



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103987667 B

(45)授权公告日 2016.10.19

(21)申请号 201280062054.X

(22)申请日 2012.12.13

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 103987667 A

(43)申请公布日 2014.08.13

(30)优先权数据

102011121190.3 2011.12.16 DE

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.06.16

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2012/075346 2012.12.13

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/087751 DE 2013.06.20

(73)专利权人 赫罗伊斯石英玻璃股份有限两合公司

地址 德国哈瑙

(72)发明人 K-U.巴德克 N.奥托 M.特罗默

H.劳达恩 A.布吕克尔

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 石克虎 杨思捷

(51)Int.Cl.

C03B 19/14(2006.01)

(56)对比文件

CN 1153795 A, 1997.07.09,

US 2003116091 A1, 2003.06.26,

US 6244575 B1, 2001.06.12,

US 5707415 A, 1998.01.13,

审查员 张玲榕

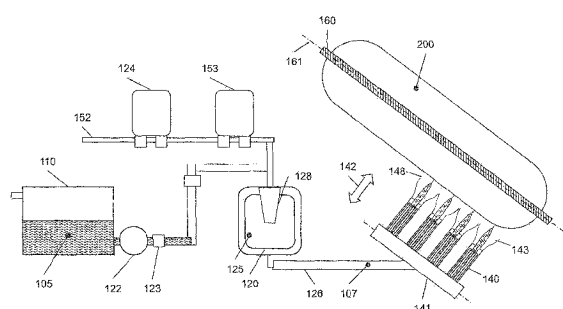
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

### (54)发明名称

用于制备合成石英玻璃的方法

### (57)摘要

本发明涉及一种用于制备合成石英玻璃的方法,其包括:气化作为液体SiO<sub>2</sub>原料(105)的聚烷基硅氧烷,使SiO<sub>2</sub>原料蒸气(107)转化为SiO<sub>2</sub>颗粒,沉积所述SiO<sub>2</sub>颗粒而形成烟灰体(200),和使烟灰体(200)玻璃化。根据本发明,加热的SiO<sub>2</sub>原料(105)的气化包括在膨胀室(125)中的喷射阶段,在其中SiO<sub>2</sub>原料(105)雾化成为细小的微滴,其中所述微滴具有小于5 μm的平均直径,并且微滴的雾化在预热的载体气体流中进行,所述载体气体流具有超过180°C的温度。



1. 用于制备合成石英玻璃的方法,包括以下步骤:

(A)提供具有超过70重量%的八甲基环四硅氧烷的液体SiO<sub>2</sub>原料(105),

(B)使所述液体SiO<sub>2</sub>原料(105)气化为气态SiO<sub>2</sub>原料蒸气(107),其包括在膨胀室(125)中的喷射阶段,在膨胀室中所述SiO<sub>2</sub>原料(105)雾化为细小的微滴,其中微滴的雾化在载体气体流中进行,

(C)使所述SiO<sub>2</sub>原料蒸气(107)转化成SiO<sub>2</sub>颗粒,

(D)将所述SiO<sub>2</sub>颗粒沉积在沉积表面(160)上以形成SiO<sub>2</sub>烟灰体(200),

(E)使所述SiO<sub>2</sub>烟灰体玻璃化以形成合成石英玻璃,

其特征在于:所述微滴具有小于5 $\mu$ m的平均直径和在雾化过程中与预热的载体气体流以摩尔比载体气体/SiO<sub>2</sub>原料 $\geq 1.5$ 进行混合,其中所述载体气体流预热到超过180 $^{\circ}$ C的温度。

2. 根据权利要求1的方法,其特征在于:所述SiO<sub>2</sub>原料(105)雾化为细小的微滴,其中所述微滴具有小于2 $\mu$ m的平均直径。

## 用于制备合成石英玻璃的方法

### 发明内容

[0001] 现有技术：

[0002] 本发明涉及用于制备合成石英玻璃的方法。

[0003] 无氯原料被试验用于制备商业应用的合成石英玻璃。作为例子应当提及甲硅烷、烷氧基硅烷和硅氧烷。特别令人感兴趣的无氯原料组是聚烷基硅氧烷(简称“硅氧烷”),其例如由EP 463 045 A1可知。硅氧烷物质组可以再分为开链聚烷基硅氧烷和闭链聚烷基硅氧烷。所述聚烷基硅氧烷具有总的通式 $\text{Si}_p\text{O}_p(\text{R})_{2p}$ ,其中P是 $\geq 2$ 的整数。所述基团“R”是烷基;最简单的情况是甲基。

[0004] 聚烷基硅氧烷突出的特点在于每重量份特别高的硅的量,这使其经济上有利地用于制备合成的石英玻璃。由于其高纯度大量可得性,目前优选使用八甲基环四硅氧烷(OMCTS)。根据General Electric Inc.引用的命名法此物质也称为“D4”,其中“D”表示基团 $[(\text{CH}_3)_2\text{Si}]-0-$ 。

[0005] 所述含硅原料可以以液体形式供应给消耗装置,例如沉积燃烧器。然而,所述液体原料通常通过气化器被转化成气相或蒸气相并且将连续的气体流供应到消耗装置。在已知的气化系统中,使待气化的液体与热表面接触。尤其是在有机原料的情况下,热的表面可导致不可预见的变化,例如分解或聚合。

[0006] 技术目的

[0007] 分解产物或聚合产物在管线系统中造成沉积并最终导致几乎不可控制和不可重现的加工条件。这在加工控制中产生一定的变率和不可重现性,其可在颗粒形成方法中导致缺陷和导致烟灰累积的不均匀性。

[0008] 本发明的目的是提供一种制备具有高的材料均匀性的 $\text{SiO}_2$ 烟灰体的方法,其中避免了所述缺点。

[0009] 发明概述

[0010] 为了达到此目的,提出了包含权利要求1的特征的方法。根据本发明用于制备合成石英玻璃的方法包括如下方法步骤:

[0011] (A)提供具有超过70重量%的聚烷基硅氧烷D4的液体 $\text{SiO}_2$ 原料,

[0012] (B)使所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料气化为气态 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气,

[0013] (C)使所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气转化成 $\text{SiO}_2$ 颗粒,

[0014] (D)将所述 $\text{SiO}_2$ 颗粒沉积在沉积表面上以形成 $\text{SiO}_2$ 烟灰体,

[0015] (E)使所述 $\text{SiO}_2$ 烟灰体玻璃化以形成合成石英玻璃。

[0016] 根据本发明,加热的 $\text{SiO}_2$ 原料的气化包括在膨胀室中的喷射阶段,在其中 $\text{SiO}_2$ 原料雾化成为细小的微滴,其中所述微滴具有小于5  $\mu\text{m}$ ,优选小于2  $\mu\text{m}$ 的平均直径,并且微滴的雾化在预热的载体气体流中进行,所述载体气体流具有超过180°C的温度。

[0017] 在根据本发明方法的范围内,液体 $\text{SiO}_2$ 原料被转化成 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气。所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气主要包含聚烷基硅氧烷;所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气优选由聚烷基环硅氧烷组成,特别优选所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气包含D4作为主要组分。为了获得均匀的烟灰体,在气化过程中必须预防聚

烷基硅氧烷的聚合。这可以通过根据本发明的方法来实现。

[0018] 显示跨 $> 10$  h的时间以间歇式操作在 $> 20$  kg/h的高的气化速率下特别用于聚烷基硅氧烷,特别是OMCTS(=D4)连续气化的气化方法实现了在气化器中能够几乎无残留的气化而不形成干扰性的聚合物后续产物。关键点在于气化过程中待气化的液体或液体微滴没有被加热到它们的气化温度以上。为此,一方面要实现将液体雾化成具有大表面的非常小的液滴以便产生对于热传递尽可能大的表面。另一方面,要实现所述 $\text{SiO}_2$ 原料在气化反应器(也称为气化器)中非常短的停留时间以便所述硅氧烷在所述气化器中具有尽可能短的反应时间。在气化反应器中非常短的平均停留时间( $< 2$ 秒)下,气化反应器中的载体气体温度和表面温度在这些条件下也可以在所述待气化的液体的沸点以上,因为所述液体微滴在相转变(液体-蒸气)过程中同时经受冷却。

[0019] 关键的想法是将待气化的液体转化成最细小的微滴(=称为喷雾或雾化)并在雾化过程中以摩尔比载体气体/硅氧烷 $\geq 1.5$  (优选以摩尔比大于2.5,特别是大于3)与强烈预热的载体气体流(其中温度为大于 $180^\circ\text{C}$ ,特别是大于 $230^\circ\text{C}$ )进行所谓的“原位”混合。所述最细小的液滴( $< 10$ 微米)通过外表面吸收来自预热的载体气体的热和所述微滴外表面的第一层气化并在所述微滴周围形成薄的蒸气膜。被蒸气膜围绕的液体微滴直接输送到气化反应器中并在其中完全气化。由于所述液体微滴被具有高蒸气浓度的薄的蒸气膜所围绕,所述液体微滴的液相(=尚未气化的微滴的内部区域)从来没有与热交换器的气化器内壁直接接触。这防止了所述液滴的液相与气化反应器的金属表面直接接触。

[0020] 在一个有利的实施方案中,在气化器中利用根据本发明的方法。所述气化器,也称为气化室,包含两个区域。第一个区域是雾化区域,在其中所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料转化为细小的液滴。此过程,也称为雾化,包括液体雾化为具有的直径小于 $2\mu\text{m}$ ( $1\mu\text{m}=1$ 微米),优选小于 $0.5\mu\text{m}$ 的液滴。另外,所述液滴在第一区域中与载体气体混合。根据本发明的方法的特殊特征在于将所述载体气体预热。现有技术中已知使用具有室温(大约 $10^\circ\text{C}$ 至大约 $40^\circ\text{C}$ )的载体气体。不同地,根据本发明的方法使用强烈加热的载体气体以辅助雾化,其温度为大于 $180^\circ\text{C}$ ,优选大于 $230^\circ\text{C}$ 。因此,所述载体气体一方面本身起到液滴载体的作用。同时所述载体气体降低了使用的 $\text{SiO}_2$ 原料的露点,由此确保由液相更快地转变为气相。此外,所述强烈加热的载体气体还起到确保在短的时间间隔内将第一能量输入到所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料中。与现有技术中已知的使用冷的载体气体相比使用非常强烈加热的载体气体提供了多种优点。一方面,所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料不需要预热。所述原料可以直接以冷的状态(即:在未加热状态)由供应容器取出。由此可以使用液体流量计以便测定加入到气化器中的 $\text{SiO}_2$ 原料的量。如此类型的液体流量计在不超过 $80^\circ\text{C}$ 的温度下操作。由于使用具有至多不超过 $60^\circ\text{C}$ ,优选小于 $50^\circ\text{C}$ ,特别优选小于 $40^\circ\text{C}$ 的温度的液体 $\text{SiO}_2$ 原料,所以供应到气化器的液体量可以利用液体流量计精确地测定。这对于可重现的工艺条件来说是有利的。由此产生的凝胶在如通过本文所公开的方法达到的那么高的通过量下可导致原料输送管线等的堵塞或横截面紧缩。这进而又对蒸气管线中的压力和流动条件具有影响。由于在本文公开的方法中所述 $\text{SiO}_2$ 原料,特别是聚烷基硅氧烷,在原料输送管线中以液态被加热到优选小于 $40^\circ\text{C}$ ,特别优选保持在室温,所以将不会发生聚合。因此,原料输送管线中和/或在液体流量计上将不存在堵塞。

[0021] 在气化器的第一区域中所述 $\text{SiO}_2$ 原料已经雾化并与热的载体气体混合之后,所述混合物流入气化器的第二区域中。第二区域,也称为热交换器区域和/或热交换器,起到另

外的能量供应的作用和由此进一步气化。由于使用热的载体气体,所以第二区域中需要的能量供应小于现有技术中。另外,在雾化器(也称为喷雾器)中的突然的气化过程中在微滴周围形成的蒸气保护层起到一定的防止微滴中的液体与第二区域的器壁和/或内部通道直接接触的屏蔽作用。这防止了微滴中的液体 $\text{SiO}_2$ 原料聚合。

[0022] 所述蒸气保护层包围住微滴中的液体 $\text{SiO}_2$ 原料。它充当液体避免外部影响的屏蔽。有利地,已经发现:通过此蒸气层的能量输入可以非常迅速地穿透进液体 $\text{SiO}_2$ 原料中。因此,所述蒸气保护层辅助微滴中的液体 $\text{SiO}_2$ 原料的气化。这一发现解释了为什么在第二区域中当微滴接近加热的器壁时所述液体 $\text{SiO}_2$ 材料与第二区域之间没有直接接触。而是,第二区域中辐射的热被蒸气保护层吸收并集中在所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料上从而发生迅速的气化。因此,所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料与第二区域的器壁和通道之间没有直接接触。这大大降低了聚烷基硅氧烷聚合的趋势。因此,整体上来说,气化器以及来自所述气化器的所有排放通道的内表面与聚烷基硅氧烷的聚合残余物的作用比现有技术中小得多。

[0023] 为了减小所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料与热交换器(即:第二区域)的内壁或通道直接接触的机会,已经证明有利的是从液体 $\text{SiO}_2$ 原料加料到雾化器直到气态 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气离开的时间间隔保持尽可能短。有利地,所述平均停留时间小于1秒钟。

[0024] 因此,在第二区域中气化反应器的表面温度可以为在所述气体混合物的露点以上至少 $10^\circ\text{C}$ 。由于微滴周围的保护性蒸气膜,所以避免了液相的直接器壁接触并由此也避免了液相过热。因此,避免了在气化器的第二区域中硅氧烷部分聚合的风险。

[0025] 另外,蒸气分子在气化器的体积中的平均停留时间可以小于2秒,优选小于1秒,甚至更优选小于0.5秒。

[0026] 所述方法一个有利的实施方案的突出特点在于所述气化器包含第一区域和第二区域。所述第一区域包含雾化单元而所述第二区域包含热交换器。

[0027] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于在所述雾化单元中由液体 $\text{SiO}_2$ 原料(例如喷嘴、超声雾化)产生细小的微滴,其中平均微滴大小为小于10微米,优选小于5微米,特别优选小于2微米。

[0028] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于所述微滴的雾化在预热的载体气流中发生。此载体气流特别包含氮气或氩气或氦气并且具有大于 $180^\circ\text{C}$ 的温度,优选大于 $200^\circ\text{C}$ 的温度,特别优选大于 $230^\circ\text{C}$ 至不超过 $350^\circ\text{C}$ 的温度。

[0029] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于雾化的微滴周围的载体气体的能量输入在所述微滴表面引发部分微滴气化,并由此在所述微滴表面周围形成蒸气膜。

[0030] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于被所述蒸气膜包围的微滴的液相由于所述蒸气膜与第二区域和/或热交换器单元中的加热的元件不会经历直接接触,从而排除了气化器内的器壁上液滴的润湿。

[0031] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于至少7.5%的由载体气体的能量输入提供给了硅氧烷的气化。

[0032] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于所述热交换器的表面温度在待气化的硅氧烷的沸点以上。

[0033] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于所述硅氧烷在气化器中的平均停留时间为 $<5$ 秒,优选 $<1$ 秒。

[0034] 所述方法的一个有利的实施方案的突出特点在于每秒生成的蒸气体积(OMCTS + 蒸气离开温度下的载体气体)与气化室的内部体积之比为 $> 0.5$ , 优选 $>1$ 。

[0035] 所述气化器既可以定向在垂直方向也可以定向在水平方向。气化器实现液体的蒸气压直接在饱和以下(超过露点)的原理是由于非常小的微滴大小与高的热传递、高的流速和短的停留时间相结合。因此, 不再形成干扰性的冷凝物微滴。因此不要求所述气化器的优选定向。

#### [0036] 具体实施方案

[0037] 本发明另外的优点、特征和细节由下面的描述获得, 其中参考附图详细描述了本发明的一个具体实施方案。权利要求书和说明书中提到的每一特征本身或以任意的组合都是基于本发明的。

[0038] 图1中示意地显示了用于实施根据本发明的方法制备 $\text{SiO}_2$ 烟灰体的装置;

[0039] 图2显示了根据本发明的石英玻璃生产系统的各种元件的示意图; 和

[0040] 图3显示了气化室的另外的示意图。

[0041] 这里根据本发明的方法的起点是由含有D4作为主要组分的 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107形成的气体流。将所述气体流供应到反应区中, 在所述反应区中所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气通过热解、氧化或水解转化成 $\text{SiO}_2$ 同时形成无定形 $\text{SiO}_2$ 颗粒。所述无定形 $\text{SiO}_2$ 颗粒随后沉积在沉积表面160上产生多孔的 $\text{SiO}_2$ 烟灰体200, 所述烟灰体通过玻璃化形成合成石英玻璃。为了能够生产具有大于300mm的外部直径的具有提高的材料均匀性的大体积圆柱形烟灰体200, 本发明公开了加热的 $\text{SiO}_2$ 原料的气化包括在膨胀室中的喷射阶段, 在所述膨胀室中特别为液体形式的所述 $\text{SiO}_2$ 原料雾化为细小的微滴, 所述微滴具有小于 $5\text{ }\mu\text{m}$ , 优选小于 $2\text{ }\mu\text{m}$ 的平均直径。

[0042] 图1中所示的装置用于生产 $\text{SiO}_2$ 烟灰体200。多个串联设置的火焰水解燃烧器140沿着氧化铝载体管160设置。在一种旨在提高生产率的方法变型中, 使用多个沉积燃烧器代替只有一个燃烧器140, 所述多个沉积燃烧器在联合燃烧器排中沿着转动的载体反向往复移动用于烟灰沉积, 所述燃烧器火焰各自仅在所述载体管160的部分长度上掠过。

[0043] 所述 $\text{SiO}_2$ 原料105优选包含大于95重量%, 优选大于98重量%, 特别是大于99.5重量%的聚烷基硅氧烷D4, 并且以气态形式供应到反应区中且由此通过氧化和/或水解和/或热解而分解成 $\text{SiO}_2$ 。所述反应区是例如燃烧器火焰或等离子体。在反应区中形成 $\text{SiO}_2$ 颗粒148, 并将这些颗粒分层沉积在沉积表面160上同时形成 $\text{SiO}_2$ 烟灰体200。 $\text{SiO}_2$ 颗粒148本身以具有纳米范围粒度的 $\text{SiO}_2$ 初级颗粒的附聚体或聚集体的形式存在。

[0044] 火焰水解燃烧器140安装在联合燃烧器板141上, 所述燃烧器板与在相对于纵向轴161位置固定的两个回转点之间的载体管160的纵向轴161平行往复移动, 并且可在其中垂直移动, 如指向箭头142所描述。所述燃烧器140由石英玻璃组成; 它们中心到中心的距离为15cm。

[0045] 火焰水解燃烧器140中各自配有燃烧器火焰143, 所述火焰在本发明内代表反应区。在此区域内 $\text{SiO}_2$ 颗粒形成并沉积在绕其纵向轴161旋转的载体管160的圆柱形外表面上, 使得具有350mm的外部直径的烟灰体200逐层累积。在沉积过程中, 在所述烟灰体表面200上达到大约 $1200^\circ\text{C}$ 的温度。氧气和氢气作为燃烧器气体分别供应到火焰水解燃烧器140中, 和所述 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107作为用于形成 $\text{SiO}_2$ 颗粒的原料。在本发明的范围内, 术语聚烷基硅氧烷包括聚烷基环硅氧烷和它们的直链同系物。

[0046] 通过气化器系统120由大于95重量%,优选大于98重量%,特别是大于99.5重量%的聚烷基硅氧烷D4生成 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107,所述气化器系统包括用于液体混合物的供应容器110、无脉冲液体泵122、用于液体的流量计123、用于受控供应氮气载体气体流152的MFC(质量流量控制器)124和可加热的带有雾化器喷嘴128的气化室125(也称为膨胀室)。所述供应容器110、泵122和雾化器喷嘴110通过金属管线相互连接。将所述供应容器110加热到30-40℃的温度,也可保持在室温,并通过泵122经由流量计123以确切的剂量将所述液体供应到雾化器喷嘴128。在所述雾化器喷嘴中或通过所述雾化器喷嘴,所述 $\text{SiO}_2$ 原料105雾化成细小的微滴,也称为 $\text{SiO}_2$ 微滴,其中所述 $\text{SiO}_2$ 微滴具有小于5 $\mu\text{m}$ ,优选小于2 $\mu\text{m}$ 的平均直径。这里在流量计123与雾化器128之间的连接管线中可以装配浓度检测器用于监测 $\text{SiO}_2$ 原料105和/或 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107和/或 $\text{SiO}_2$ 微滴的组成。

[0047] 雾化器128,也称为雾化器喷嘴,可以是超声雾化器或超声波雾化器。此雾化器喷嘴128确保了液体 $\text{SiO}_2$ 原料雾化成细小的微滴,所述微滴具有小于5 $\mu\text{m}$ ,优选小于2 $\mu\text{m}$ 的平均直径。根据实施方案,可以经由MFC 123在1.5 bar-5 bar压力下将氮气载体气体流供应到 $\text{SiO}_2$ 原料105和/或液滴。

[0048] 在一个有利的实施方案中,所述雾化器喷嘴128与预热到大于200℃的单独供应的载体气体一起将所述 $\text{SiO}_2$ 原料105雾化成细小的微滴,其具有5  $\mu\text{m}$ 的最大直径和平均直径( $d_{50}$  值)为0.9 $\mu\text{m}$ 的窄的微滴尺寸分布,之后在喷射阶段直接地将所述微滴喷雾到气化器120的下游热交换器区域220。所述气化器120具有最高300℃的内部温度,使得所述细小的液体微滴直接气化并将所述蒸气流供应到分流器中和通过所述分流器借助绝热的柔性介质供应管线在各沉积燃烧器140上进行分配。将所述载体气体在预热器153中加热。这里将所述载体气体加热到超过200℃的温度。

[0049] 用于燃烧气体氧气和氢气以及辅助气体(氧气)的供应管线也汇集到所述分流器中,所述辅助气体在原料流和燃烧气体流之间的燃烧器火焰143中使用和抵抗过早混合。因此,燃烧气体和 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107仅在燃烧器火焰143的热区中混合。在沉积方法完成之后,得到一管多孔的 $\text{SiO}_2$ 烟灰(烟灰管)。

[0050] 图2和3显示了利用根据本发明的方法生产石英玻璃的系统100。在此所述 $\text{SiO}_2$ 原料105通过雾化器喷嘴128(例如超声波雾化)被雾化。为此,系统100包含供应槽110,所述液体 $\text{SiO}_2$ 原料105借助泵122由该槽被泵送到雾化器喷嘴中。由液体 $\text{SiO}_2$ 微滴转变为气态 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107在膨胀室125中进行。根据规定,所述膨胀室125包含第一区域210和第二区域220。因此,所述膨胀室125包含气化器的全部内部体积,即:雾化区域和热交换器区域。在膨胀室125的第一区域210中,发生液体的雾化和同时与强烈预热的载体气体混合以及微滴输送到膨胀室125的第二区域220中。 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气107经由管线130流到燃烧器140,在其中 $\text{SiO}_2$ 原料蒸气热解和/或水解转化为 $\text{SiO}_2$ 颗粒。

[0051] 在供应容器110内,将 $\text{SiO}_2$ 原料105加热到明显在 $\text{SiO}_2$ 原料的沸点以下的温度,优选加热到室温。这可以通过使用预热装置器壁中的热油体系或电加热元件来完成。为了实现液体 $\text{SiO}_2$ 原料105的均匀加热同时避免热区,已经证明当所述供应容器110包含被热油通道环绕的流动通道时是有利的。由此可进行的液-液热传递实现了液体 $\text{SiO}_2$ 原料105的均匀加热。此类均匀加热确保了不发生由温度造成的聚烷基硅氧烷的化学反应。加热的液体 $\text{SiO}_2$ 原料105通过原料输送管线145由供应容器110中加入到膨胀室125中。

[0052] 膨胀室125,也称为气化室,规定了SiO<sub>2</sub>原料蒸气自由膨胀的内体积。为了实现SiO<sub>2</sub>微滴均匀气化成气态的原料蒸气,尚未证明在膨胀室的操作压力下供应容器110中液体SiO<sub>2</sub>原料的温度升高超过SiO<sub>2</sub>原料的沸点时是有利的。供应容器110的优选的操作温度为低于40℃,理想地是在室温(=22℃)。D4在大气压下的沸点为大约175℃。因此,避免了通过SiO<sub>2</sub>原料聚合形成凝胶或沉积物。

[0053] 如图3中所示,液体SiO<sub>2</sub>原料由供应容器110通过原料输送管线145流入膨胀室125内部,其中SiO<sub>2</sub>原料105并没有加热到大于40℃的温度。然后SiO<sub>2</sub>原料借助雾化器喷嘴128雾化。通过例如也穿过雾化器喷嘴128的载体气体实现另外的热输入。

[0054] 特别地,已经证明氮气作为载体气体152(也称作稀释剂)是有利的。如果需要的话也可使用其它稀释剂,如氩气或氦气。这些气体是对于聚烷基硅氧烷显示惰性行为的气体,从而避免了尤其是在压力下和升高的温度下所述液体与载体气体之间的氧化、聚合或分解反应,并由此避免了原料组成中不可重现的变化。通过加入稀释剂,膨胀室125中所述液体SiO<sub>2</sub>原料(这里是指SiO<sub>2</sub>原料的微滴)的分压减小,并由此降低了其露点。目的在于所述SiO<sub>2</sub>原料的气化包含喷射阶段,在该阶段中在第一区域中液体形式的所述原料雾化为细小的微滴并且所述细小的微滴在第二区域中与热载体气体接触后迅速有效地被完全气化,而微滴的液体核心并没有与膨胀室125的器壁接触。

[0055] 图3说明了根据本发明的气化。加热的SiO<sub>2</sub>原料105通过原料输送管线145供应到膨胀室125中。在膨胀室125的内部原料输送管线145的末端,所述原料输送管线145包含喷嘴状的雾化器喷嘴128。通过雾化器喷嘴128的帮助(所述雾化器喷嘴优选为超声雾化器),液体SiO<sub>2</sub>原料105雾化成为细小的液滴,所述液滴具有小于5μm,优选小于2μm,特别优选小于1μm的平均直径。当所述平均粒度小于0.5 μm(d<sub>50</sub>值)时得到特别优选的结果。这里作为平均粒度的量度的平均值或d<sub>50</sub>值是最重要的参数。d<sub>50</sub>值代表50%的微滴小于该值且另外50%比d<sub>50</sub>大。

[0056] 由于从雾化器喷嘴128出来时产生的压力降,主要部分的微滴转化为气相。另外,使预热到大约180℃至最高大约300℃的氮气流穿过介质管线150进入膨胀室125和雾化器喷嘴128。

[0057] 并非是要部分液体SiO<sub>2</sub>原料105(微滴)沉积在膨胀室125的器壁上和/或在其中受热气化。气态SiO<sub>2</sub>原料蒸气107通过管线130流到燃烧器140中。在燃烧器140中,SiO<sub>2</sub>原料蒸气107通过热解、氧化或水解转化成SiO<sub>2</sub>颗粒148,也称为SiO<sub>2</sub>或烟灰或SiO<sub>2</sub>烟灰。

[0058] 附图标记列表:

|        |     |                       |
|--------|-----|-----------------------|
| [0059] | 100 | 系统                    |
| [0060] | 105 | SiO <sub>2</sub> 原料   |
| [0061] | 107 | SiO <sub>2</sub> 原料蒸气 |
| [0062] | 110 | 供应槽/供应容器              |
| [0063] | 117 | 出口                    |
| [0064] | 120 | 气化器/气化器系统             |
| [0065] | 122 | 液体泵                   |
| [0066] | 123 | 流量计                   |
| [0067] | 124 | MFC(质量流量控制器)          |



|        |     |                     |
|--------|-----|---------------------|
| [0068] | 125 | 膨胀室/气化室             |
| [0069] | 126 | 管线                  |
| [0070] | 127 | 分流器                 |
| [0071] | 128 | 雾化器喷嘴               |
| [0072] | 130 | 管线                  |
| [0073] | 140 | 燃烧器/火焰水解燃烧器         |
| [0074] | 141 | 燃烧器板                |
| [0075] | 142 | 140的移动              |
| [0076] | 143 | 燃烧器火焰               |
| [0077] | 145 | 原料输送管线              |
| [0078] | 148 | SiO <sub>2</sub> 烟灰 |
| [0079] | 150 | 介质管线                |
| [0080] | 151 | 供应容器                |
| [0081] | 152 | 稀释剂                 |
| [0082] | 153 | 预热器                 |
| [0083] | 160 | 沉积表面/载体管            |
| [0084] | 161 | 160的纵向轴             |
| [0085] | 200 | 烟灰体                 |

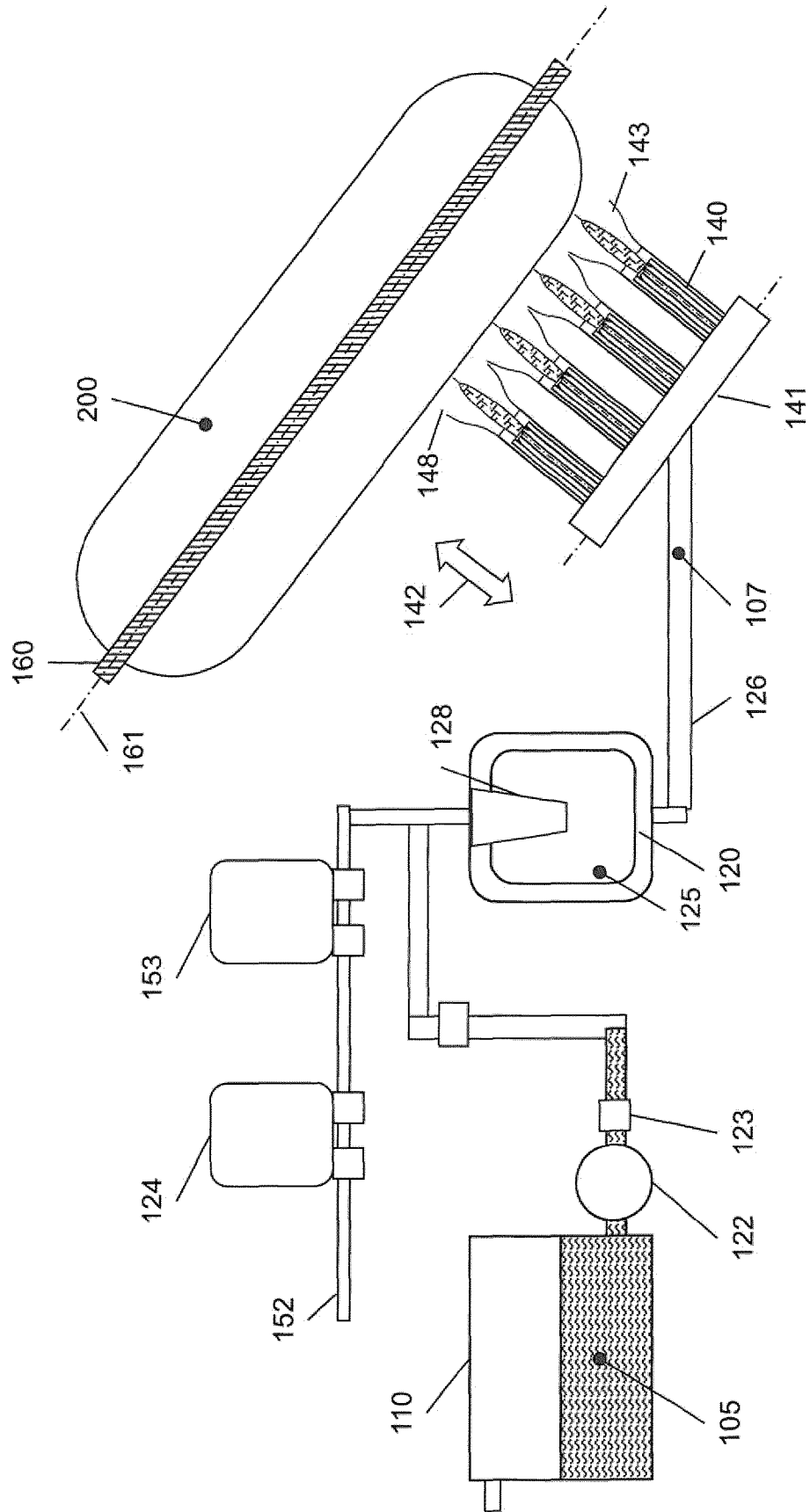


图 1

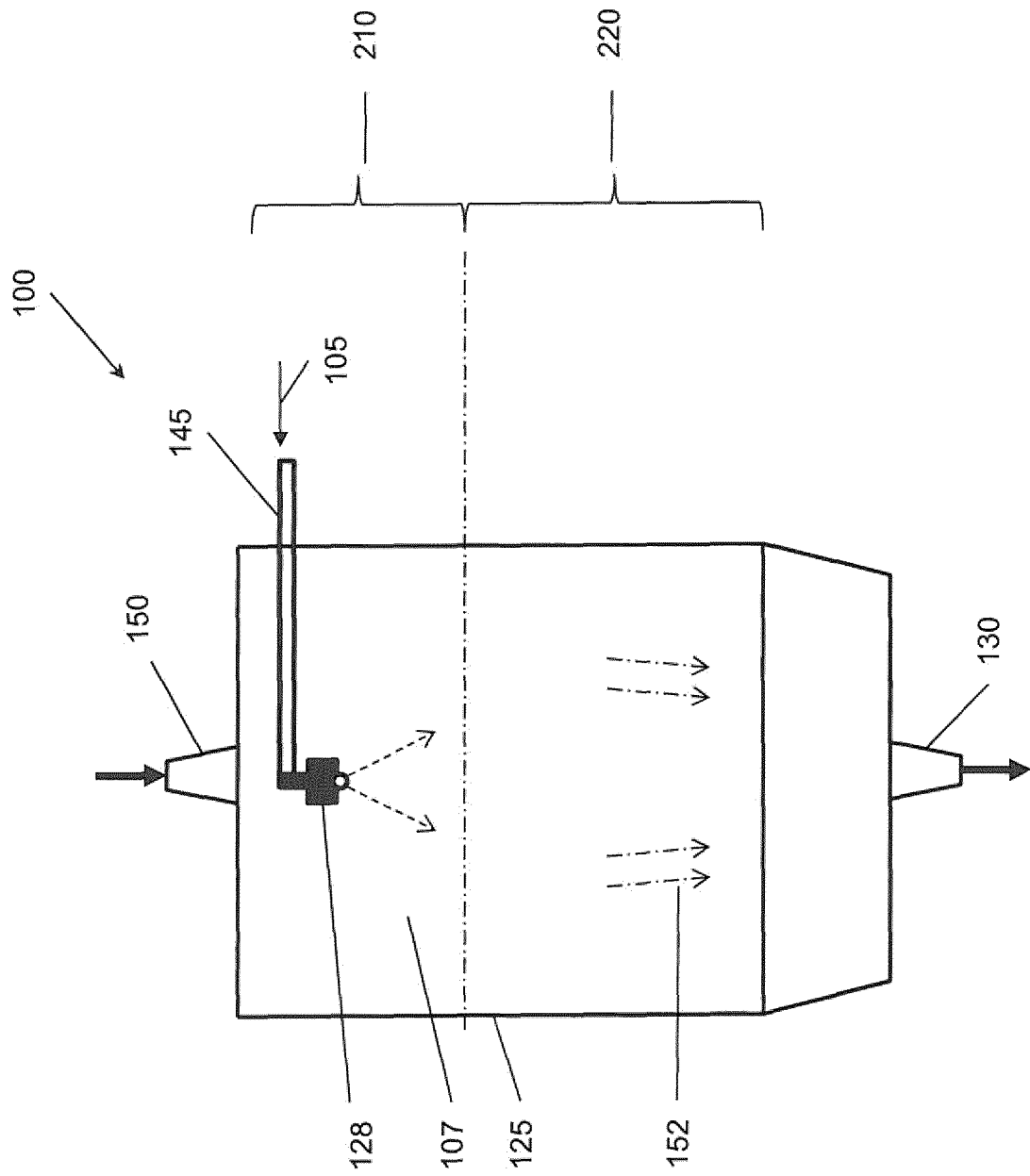


图 2

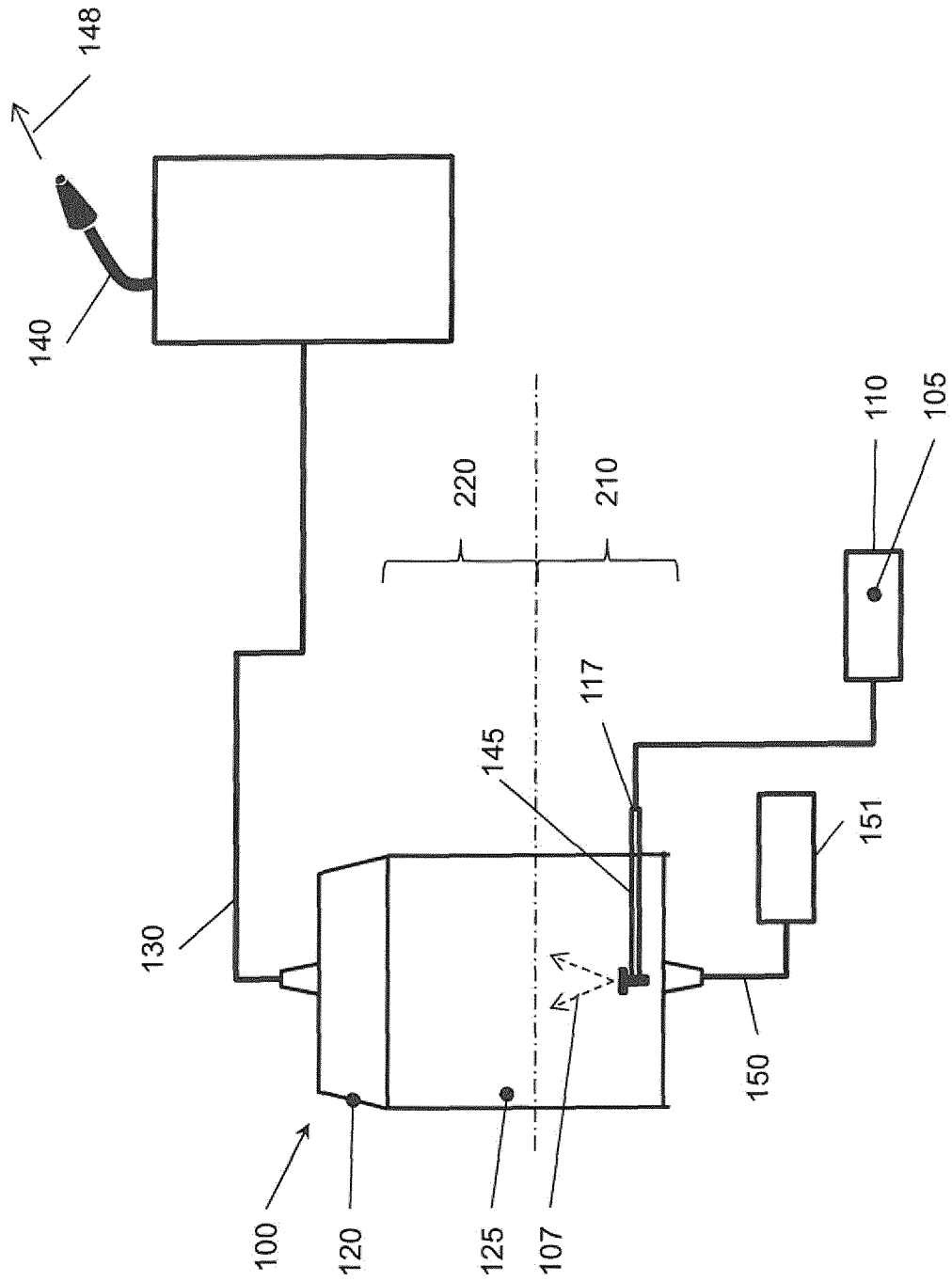


图 3