

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成 17 年 2 月 24 日 (2005.2.24)

【公表番号】特表 2004-500299 (P2004-500299A)

【公表日】平成 16 年 1 月 8 日 (2004.1.8)

【年通号数】公開・登録公報 2004-001

【出願番号】特願 2001-546594 (P2001-546594)

【国際特許分類第 7 版】

C 0 3 B 20/00

C 0 1 B 33/12

C 0 3 B 19/00

C 0 3 B 19/09

【F I】

C 0 3 B 20/00 A

C 0 3 B 20/00 K

C 0 1 B 33/12 Z

C 0 3 B 19/00 B

C 0 3 B 19/09

【手続補正書】

【提出日】平成 15 年 3 月 7 日 (2003.3.7)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

合成 SiO_2 顆粒 (granules) からブランク (blank) を成形し、該成形品をガラス化温度で加熱して石英ガラス物品を作る不透明な石英ガラスの製造方法において、使用する SiO_2 顆粒が、少なくとも部分的に多孔質の SiO_2 一次粒子の集塊からなり、 $1.5 \sim 40 \text{ m}^2 / \text{g}$ の BET 比表面積および少なくとも $0.8 \text{ g} / \text{cm}^3$ の見掛け密度を有する SiO_2 顆粒 (21; 31) であることを特徴とする不透明石英ガラスの製造方法。

【請求項 2】

前記 SiO_2 顆粒 (21; 31) は、 $10 \sim 30 \text{ m}^2 / \text{g}$ の比表面積を有することを特徴とする請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

前記見掛け密度は、 $0.9 \sim 1.4 \text{ g} / \text{cm}^3$ の範囲である請求項 1 または 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

前記 SiO_2 一次粒子は、 $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ の範囲の平均粒径を有することを特徴とする請求項 1 ないし 3 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 5】

前記 SiO_2 一次粒子は、 $0.2 \mu\text{m}$ 未満の平均粒径を有することを特徴とする請求項 1 ないし 3 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 6】

前記 SiO_2 一次粒子は、非晶質であることを特徴とする請求項 1 ないし 5 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 7】

不均一な密度分布、および高密度の外部領域（23；33）によって少なくとも部分的に取囲まれた低密度の内部領域（22；32）を有する SiO_2 顆粒からなる顆粒（21；31）を使用することを特徴とする請求項 1 ないし 6 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 8】

前記外部領域（23；33）は、 $800^\circ\text{C} \sim 1,450^\circ\text{C}$ の温度で焼結することを含む熱処理によって圧密化されることを特徴とする請求項 7 に記載の製造方法。

【請求項 9】

熱処理は、塩素含有雰囲気中での加熱を含むことを特徴とする請求項 8 に記載の製造方法。

【請求項 10】

熱処理は窒素含有雰囲気中で炭素の存在下で $1000^\circ\text{C} \sim 1,300^\circ\text{C}$ の温度で行う加熱を含むことを特徴とする請求項 8 または 9 に記載の製造方法。

【請求項 11】

$150\mu\text{m} \sim 2,000\mu\text{m}$ の範囲の平均粒径を持ち、 $100\mu\text{m}$ 以下の粒子を回避した粒子から作られた SiO_2 顆粒を使用することを特徴とする請求項 1 ないし 10 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 12】

回転軸（3）に沿って延びている内面（9）を有するブランク（1）が成形され、このブランク（1）はガラス化前面（10）が内面（9）から外側に進行するように加熱されることを特徴とする請求項 1 ないし 11 の何れか 1 項に記載の製造方法。

【請求項 13】

前記ブランク（1）を回転軸（3）の周りに回転させ、前記内面（9）からアーク（7）により約 $1,900^\circ\text{C}$ のガラス化温度に区域ごとに加熱することを特徴とする請求項 12 に記載の製造方法。

【請求項 14】

SiO_2 一次粒子の少なくとも部分的に多孔質の集塊から形成された請求項 1 ないし 13 の何れか 1 項に記載の製造方法を実施するための SiO_2 顆粒であって、 $1.5\text{m}^2/\text{g} \sim 40\text{m}^2/\text{g}$ の BET 比表面積および少なくとも $0.8\text{g}/\text{cm}^3$ の見掛け密度を有することを特徴とする顆粒。

【請求項 15】

$10\text{m}^2/\text{g} \sim 30\text{m}^2/\text{g}$ の BET 比表面積を有することを特徴とする請求項 14 に記載の顆粒。

【請求項 16】

その見掛け密度が $0.9\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.4\text{g}/\text{cm}^3$ であることを特徴とする請求項 14 または 15 に記載の顆粒。

【請求項 17】

前記 SiO_2 一次粒子は $0.5\mu\text{m} \sim 5\mu\text{m}$ の平均粒径を有することを特徴とする請求項 14 ないし 16 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 18】

前記 SiO_2 一次粒子は $0.2\mu\text{m}$ 未満の平均粒径を有することを特徴とする請求項 14 ないし 16 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 19】

低密度の内部領域（22；32）が高密度の外部領域（23；33）によって少なくとも部分的に取囲まれて、集塊は不均一な密度分布を有することを特徴とする請求項 14 ないし 18 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 20】

前記内部領域（32）は中空空間を含むことを特徴とする請求項 19 に記載の顆粒。

【請求項 21】

前記 SiO_2 顆粒の比表面積および見掛け密度は $800^\circ\text{C} \sim 1,350^\circ\text{C}$ の範囲の温

度で焼結することを含む熱処理によって設定されることを特徴とする請求項 1 4 ないし 2 0 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 2 2】

前記一次粒子は窒素含有表面層を有することを特徴とする請求項 1 4 ないし 2 1 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 2 3】

5 ~ 2 0 重量 p p m のレベルにアルミニウムでドーブした SiO_2 顆粒からなることを特徴とする請求項 1 4 ないし 2 2 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 2 4】

アルミニウムドーパントは微細に分布したナノスケールの Al_2O_3 粒子の形で存在することを特徴とする請求項 2 3 に記載の顆粒。

【請求項 2 5】

前記顆粒 (2 1 ; 2 2) は丸い SiO_2 粒子からなることを特徴とする請求項 1 4 ないし 2 4 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 2 6】

前記顆粒は押出物 (E x t r u d a t) として形成されていることを特徴とする請求項 1 4 ないし 2 4 の何れか 1 項に記載の顆粒。

【請求項 2 7】

$1.5 \sim 40 \text{ m}^2 / \text{g}$ の B E T 比表面積および少なくとも $0.8 \text{ g} / \text{cm}^3$ の見掛け密度を有し、 SiO_2 一次粒子の少なくとも部分的に多孔質の集塊から形成された合成 SiO_2 顆粒 (2 1 ; 3 1) の不透明石英ガラス領域を有することを特徴とする石英ガラス製物品。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 1 1】

その大きな細孔容積により、顆粒は $1.5 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 40 \text{ m}^2 / \text{g}$ の B E T 比表面積を有する点で特徴付けられる。したがってこの比表面積は外面積として現われるのではなく、主に細孔チャネルの形の内面積として現われる。出発体のガラス化の間、細孔容積の大部分は焼結および崩壊により閉じられる。しかしながら、先に開放されていた細孔チャネルから非常に多数の微細な閉じられた細孔が残っている。入射光はこの閉じられた細孔によって拡散され、不透明度または低い透過性をもたらす。その大きな表面積は、ガラス化の間に ガス状酸化ケイ素 (SiO) が生成するのに好ましいものであり、閉じられた細孔中に捕捉されたガスはもはや出ることができないので、小さな細孔の崩壊を阻止する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 1 2】

したがって、不透明度を得るためには、初めに述べた既知の方法の場合のように、ガラス化時に揮発する材料を添加する必要はない。結果として、このような添加剤の使用に伴って協働する汚染物質を回避することができる。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 3 1 】

$10 \text{ m}^2 / \text{g}$ から $40 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲の比表面積（BET法による）を有する SiO_2 顆粒は本発明の方法において使用するのに特に適していることが実証された。従って石英ガラスの不透明度に関しては、密度が高く、また同時に失透性が低い場合に良好な結果が得られる。見掛け密度に関しては、 $0.9 \text{ g} / \text{cm}^3$ から $1.4 \text{ g} / \text{cm}^3$ の範囲が特に有効である。

【 手続補正 5 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 3 2 】

好ましくは SiO_2 一次粒子は $0.5 \mu\text{m}$ から $5 \mu\text{m}$ の平均粒径を有している。このような一次粒子はいわゆるゾル - ゲル法で有機ケイ素化合物から得られる。代替的かつ同様に好ましくは $0.2 \mu\text{m}$ 未満の平均粒径を持つ SiO_2 一次粒子が存在する。このような焼成一次粒子は無機ケイ素化合物の火炎加水分解または酸化によって作られる。

【 手続補正 6 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 2 】

このような物品は、 $1.5 \text{ m}^2 / \text{g} \sim 40 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲の BET 比表面積および少なくとも $0.8 \text{ g} / \text{cm}^3$ の見掛け密度を有する合成 SiO_2 顆粒から作られ、少なくとも部分的に多孔質の一次粒子から作られた不透明石英ガラス領域を有している点で特徴付けられる。