

四、中文發明摘要（發明之名稱：

不透明合成石英玻璃所製組件的
製造方法，以及由此方法所製得
的石英玻璃管

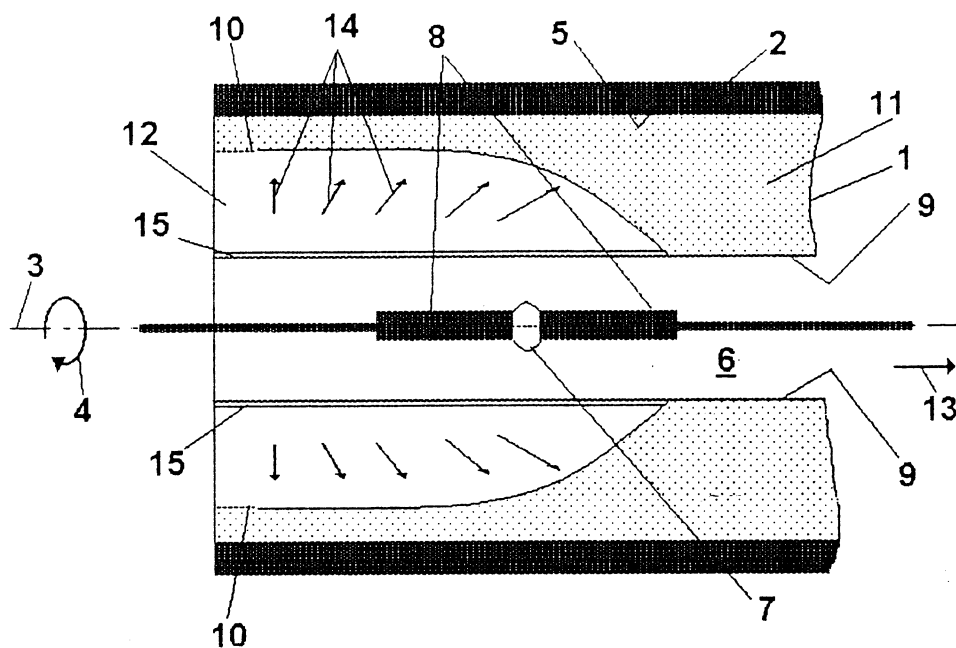
本發明係相關於一種不透明合成石英玻璃組件製造方法，及前述的製程所製造的石英玻璃管。為了使不透明石英玻璃製的特別是薄壁管或管件組件能低成本生產，及具有高化學純度及高精確度尺寸產品特徵，本發明建議 a) 供應高純度合成二氧化矽粒狀形態材料之起始材料，至少部分由多孔性二氧化矽原粒子之黏聚粒組成，具有不少於 0.8 g/cm^3 之緻密體密度； b) 充填粒狀材料於模型中並經一熔化製程轉化成預成形不透明石英玻璃； c) 將預成形石英玻璃經再成形熱處理即製得不透明石英玻璃製組件。一種石英玻璃管，特別是適用於半導體生產者，依據此製造程序將合成石英粒狀材料配合鋰含量不超過 100 wt. ppb 及組件管壁厚在 $0.5 \sim 15 \text{ mm}$ 為其特徵。（圖 3）

英文發明摘要（發明之名稱：**Method for Manufacture of a Component made of Opaque Synthetic Quartz Glass, and Quartz Glass Tube Manufactured according to the Method**

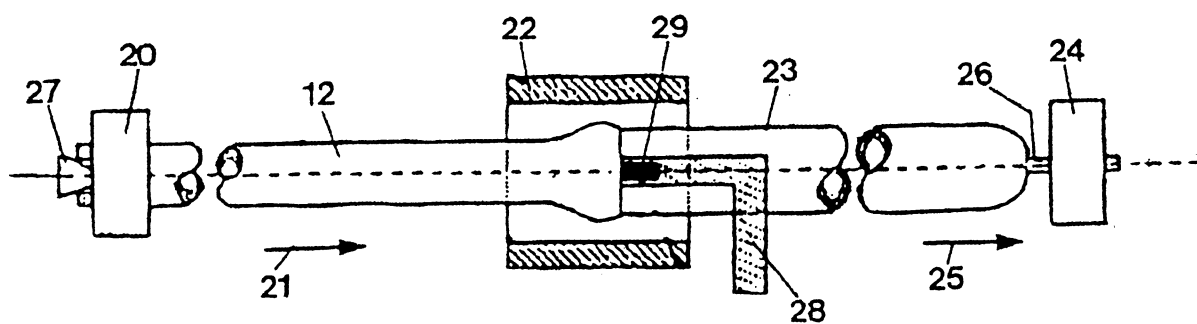
The invention relates to a procedure for manufacture of a component made of opaque synthetic quartz glass, and a quartz glass tube manufactured according to said procedure. To enable low-cost production of components, especially of thin-walled tubes or tube sections, made of opaque quartz glass and characterized by high chemical purity and high dimensional accuracy, the invention proposes (i) to provide a starting material in the form of granulated material of highly pure, synthetic SiO_2 consisting of at least partially porous agglomerates of SiO_2 primary particles with said granulated material having a compacted bulk density of no less than 0.8 g/cm^3 , (ii) to fill the granulated material into a mold and convert it to an opaque quartz glass preform through a process of melting, and (iii) to reshape the preform in a heat reshaping process to obtain a component made of opaque quartz glass. A quartz glass tube, especially one suitable for use in semi-conductor production, manufactured in accordance with this procedure shall be characterized by it being made of quartz glass consisting of a granulated material of synthetic SiO_2 with a lithium content of no more than 100 wt-ppb , and the wall thickness of said component being in the range of 0.5 mm to 15 mm . (Fig. 3)

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

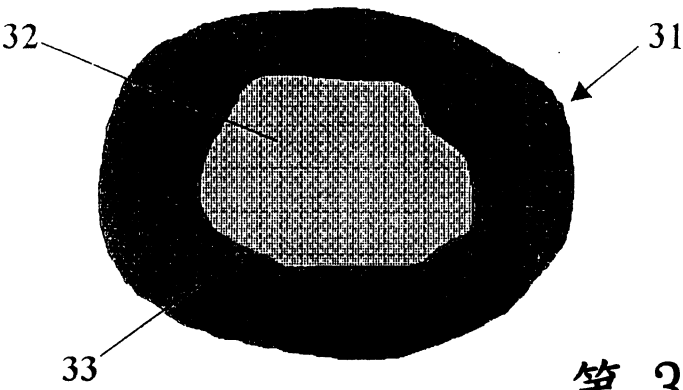
訂



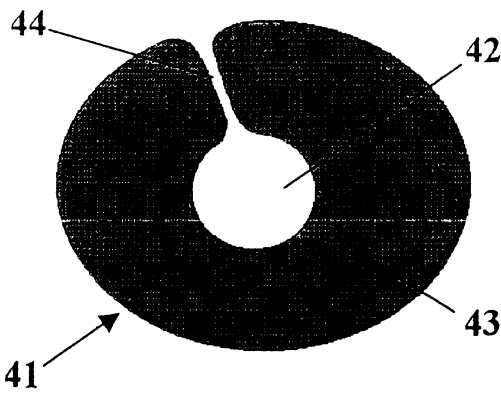
第 1 圖



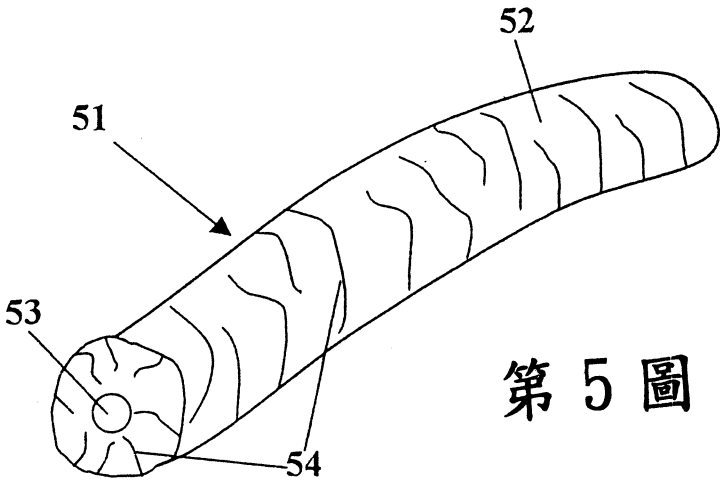
第 2 圖



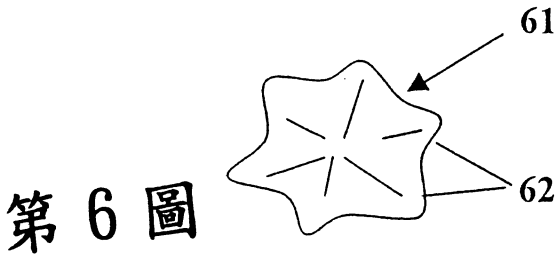
第 3 圖



第 4 圖



第 5 圖



第 6 圖

申請日期	90 年 4 月 19 日
案 號	90109389
類 別	C03B ¹⁹ / ₁₀ , C03C ¹ / ₀₂

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	不透明合成石英玻璃所製組件的製造方法，以及由此方法所製得的石英玻璃管
	英 文	Method for manufacture of a component made of opaque synthetic quartz glass, and quartz glass tube manufactured according to the method
二、發明 人	姓 名	(1) 烏多·傑帝格 Gertig, Udo (2) 約翰·雷斯特 Leist, Johann (3) 渥查德·維德克 Werdecker, Waltraud
	國 籍	(1) 德國 (2) 德國 (3) 德國
	住、居所	(1) 德國約翰尼斯堡溫吉特路五十號 Am Wingert 50, 63867 Johannesberg, Germany (2) 德國阿特史達特布雷特路一三號 Breite Schneise 13, 63674 Altenstadt Germany (3) 德國漢諾史亨伯街八〇 Schonbornstrasse 80, 63456 Hanau, Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 信越石英股份有限公司 信越石英株式會社 (2) 赫里斯果斯克來斯有限兩合公司 Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG (1) 日本 (2) 德國 (1) 日本國東京都新宿區西新宿一丁目二二番二號 (2) 德國漢諾果爾斯街 Quarzstrasse, 63450 Hanau, Federal Republic of Germany (1) 松崎浩 (2) 傑哈德·維斯米爾 Vilsmeier, Gerhart
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 信越石英股份有限公司 信越石英株式會社 (2) 赫里斯果斯克來斯有限兩合公司 Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG
	國 籍	(1) 日本 (2) 德國 (1) 日本國東京都新宿區西新宿一丁目二二番二號 (2) 德國漢諾果爾斯街 Quarzstrasse, 63450 Hanau, Federal Republic of Germany

申請日期	90 年 4 月 19 日
案 號	90109389
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書 新 型		
一、發明 新型 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(1) 海默特·雷柏 Leber, Helmut
	國 籍	(1) 德國
		(1) 德國漢諾佛肯林八號
	住、居所	Falkenring 8, 63454 Hanau, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

承辦人代碼：

A6

大類：

B6

IPC分類：

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號:
德國 2000 年 4 月 20 日 10019693.4

· ☐有 ☐無主張優先權
☒有主張優先權

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

五、發明說明 (1)

發明領域：

本發明係相關於一種不透明合成石英玻璃組件製造程序。此外，本發明又係相關於根據前述的方法製造石英玻璃管。

發明背景：

石英玻璃管、棒、鑲板及板塊等或當半成品或當成品物品，在熱工程應用上是非常重要的組件。其中，良好的熱絕緣與高溫穩定性及熱疲勞阻抗是絕對必要的。尤其半導體工業上之應用，對所用不透明石英玻璃管及組件之純度要求更多。如熱反應器、擴散管、熱屏蔽、熱錐或熱輪等只為少數之例子，這些應用主要在光譜之紅外線帶，才需要使用不透明之玻璃組件。出現在低純度石英玻璃之雜質，為造成玻璃不透明之原因。無論如何，從純的起始材料製造之石英玻璃是透明的，它必須以人工導入孔於玻璃中使其不透明。

鑑此，未加工不透明體經再成形熱處理製造薄壁不透明石英玻璃管或管件，示出難以輕視的問題。因為這些非常薄之薄壁管或管件，其在再成形熱處理，尤其使用高純度起始材料製造時，很容易變成透明。本發明係關於組件之製造，最重要的是從純的起始材料製造不透明石英玻璃之薄壁管。

描述於 E P - A 1 8 1 6 2 9 7：從純的起始材料製造不透明石英玻璃之方法，提出以平均粒子尺寸

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (2)

300 μ m 之合成二氧化矽粒子與氮化矽粉末添加劑配製之粉末混合物，經熔化後即產出不透明石英玻璃。混合物熔化時，氮化矽粉末熱分解會釋放出粉末混合物之氣體成份如氮，因此氣體成份便在軟化的石英玻璃中產生孔隙，而提供了成形體所期望的不透明。成形體之製造是將粉末混合物置入襯以石墨毯之石墨模型中，並在溫度1800℃真空之高溫電爐加熱而成。粉末混合物熔化時，軟化前峰及熔化之石英玻璃從模壁呈放射狀移向模心而產生所謂的“熔化前峰”。

任何污染出現均能導致石英玻璃之失玻璃化作用，而產生易脆及減低熱疲勞阻抗之結果。殘留添加劑亦能負面影響石英玻璃之品質，不均勻之孔分佈亦有害的。玻璃化作用可能有孔成長程序相伴隨，其中大孔隙之成長對小孔隙者不利。無論如何，大孔隙對不透明之貢獻較少，導致不透明石英玻璃之密度較低，及減低機械之穩定性與石英玻璃成形體之使用服務壽命。

石英玻璃管成形體之製造是耗工、費時的，特別是需要高精確度尺寸時，通常高精確之管壁厚度是所有應用之必要條件，因其中另有組件以熔化而附加於石英玻璃管上。

本發明係基於工作目標提供製造便宜組件之方法，尤以不透明石英玻璃製造之薄壁管或管件，其特徵為具有高化學純度及高精確度尺寸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(3)

發明概述：

本發明亦基於工作目標提供以前述方法製造之石英玻璃管，特別為半導體之生產而使用。

提供一種製造不透明石英玻璃組件方法之職責，解決製程包含下列步驟：

a) 提供高純度合成二氧化矽粒狀形態材料之起始材料，至少部分由多孔性黏聚粒之二氧化矽原粒子組成，具有不少於 0.8 g/cm^3 之緻密體密度；

b) 導入粒狀材料於模型中並經一熔化程序，製造預成形不透明石英玻璃；

c) 將預成形石英玻璃經再成形熱處理，即形成不透明石英玻璃組件。

根據本發明製程中留下在高溫時至少兩個處理步驟（以下稱為「熱處理步驟」或「熱再成形處理」）。上述步驟 b) 及 c) 中，起始材料及從起始材料所製之成形體分別受到高溫處理的。根據本發明製程，其特徵為事實上純石英玻璃製不透明組件是在上述「熱處理步驟」後所製成，甚至於從高純度起始材料而得，二次「熱再成形處理」則提供調整不透明組件在高精確度尺寸要求下，最終尺寸所期望價值的一個低成本機會。此主要相關於壁厚、管形組件之內外徑及棒形組件之外徑。

根據本發明製程主要之首要事物在用到製造程序 a) 有關高純度合成二氧化矽所製粒狀形態材料之起始材料，為本發明目的適用之高純度二氧化矽起始材料，其總污染

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (4)

物含量諸如鋰、鈉、鉀、鎂、鈣、鐵、銅、鉻、錳、鈦及鋅等是低於 $1 \text{ wt.} - \text{ppm}$ ，關於此點，添補劑並不考慮算作污染物。

粒狀材料至少部分由多孔性黏聚粒之二氧化矽原粒子組成，具有不少於 $0.8 \text{ g} / \text{cm}^3$ 之緻密體密度，此形原粒子能以火焰水解作用或矽化合物之氧化作用而製得，有機矽化合物之水解作用與所謂的溶膠－凝膠程序或在溶液介質之無機矽化合物的水解作用。雖然此等方法之一製造的原粒子，其特點為高純度，由於它們的低體密度使它們難以操縱，因此，普通以成粒作用製程方式將此材料壓縮。成粒作用會導致細的原粒子形成大直徑的黏聚粒。為使依本發明製程能成功起見，當粒狀材料熔化時氣體被陷捕於材料中是絕對必須的，其需要有某種程度的孔隙度，使其能在各個黏聚粒子內部給與或開放的或關閉的孔隙空間，在預成形熔化製程中，當燒結及崩解步驟時，現存的孔隙空間是關閉的。然而，先前開放的孔隙通道，是轉變成大多數細小關閉的孔隙空間，使它能背散射紅外線輻射，如此亦傳遞其高紅外線不透明度。所需不透明度亦能以帶有粗糙表面構造顯出表面裂隙之黏聚粒組成的粒狀材料，導入石英玻璃而成。在熔化製程中，這些裂隙形成孔隙空間能陷捕氣體，因此在預成形體形成關閉的孔，此等細小關閉的孔，將入射光散射而使預成形體變不透光。

歸根究底，當玻璃化作用時不需要加添加劑或揮發性而產生不透明，誠如上述已知製程所做，結果沒有因加添

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (5)

加劑介入污染物於石英玻璃之危機。

在不少於 0.8 g / cm^3 之緻密體密度下，二氧化矽粒狀材料置入模型中製成預成形體，緻密體密度則根據 DIN ISO 787 Part 11 量測粒狀材料之孔隙率即可算出。

不透明石英玻璃製之預成形體為粒狀材料經熔化製程製成，為達此目的，將粒狀材料置入模型中經加熱及熔化，當粒狀材料正當在熔化製程前、後能加入時，製得不透明合成石英玻璃之預成形體是極重要的。此預成形體通常保有圓柱形，但是自此圓柱形偏差向球形或圓錐形時，則與本發明製程技術之成功與否並不相關。在預成形熔化製程完成前，至少部分預成形體出現如一層的粒狀材料或長大的粒狀材料，為了簡便起見此中間狀態亦稱為「預成形」。

任何製程步驟後諸如預成形體外表經清洗或平滑，預成形體並受再成形熱處理，其在高準確度尺寸下製出理想的不透明石英玻璃組件。再成形熱處理可行抽製處理或以其他形態、工具或重力使軟化預成形體之再成形，組件如管、棒、鑲板及板塊等能如此製造。預成形體再成形處理成組件時亦能以數製程步驟處理，預成形體在首次熱處理步驟時製成不透明石英玻璃組件，並至少增加一次熱處理步驟，此為必須的、因為此組件獲得它指定的最終尺寸不會早於增加之熱處理步驟。結果此組件可被製造出高準確度之最終尺寸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

裝

五、發明說明 (6)

本發明製程已證實特別適於製造管或管節形狀之不透明石英玻璃組件。為此目的，預成形體從模型移出及送入加熱區前將其外表施以機械處理之，其時它開始自一端軟化漸進至另一端，在那，預成形體以伸展及頂吹方式再成形為不透明石英玻璃管。此程序特別適合於製造低壁厚度及嚴格直徑容忍之薄壁管，此形之管及管節的壁厚範圍為 $0.5 \sim 1.5 \text{ mm}$ 。

熱處理步驟後，其預成形體係由粒狀材料經熔化製程而製備，此預成形體至少再增加一次熱處理步驟，即趨軟化、伸展及頂吹方式成為薄壁之不透明石英玻璃管。此程序之一個特色為不管是否使用高純度起始材料，均可製得不透明石英玻璃管，這在製造薄壁管上特別重要，經由所描述之熱處理步驟，其製得顯示高準確度尺寸之最終不透明石英玻璃管，不會早於增加熱處理步驟前。

為製得上述具有特色之不透明石英玻璃管主要必要條件，照本發明製程 a) 使用起始材料製備預成形體時，它包含高純度合成二氧化矽之粒狀材料。

預成形體從模型移出，至少預成形體部分外表需施以機械處理（如圓柱形預成形體圓柱外表面），將任何疏鬆吸附在外表之材料去除後，使表面平滑之。盡可能使它的外表平滑，如此有利於隨後製程步驟中高品質表面產品之生產。

預成形體經此處理後從模型移入加熱區，其時它開始自一端軟化漸進向另一端，在此製程，預成形體以伸展及

五、發明說明 (7)

頂吹方式再形成爲不透明合成石英玻璃構成之薄壁管，此伸展及頂吹亦可能經數次製程。重要的是預成形體在首次再成形熱處理能製成不透明石英玻璃管，並具高準確度尺寸特色者，至少隨後需經加一次再成形熱處理製程。依本發明製程首先爲有利於低成本自合成起始材料製造高純度不透明石英玻璃管，而在各案均有薄壁產品製得。

本發明鑑此，薄壁石英玻璃管將被定義爲管壁厚約 1.5 mm 或更小（薄），薄壁不透明石英玻璃管是用以製造高純度半導體材料加工組件。

因爲它的注澆性及良好的處理性質，粒狀材料組成之起始材料具有緻密體密度範圍爲 0.9 ~ 1.4 g / cm³，並證實特別適於該應用，尤其用在紅外線光譜部分，而產出不透明石英玻璃之優良成果。

與緻密體密度相似，粒狀材料之比表面是以量測粒狀材料或黏聚物之孔隙度而得。特別適合於本發明製程目的者爲二氧化矽粒狀材料具有 1 m² / g ~ 40 m² / g（BET 方法）比表面，較佳者爲 10 ~ 30 m² / g。粒狀材料之比表面是由此材料之大孔間隙所成，如此反映由孔隙通道所成之內部表面較外表面更爲主要。與孔間隙相關連之作爲，即大的比表面有利於玻璃化作用時，氣態的一氧化矽之形成，它可防阻小孔之崩潰，因爲氣體被陷捕於關閉之孔隙中而不易逸出。結果，一種純不透明石英玻璃如此製得，其特徵爲均勻的孔分佈、高的密度、足夠高的黏度及低的失玻璃化作用傾向，此型不透明石英玻璃製

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (8)

之石英玻璃管，其特色為優良的熱絕緣性質及在高溫使用服務壽命長。

特別針對薄壁管，在隨後之再成形熱處理前，應用結晶誘導物質於預成形體之外表面時，熱穩定性能更為增加。為了有開放孔外表面有利於穩定物質之穿透及固定，證實特別適於含有液態鋁物質（諸如硝酸鋁或氫氧化鋁）之噴射。在隨後之再成形熱處理時，物質之結晶核心形成，此物質被固定於開放孔之外表面，利於結晶作用區之迅速成長，結晶作用區給與熱穩定效果，其可有效防止在高溫使用組件早期，發生所謂的凹曲，及增加使用服務壽命。此針對薄壁組件而言，特別重要。

二氧化矽粒狀材料之比表面，是依據 B E T 方法程序量測而來（D I N 6 6 1 3 2）。

程序中較佳變數係為二氧化矽原粒子之平均粒徑範圍是 $0.5 \sim 5 \mu m$ 或低於 $0.2 \mu m$ 。前者可依所謂的“溶膠－凝膠”製程，用有機矽化合物水解而製得原粒子，至於出現在火成原粒子粒徑低於 $0.2 \mu m$ 者，則以火焰水解作用或無機矽化合物氧化作用而產出。在本發明製程中產製此等原粒子混合物亦是可行，從沈澱矽酸製得原粒子亦可用，原粒子之無晶形構造在玻璃化作用時，使出其低的失玻璃化作用傾向。

製程之兩個變數中，有特色的為原粒子有一個大的自由表面，以多數此型粒子經物理或化學的結合力之黏聚作用，可達成本發明目的之適用粒狀材料的生產。粒化作用

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明(9)

可能被通常習知之製程所影響，特別是製粒（濕式粒化製程）、噴射乾燥或懸浮體之壓粒化作用（擠出）或含有大量原粒子，尤以溶膠－凝膠製程之原粒子，由於此等粒子之大多數均為較佳的球形，故緊密填充於粒狀材料中。自由表面會因鄰近原粒子之表面被接觸而減少；然而，誠如上述，在玻璃化作用過程各個原粒子間可能形成關閉的孔隙，由於使用小平均粒徑低於 $5\ \mu\text{m}$ 之原粒子，因此可得到細的孔分佈。平均粒徑係依據 ASTM C 1070 所測定，即稱為 D_{50} 值。

使用粒狀材料之有利點在於各個單獨的二氧化矽顆粒顯出高密度之外部表面積至少部分包圍低密度之內部表面積形成之不均勻密度分佈。這可使當玻璃化作用時防止氣體全部或部分逃出而被陷捕於內部表面積內，使得孔之形成及得到不透明石英玻璃。較佳者為此內部表面積成中空空間，如此至少部分可從高密度之外部表面積外面分離。

選擇性地或附加地，它較佳者為黏聚物外部表面積佔有裂隙，一高度結構、裂隙的外部表面積，當預成形體生產熔化程序時，亦可使氣體被陷捕而形成孔。此描述形態之表面性質可以擠製生產粒狀材料方式得到，粒狀材料諸如建造顆粒（製粒顆粒）、噴射顆粒及擠製物均證實適用於本發明目的。

使用粒狀材料有利點為黏聚物以 $800 \sim 1350\ ^\circ\text{C}$ 熱處理成預塞滿狀，此熱處理可使緻密體密度及比表面依上述所期望的值調整。在製程中，外部表面積可造成較多

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (10)

孔中空的內部表面積更緻密，如此主要為在玻璃化作用時，材料外部表面積之孔及孔隙通道會萎縮及關閉。為此目的，在外部表面積與內部表面積間初始溫度升降率達到完全平衡前及塞滿動作未完成前，停止及暫緩熱處理。這很容易做到，即以通過顆粒於加熱區並使其在含氮氛圍氣中熱處理，任何形成揮發性含氮化合物之污染物及OH—族均可去除。此不但改善粒狀材料之純度而且增加自粒狀材料產製石英玻璃之黏度，且更進而可減低失玻璃化作用之傾向，含氮氛圍氣能含氮氣及或含氮化合物。

使用二氧化矽粒狀材料更有利點為其組成之黏聚物平均粒徑在100~4000 μ m間，有利於去除黏聚物粒徑小於100 μ m之細小部分。為達此目的，粒徑小於100 μ m顆粒，或自一旦形成粒狀材料時去除，或當生產粒狀材料之際這些顆粒的形成受到壓制時去除。當預成形體生產之熔化製程中，或粒狀材料預塞滿熱處理時，較粗顆粒者溫度升降率是易於建立的，外部表面積更緻密時顆粒內部溫度升降率導致因而密度的升降。如此在熔化製程中有利於孔的形成。相反的，因為它們的小尺寸細小黏聚物顆粒，阻止或甚至於防止前述形態密度升降的形成，結果細顆粒部分對孔之形成無法獻其力。

此種材料所製石英玻璃管之黏度，可以添補5~20wt.-% Al_2O_3 於粒狀材料中而增加。以細粒分佈、奈米級三氧化鋁粒子添補能夠有一均勻分佈之添補劑；為此目的特別以火成製程製造之大比表面積的三氧化鋁粒

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (11)

子，使它特別適合此應用。鋁添補劑亦能以含鋁液體（溶液）方式導入，如硝酸鋁或氯酸鋁溶液之形式。

電光弧熔化不透明石英玻璃而生產預成形體是有利的，其途徑為玻璃化作用前峰自預成形體內部表面移向外面，在中空圓柱形預成形體，此內部表面相當於孔洞內壁。玻璃化作用前峰相界間之完全及部分熔化材料是難以定義的，部分熔化材料仍然含有開放的孔及通道，而完全熔化材料則僅有關閉的孔並無接觸外部表面。預成形體係自內面加熱如此玻璃化作用前峰即從該處經預成形體壁傳達外面。能昇華之污染物即轉移到氣體相並自玻璃化作用前峰前端逐向預成形體多孔區，它們即從那裡逃逸或被吸走。

在此製程已證實使用電弧之優點，預成形體加熱進行自內面傳達外面，至到達玻璃化作用溫度超過 1900°C ，此時預成形體繞它的旋轉軸轉動，以確保預成形體之加熱能均勻，其對防止溫度高峯及密度升降形成是很重要。電弧加熱預成形體曝露在超過 1900°C 溫度，在此高溫下擴散及質量轉移作用會加速，如此污染物（特別是氣體污染物）能有效的以昇華及抽吸去除。

在一較佳程序中使用水平抽拉製程將預成形體再成形為石英玻璃管，水平抽拉製程中，預成形體形狀像中空圓柱體，繞水平方向之縱長軸旋轉，在它緩慢繼續移到加熱區時，在該處對準成形器具吹氣，然在內部超壓影響下繼續抽出。此程序特別適於製造壁厚範圍 $0.5 \sim 1.5 \text{ mm}$ 之不透明石英玻璃管。至少到某程度，管壁厚度亦依已知

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (12)

使用條件下，已知管徑需求之機械及熱穩定性而定。譬如，直徑 250 mm 之管、其壁厚為 5 mm ~ 8 mm。

一可替代但同樣較佳之程序變數，為使用垂直抽拉製程將預成形體再成形為石英玻璃管，此程序亦用形狀像中空圓柱體之預成形體，其縱長軸則為垂直方向地，預成形體繼續移到加熱區時即被軟化，通常不用任何器具而抽成薄壁石英玻璃管。此較佳程序適於製造外徑 50 mm 之、其壁厚小於 4 mm 石英玻璃管。

針對管形不透明石英玻璃組件，上述技術工作可用合成石英配合鋰含量不超過 100 wt. %、管壁厚在 0.5 ~ 1.5 mm 製造之石英玻璃組件而解決。

根據本發明製造之組件，其特徵如下：

- a) 合成石英組成之組件，其特徵通常為它的高純度，尤其是它的 100 wt. % 或更低的低鋰含量。
- b) 薄壁的組件，其壁厚範圍為 0.5 ~ 1.5 mm。
- c) 組件係由不透明石英玻璃組成。

石英玻璃生產中必要條件 a) 及 b) 使製得必要條件 c) 特色（不透明）成為困難，根據本發明製程之首要事務，即利於從不透明高純度石英玻璃製造如此薄壁之石英玻璃管。

因為它們的高純度及不透明，依本製程製造之石英玻璃管特別適用於半導體生產之熱工程應用。根據本發明自此材料製成的組件之非常細小孔分佈，在應用上提供非常好的熱絕緣。不透明組件一邊之局部溫度高峰被石英玻璃

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (13)

之不透明弄平坦，以致於使組件另一邊建立了更均勻之溫度剖面。薄壁之石英玻璃管被用於需要輕重量及高不透明度時用。依本發明製程自預成形體首次再成形熱處理後，至少隨後需經加一次再成形熱處理製程才製成不透明石英玻璃管。或有利於生產低成本自合成起始材料製造高準確度尺寸之高純度不透明石英玻璃管。因為此等石英玻璃管具高準確度尺寸，其他石英玻璃管（尤其是透明石英玻璃管）即能精密地以熔化附加上上述的不透明石英玻璃管。

另一個石英玻璃改善之設計為使它有低於 200 w t . p p b 之低鈉含量、更佳者為 60 w t . p p b ；及低於 200 w t . p p b 之低鉀含量、更佳者為 50 w t . p p b 。由於其鹼金屬污染物含量低，故此型石英玻璃之特徵為它的相對的高黏度。典型地鎳污染含量應低於 10 w t . p p b 。

半導體生產方面應用及熱處理製程時，非常希望使用壁厚 4 ~ 8 m m 之管件。

高溫應用方面，非常期望使用持有穩定化作用層之石英玻璃管，誠如依本計畫製程解釋如上者，一穩定化作用層能在再成形加熱前應用結晶誘導組件於預成形體之外表面。當再成形加熱時，一熱穩定化結晶區型態之穩定化作用層在預成形體之外表面形成，而它可防止高溫應用時組件之凹曲。

圖式簡要說明：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明(14)

本發明將基於實施例及圖幅，驗證如下：圖中

圖 1：中空圓柱體成形，以電弧方式加熱粒狀材料玻璃化作用（溶化）之製程步驟。

圖 2：水平抽拉製程中，以伸展及頂吹石英玻璃圓柱體方式，製造石英玻璃管。

圖 3：根據本發明第一個實施例之二氧化矽顆粒，圖中顯示各個單獨的二氧化矽顆粒之橫剖面。

圖 4：根據本發明第二個實施例之噴射粒狀材料形態的二氧化矽顆粒，圖中顯示各個單獨的噴射顆粒之橫剖面。

圖 5：根據本發明第三個實施例之擠製物形態的二氧化矽顆粒，圖中顯示三度空間鳥瞰。

圖 6：根據本發明另一實施例之擠製物形態的二氧化矽顆粒之橫剖面。

主要元件符號說明

- 1：多孔形體
- 2：金屬模型
- 3：縱軸
- 4：方向箭頭
- 5：內壁
- 6：內鑿孔
- 7：電弧
- 8：電極對

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (15)

9 : 內壁

10 : 玻璃化作用前緣

11 : 開放孔面積

12 : 中空圓柱棒

13 : 移動方向

14 : 方向箭頭

15 : 內部表面層

20 : 餵入設備

21 : 箭頭

22 : 電阻爐

23 : 管

24 : 抽拉設備

25 : 箭頭

26 : 退出棒

27 : 旋轉傳送導路

28 : 水冷式成形顎

29 : 石墨顎

31 : 球形粒狀顆粒

32 : 中央面積

33 : 外部面積

41 : 噴霧顆粒

42 : 中空空間

43 : 外部層

44 : 狹窄通道

五、發明說明 (16)

5 1 : 顆 粒

5 2 : 外 表 面

5 3 : 孔 隙 通 道

5 4 : 深 溝 槽

6 1 : 擠 製 物

6 2 : 構 造 表 面

較佳實施例之詳細說明：

圖 1 顯示根據本發明製程，從石英玻璃以初始多孔形體 1 玻璃化作用，製造中空圓柱體 1 2 之圖式的描述。多孔形體 1 之製造將詳述於下：

二氧化矽粒狀材料係藉由合成二氧化矽使用濕式粒化作用製程所製。粒狀材料是以氯氣／氯化氫氣混合物清淨處理之，清淨材料測出污染物含量（單位為 w t . p p b ）如下：鋰 < 1 0 w t . p p b 、鈉 4 0 w t . p p b 、鉀 3 6 w t . p p b 、鐵 3 0 w t . p p b ，粒狀材料之比表面（B E T 方法）及緻密體密度，分別調整為 $34 \text{ m}^2 / \text{g}$ 及 $1.1 \text{ g} / \text{cm}^3$ ，在旋轉管狀爐 1200°C 溫度下以熱塞滿作用製成。

然後將粒狀材料填入繞縱軸 3 旋轉之管形金屬模型 2 中，其旋轉方向如圖 1 箭頭 4 方向。在離心力影響及模板方式下，增體材料在金屬模型 2 之內壁 5 成形為旋轉地對稱成形體 1，成形體 1 之增體層厚度約 1 0 0 m m 具內鑿孔 5 其為內徑 7 5 m m 之連續鑿孔 6。增體材料在隨後製

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (17)

程步驟前應用離心力使其呈中度塞滿之。

製造不透明中空圓柱體 1 2 之際，連續區機械預塞滿成形體 1 在電弧加工熔化係從成形體 1 之內鑿孔 6 向外。為達此目的，一電極對 8 即插入內鑿孔 6，並自成形體 1 之一端開始，沿內壁 9 繼續移向成形體 1 之另一端，電極對 8 之插入餵率是定在 55 mm/min 。在此相對緩慢餵率下強熱地絕緣增體材料（成形體）變為具足夠的熱產出而形成緻密壁。電弧 7 之溫度足夠高可使成形體 1 玻璃化，成形體內壁最高溫度可達 2100°C 。製程中玻璃化作用前鋒 1 0 在成形體 1 內部產生，再從內而外進展到金屬模型 2，玻璃化作用區相當於成形體 1 之開放孔面積 1 1 與部分熔化不透明面積 1 2 間的相界。玻璃化作用前鋒 1 0 之移動方向 1 3，主要是從內鑿孔 6 內壁 9 向外呈放射狀，如圖 1 圖式的箭頭方向 1 4。電極對 8 插入餵率是加上玻璃化作用區之移動，氣體陷捕於粒狀二氧化矽，而導致不透明面積 1 2 間孔之形成，及因而如期望的產生不透明之結果。

因為電弧 7 之高溫，內鑿孔 6 之內壁 9 面積在製程過程呈強度的塞滿，此使產生透明之內部表面層 1 5 或在中空圓柱體 1 2 其經熔化程序自成形體 1 製成透明石英玻璃。

成形體從金屬模型 2 移出後，任何吸附在中空圓柱體 1 2 之砂去除之，外表需小心施以機械處理平滑，如實施例所示，中空圓柱體 1 2 之尺寸為具 190 mm 外徑及

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (18)

1 5 0 m m 內徑，中空圓柱體 1 2 提供隨後抽拉製程需要之不透明石英玻璃質量。具有大的外徑如 3 5 0 m m 及足夠的壁厚如 5 ~ 8 m m 之石英玻璃管，能自大而堅厚的中空圓柱體製成。此型之石英玻璃管主要用於生產直徑 3 0 0 m m 半導體晶片時之組件。

茲將如何以伸展及頂吹方式自中空圓柱體 1 2 製成石英玻璃管解說如下：

圖 2 顯示一般水平抽拉製程設施，上述製程步驟所製之石英玻璃中空圓柱體 1 2，繞水平方向之縱長軸旋轉，然後繼續藉餵入設施 2 0 沿箭頭 2 1 指示方向以 5 c m / m i n 餵率前進，進入環繞中空圓柱體 1 2 之環狀電阻高溫爐 2 2，在約 2 1 0 0 °C 溫度下石英玻璃黏度低至足以使中空圓柱體 1 2 抽拉成管 2 3，此步驟有利於抽拉設施 2 4 依箭頭 2 5 方向以 1 0 c m / m i n 餵率抽拉出管 2 3，此時管 2 3 繞其縱長軸旋轉。管 2 3 之自由端具有 2 5 0 m m 直徑及 5 . 5 m m 壁厚，熔化於氣體密閉之連接到石英玻璃製之退出棒 2 6，反之，另一中空圓柱體 1 2 之自由端，被氣體密閉之旋轉傳送導路 2 7 所密封。將帶有襯以石墨顎 2 9 的兩個水冷式成形顎 2 8 之成形器具伸出於電爐中。管 2 3 對著石墨顎 2 9 吹起，為使管 2 3 及中空圓柱體 1 2 產生、維持內部超壓，氧氣流則經旋轉傳送導路 2 7 導入中空圓柱體 1 2，其在此點要對固定石墨顎 2 9 吹製並製成預設 2 5 0 m m 直徑及 5 . 5 m m 壁厚是非常黏的。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (19)

如此製得之薄壁管 2 3 由不透明石英玻璃組成，並測定出下列污染物含量（單位為 w t . p p b ）：鋰 < 1 0 w t . p p b 、鈉 6 0 w t . p p b 、鉀 < 5 0 w t . p p b 、鐵 1 0 0 w t . p p b ，在光譜紫外線、可見光及紅外線範圍經薄壁管全壁厚之透光率是低於 1 % （相對於初始幅射強度）。

上述製程所用之二氧化矽粒狀材料，將以實施例圖 3，驗證如下：圖 3 顯示粒狀材料典型單一顆粒 3 1 之圖式的描述，球形粒狀顆粒 3 1 組成多孔石英玻璃，並有被高密度外部面積 3 3 圍繞之低密度之中央面積 3 2。透明石英玻璃密度中，中央面積及外部面積密度分別佔 4 0 % 及 6 0 %，中央面積 3 2 及外部面積 3 3 間相界是流暢的。顆粒直徑為 $4\ 2\ 0\ \mu\text{m}$ ；外部層厚約 $1\ 0\ 0\ \mu\text{m}$ 。

一普通混合裝置之濕式粒化製程用以製造粒狀材料。製程中，無定形奈米級火成二氧化矽粒子，係以四氯化矽火焰水解作用而產出，其具有比表面（B E T 方法） $6\ 0\ \text{m}^2/\text{g}$ 並混合水溶液懸浮體中，然後相繼在攪拌下脫水，直到材料開始碎成顆粒體。乾燥後，此粒狀材料之比表面（B E T 方法） $5\ 0\ \text{m}^2/\text{g}$ ，如此產生之球形粒狀顆粒直徑在 $1\ 6\ 0\sim 1\ 0\ 0\ 0\ \mu\text{m}$ 範圍。隨後二氧化矽粒狀材料經加熱區含氯氟圍氣下 $1\ 2\ 0\ 0\ ^\circ\text{C}$ 加熱，其影響顆粒熱的預塞滿及清淨。使用氯氣清淨方式特別有效，因為孔隙通道之出現給與二氧化矽粒子接近清淨氣體，而使氣體形態之污染物易於去除。在此點的產量為 $1\ 0\ \text{kg}/\text{h}$ ，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (20)

在此步驟過程，各個粒狀顆粒溫度升降度變化確立，而致中央面積 3 2 及外部面積 3 3 間不同密度之形成。

經此預處理後，二氧化矽粒狀材料之特徵為具有比表面 (B E T 方法) $34 \text{ m}^2 / \text{g}$ 及緻密體密度為 $1.1 \text{ g} / \text{cm}^3$ ，平均粒徑約 $420 \mu\text{m}$ 。在此階段，雖然在此特別情況下由於製造條件不需要，惟在供應材料於不透明石英玻璃製程前，去除直徑 $100 \mu\text{m}$ 以下之細小粒子部分是特別重要。總污染物含量諸如鋰、鈉、鉀、鎂、鈣、鐵、銅、鉻、錳、鈦及鉛等是低於 $200 \text{ wt.} - \text{ppb}$ 。

無定形奈米級火成二氧化矽粒子組成之粒狀材料，能用於製造不透明石英玻璃，如圖 1 及 2 之實施例所描述。因為各個粒狀顆粒係由大量非常細小的原粒子之黏聚作用所形成，玻璃化作用製程使其能因而細小及均勻之孔分佈，如上所詳述。

圖 4 為圖式的描述單獨各個噴射顆粒 4 1，此顆粒是典型噴射粒狀材料，適用於上述圖 1 及圖 2 實施例製程。典型的噴射顆粒 4 1 為二氧化矽原粒子之黏聚物，及由外部層 4 3 圍繞中空空間 4 2 組成，外部層 4 3 包含一漏斗形構造而經一狹窄通道 4 4 連接到中空空間 4 2，噴射顆粒 4 1 之外徑約 $300 \mu\text{m}$ 外部層 4 3 厚約 $100 \mu\text{m}$ 。

噴射粒狀材料生產將描述如下：

將具有比表面 (B E T 方法) $60 \text{ m}^2 / \text{g}$ 之高純度奈米級火成二氧化矽原粒子，分散於去離子水中，然加入

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (21)

火成三氧化二鋁形態之鋁 1 2 w t - p p m , 調懸浮體密度為 1 3 8 0 g / l , 此時易熔黏度 (slip viscosity) 是 4 5 0 m P a s , 使用商業上的噴乾機 (Dorst, Type D 4 0 0) , 懸浮體在空氣氛圍氣 3 8 0 ° C 溫度及易熔壓力 (slip pressure) 下噴射而產出噴射粒狀材料, 其平均顆粒直徑 3 3 0 μ m 及 0 . 3 % 殘留水份含量。噴射粒狀材料之比表面 (B E T 方法) 為 5 4 m² / g 、體密度為 0 . 6 g / c m³ 。隨後將粒狀材料清淨之, 並經通過氯化氫 / 氯氣氣氛及 1 2 0 0 ° C 溫度下熱塞滿, 其產量為 6 . 1 k g / h 。

經此處理後, 材料之比表面 (B E T 方法) 為 2 0 m² / g 、體密度為 0 . 8 g / c m³ 及緻密體密度為 0 . 9 2 g / c m³ 。在此等特別生產條件下, 直徑 1 0 0 μ m 以下之細小顆粒部分, 在以旋風分離器噴射粒化作用時即已分離。總污染物含量諸如鋰、鈉、鉀、鎂、鈣、鐵、銅、鉻、錳、鈦及鋇等是低於 5 0 0 w t . - p p b 。

無定形奈米級火成二氧化矽粒子組成之噴射粒狀材料, 能用於製造不透明石英玻璃, 如圖 1 及 2 之實施例製程所描述。因為各個噴射粒狀顆粒係由大量非常細小的原粒子之黏聚作用所形成, 玻璃化作用製程使其能因而細小及均勻之孔分佈。更甚於此為當中空空隙 4 2 形成一額外近乎關閉的氣體空間, 其在玻璃化作用時至少部分保留, 因當玻璃化作用時可防止陷捕氣體逃逸, 且如此可幫助孔的

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (22)

形成，而產生石英玻璃之不透明性。

圖 5 為在擠製物形態中出現在粒狀材料單一顆粒 5 1 之圖式的描述。擠製物亦適用於圖 1 及 2 之實施例所描述製程，典型的顆粒 5 1 亦代表二氧化矽原粒子之黏聚，它持有一圍繞孔通道 5 3 之延伸的外表面 5 2，由於出現多重深溝槽 5 4 而使外表面 5 2 顯出裂隙構造。顆粒 5 1 直徑為 0.2 ~ 1 mm，顆粒長為厚之數倍。

擠製物是以習知擠製程序產製，其為比表面（BET 方法） $400 \text{ m}^2/\text{g}$ 的高純度奈米級火成二氧化矽原粒子之非常黏的塊體，將去離子水放進擠製器單元中並推經鑄模如篩，鑄模各別的孔雖然設計成星形或多角形橫剖面之鑿孔亦能適於構造表面輪廓之擠製物的產出，然通常多為球形橫剖面之鑿孔，如圖 6 擠製物 6 1 所示。在此實施例中，單獨各個粒狀顆粒之深裂構造表面輪廓 6 2，主要貢獻於從本材料經熔化處理產製期望不透明之石英玻璃。圖中擠製物 6 1 所示，出現擠製物 5 1 額外氣體陷捕物（內部孔隙通道 5 3、強的構造表面 6 2），甚至於相對低之比表面（BET 方法）約 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ ，而產製期望的孔隙率。

隨後，將多孔的擠製物清淨後，以 1250°C 溫度燒結之，在此過程將材料之比表面調到 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 及緻密體密度為 $0.95 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。總污染物含量諸如鋰、鈉、鉀、鎂、鈣、鐵、銅、鉻、錳、鈦及鉛等是低於 400 wt. - ppb。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (23)

依圖 5、圖 6 之無定形奈米級二氧化矽粒子組成之擠製物，能用於圖 1 及 2 實施例所描述之製程，製造不透明石英玻璃。雖然此顆粒比表面（BET 方法）比較小，但由於各個單獨顆粒 51 表面係高構造及含有溝槽，當中空圓柱體 12 玻璃化作用時，各個單獨顆粒間氣體即被陷捕，如此即得期望的不透明性。更且當孔隙通道 53 形成一額外幾乎完全關閉的氣體空間，其在玻璃化作用時至少亦部分保留。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

六、申請專利範圍

1. 一種不透明合成石英玻璃組件的製造方法，包含以下步驟：

(a) 供應高純度合成二氧化矽粒狀形態材料 (31 ; 41 ; 51 ; 61) 之起始材料，至少部分由多孔性二氧化矽原粒子之黏聚粒組成，具有不少於 0.8 g/cm^3 之最小緻密體密度以及介於 $1.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 和 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之間的比表面 (依據 BET) ，

(b) 導入粒狀材料 (31 ; 41 ; 51 ; 61) 於模型 (2) 中並熔化不透明石英玻璃之預成形體 (12) ，

(c) 將預成形體 (12) 經再成形熱處理，形成不透明石英玻璃組件 (23) ，其中預成形體 (12) 從模型 (2) 移出後，將預成形體 (12) 外表施以機械處理之，隨後送入加熱區 (22) ，在此它開始自一端軟化漸進至另一端，此時以伸展及頂吹方式再成形處理即形成組件 (23) 。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中所用二氧化矽粒狀材料 (31 ; 41 ; 51 ; 61) 之緻密體密度範圍為 $0.9 \sim 1.4 \text{ g/cm}^3$ 。

3. 如申請專利範圍第1項或第2項之方法，其中所用二氧化矽粒狀材料 (31 ; 41 ; 51 ; 61) 之比表面 (BET 方法) 為 $10 \sim 30 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

4. 如申請專利範圍第1項或第2項之方法，其中二氧化矽原粒子之平均粒徑 (粒子尺寸) 範圍是 $0.5 \sim 5$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

μm 或低於 $0.2\ \mu\text{m}$ 。

5. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中使用不均勻放射狀密度分佈之粒狀材料 (31; 41)，如此使高密度之外部面積 (33; 43) 至少部分包圍低密度黏聚粒之內部面積 (32; 42)。

6. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中粒狀材料 (31; 41; 51; 61) 係由建造顆粒 (製粒顆粒)、噴射顆粒或擠製材料所組成。

7. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中黏聚物材料之外部表面帶有凹溝痕 (54; 62)。

8. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中提供之粒狀材料 (31; 41; 51; 61)，其黏聚物材料以 $800 \sim 1350^\circ\text{C}$ 溫度熱處理成預緻密 (塞滿) 狀。

9. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中二氧化矽粒狀物 (31; 41; 51; 61) 係由平均顆粒大小範圍在 $100 \sim 4000\ \mu\text{m}$ 間之顆粒所製成。

10. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中粒狀材料 (31; 41; 51; 61) 係由含有 $5 \sim 20\ \text{wt.} - \text{ppm}$ 氧化鋁所製成。

11. 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項之方法，其中不透明石英玻璃之預成形體 (12)，以電弧 (7) 方式熔化之，其玻璃化作用前峰 (10) 由預成形體 (12) 內部表面 (9) 向外表進行。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1 2 . 如申請專利範圍第 1 1 項之方法，其中環繞旋轉軸 (3) 轉動之預成形體 (1 2) 以電弧 (7) 方式從一端開始加熱進行至另一端，至內部表面 (9) 到達玻璃化作用溫度超過 1 9 0 0 °C 。

1 3 . 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在水平抽拉製程之預成形體 (1 2)，經再成形處理，形成不透明石英玻璃管 (2 3)。

1 4 . 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在垂直抽拉製程之預成形體 (1 2)，經再成形處理，形成不透明石英玻璃管 (2 3)。

1 5 . 一種申請專利範圍第 1 項之方法所製造的不透明石英玻璃管，其特徵為此不透明石英玻璃管係由最高鋰含量 1 0 0 w t . p p b 之合成二氧化矽粒狀材料 (3 1 ; 4 1 ; 5 1 ; 6 1) 所製成，及其組件管壁厚度在 0 . 5 ~ 1 5 m m 範圍。

1 6 . 如申請專利範圍第 1 5 項之不透明石英玻璃管，其特徵為此不透明石英玻璃管係由低於 2 0 0 w t . p p b 鈉含量及低於 2 0 0 w t . p p b 鉀含量之合成二氧化矽粒狀材料 (3 1 ; 4 1 ; 5 1 ; 6 1) 所製成。

1 7 . 如申請專利範圍第 1 5 或 1 6 項之石英玻璃管，其係用於半導體生產及熱處理，其管壁厚度為 4 ~ 8 m m 。

1 8 . 如申請專利範圍第 1 5 或 1 6 項之石英玻璃管，其具有穩定作用層。