清晰的熔结面。预制坯 6 或透明石英玻璃 6 A 的熔结部分不可能被对流加热，因为对流热量通过管 1 和 3 之间气流与管 3 和 5 之间的冷却剂而消散。透明石英玻璃的 5 A 部分也不能由波长 $\lambda < 3$ 微米的射线加热，因为这种射线，如果辐射源发出时就被石英玻璃管 1 所吸收。

在实施该方法时（图 2），多孔体 6 首先装上端面 21，端面 21 与，例如，由干燥 SiO_2 凝胶组成的实心圆柱体形的多孔体 6 的轴线垂直。管 2 2，例如玻璃管，压住端面 2 1，而管端与端面 2 1（包括多孔板 2 3）相对，多孔板 2 3 永久地与管 2 2 连接一起。通过出口 2 4，管中抽真空足以支撑多孔体 6 顶住多孔板 2 3。在此方法中，管 2 2 由两个臂 2 5 和 2 6（彼此无关）固定，也可以左右（在图平面上），或前后（垂直于图平面）移动管的固定件。两个臂 2 5 和 2 6，就其上下移动（在图平面上）相关（图中未划出）而言是成对的。多孔体 6 是利用臂 2 5 和 2 6 移动致密面 7 到整个多孔体 6 装入石英玻璃管 1（图 1）。在致密过程中，多孔体 6 和致密部分 6 A 的位置是通过反射镜 8 进行校正的。上述位置，如果必要时，可利用臂 2 5 和 2 6 进行校正。

另一具体方法将参照图 3 进行说明。图 3 是预制多孔体熔结装置部分示意图。相同部分参照前面图 1 和图 2 中同样部件序号。在紧配的石英玻璃管 1 2 中装有直径为 16 毫米的硅胶多孔体 6。该石英玻璃管 1 2 可以与环形辐射源 2 定向。在石英玻璃管 1 2 和管 1 之间通入适当的冷却气体，例如，氮或干燥氮气。一种适当的保护气体，例如，干燥氮气，通过位于石英玻璃管 1 和 3 之间的环形辐射源 2，用于保护辐射源材料不被氧化。冷却水通过石英玻璃管 3 和 5 之间，以及铜管 9 A。管 1 和 1 2 之间用硅橡胶制作的挠性密封 1 0 和 1 1 密封。在操作过程中，通过射频线圈（1 圈，频率 500 KHZ）接入高频电流，辐射源 2 以 200 转/分的速度旋转。使用这种方法，在熔结过程中，尽管不一定需要在与熔结的多孔体 6 中心线呈直角处进行，也可获得稳定、明显的熔结面。无论如何，这对光亮的石英玻璃 6 A 的熔结部分的直线性没有不利影响，所有这些都是由于一种克服多孔体 6 和管 1 2 之间摩擦的力的作用结果。这种力通过熔结部分 6 A 沿着与重力方向相反的方向抽出而起作用。如果在空间 1 3 中的气体压力保持高于大气压力（例如，用氮气，压力在 1~2 巴之间），有助于保持熔结部分 6 A 的直线性。另一方面，也可以使密封 1 0 和 1 1 成刚性结构，并通过改变位置使多孔体 6 的中心对准辐射源 2，或使辐射源 2 位置对准多孔体 6 的中心线。

用此装置可以很简便的方式进行直径 80—100 毫米，长 1—2 米的多孔体致密，变成实心的物体/管或棒。



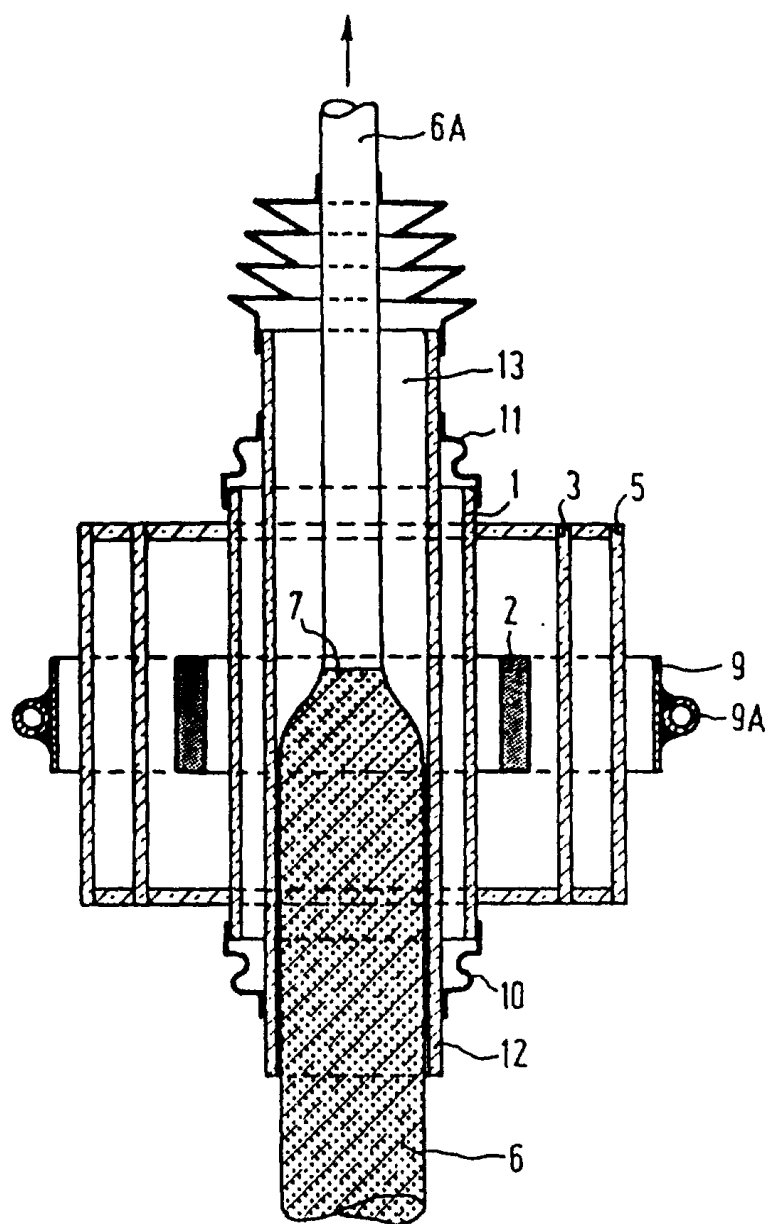


图 3