



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106986552 B

(45)授权公告日 2020.07.14

(21)申请号 201710249986.X

(22)申请日 2017.04.17

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106986552 A

(43)申请公布日 2017.07.28

(73)专利权人 上海强华实业股份有限公司
地址 201507 上海市金山区漕泾镇亭卫公
路3312号

(72)发明人 周文华

(74)专利代理机构 北京力量专利代理事务所
(特殊普通合伙) 11504

代理人 宋林清

(51)Int.Cl.
C03C 17/22(2006.01)

(56)对比文件

CN 1033296 A,1989.06.07,
CN 102225867 A,2011.10.26,
US 5562774 A,1996.10.08,
JP 2014214991 A,2014.11.17,
CN 102596829 A,2012.07.18,
JP S63303882 A,1988.12.12,

审查员 张月

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种耐高温石英玻璃的制造方法

(57)摘要

本发明提供一种耐高温石英玻璃的制造方法,首先采用高纯度的碳化硅粉和多晶硅粉按预设比例进行调配,形成碳化硅混合粉料;接着将碳化硅混合粉料装入球磨机上进行球磨以得到碳化硅混合液;然后对石英玻璃进行清洗并加热烘干烘热至120—150度;接着将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面形成碳化硅复合层;接着对碳化硅复合层进行高温烧结,以使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体;最后对碳化硅复合层降低温度,进行退火,以消除热应力。本发明添加多晶硅做为涂料添加融合剂,既能保证涂层石英玻璃具有良好的耐酸腐蚀性能,又能使涂层表体与石英玻璃较好的融合,减少涂层脱落而获得最佳抗高温形变能力,延长了石英管的使用寿命。

1. 一种耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤S01、采用高纯度的碳化硅粉,和多晶硅粉按预设比例进行调配,形成碳化硅混合粉料,多晶硅粉占碳化硅混合粉料的7-9%;

步骤S02、接着将调配好的碳化硅混合粉料装入高纯氧化铝球磨罐中,并加入去离子水,密封好后放置在球磨机上进行24-72小时的球磨以得到碳化硅混合液;

步骤S03、对石英玻璃进行清洗并加热烘干;

步骤S04、将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,石英玻璃用氢燃烧加热到120-150℃时,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层;

步骤S05、对碳化硅复合层在富氧气氛下进行高温烧结,以使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体,对碳化硅复合层通过四次渐进式提高温度的方式进行高温烧结,碳化硅复合层进行高温烧结的温度分别为600℃、1100℃、1500℃以及1800℃;

步骤S06、对碳化硅复合层降低温度,最后采用高氢火焰对碳化硅复合层进退火,以消除热应力。

2. 如权利要求1所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,在步骤S01中,所述碳化硅粉的纯度大于99.5%,所述碳化硅粉大于1.5μm的颗粒重量比低于10w%,小于0.5μm的颗粒重量比大于60w%。

3. 如权利要求1所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,在步骤S03中,首先采用HF酸对石英玻璃进行清洗,接着采用纯水对石英玻璃进行清洗,最后将石英玻璃加热烘干。

4. 如权利要求3所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,所述HF酸的浓度为2%-10%,浸泡时间为5-15min。

5. 如权利要求4所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,所述HF酸的浓度为5%,浸泡时间为10min。

6. 如权利要求1所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,在步骤S04中,将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,接着在石英玻璃表面擦拭酒精,并待酒精全部挥发后,石英玻璃用氢燃烧加热到120-150℃时,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层。

7. 如权利要求1所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,在步骤S02中,所述碳化硅混合粉料密封好后放置在球磨机上进行48小时的球磨以得到碳化硅混合液。

8. 如权利要求1所述耐高温石英玻璃的制造方法,其特征在于,在步骤S06后,对石英玻璃的外观尺寸和热应力进行检测,如检测合格则入库。

一种耐高温石英玻璃的制造方法

技术领域

[0001] 本发明属于半导体技术领域,具体涉及一种耐高温石英玻璃的制造方法。

背景技术

[0002] 光纤预制棒是制造光纤的核心原材料,光纤预制棒采用VAD(轴向气相沉积法)制作芯棒和部分包层,玻璃化后然后将芯棒延伸至一定外径的出发棒(靶棒),然后利用OVD(外部气相沉积法)在靶棒外沉积大量包层,将包层和靶棒一起玻璃化后就成为光纤预制棒,光纤预制棒经过高温熔融等比例拉细,成为光纤外径为125um的裸光纤。

[0003] 现有的光纤预制棒的工艺中,先采用VAD法进行芯棒松散体的沉积,玻璃化后成为芯棒,将芯棒进行一定比例的延伸拉细,再在其两端融接上辅助棒,这整个组成称其为预制棒包层沉积的靶棒,采用OVD法进行包层的沉积,中间是一根加工好的靶棒,经过一定的时间后结束外包层的沉积,将外面是松散体且中间是靶棒的光纤预制棒松散体进行玻璃化,最终成为光纤预制棒。

[0004] 在将外面是松散体且中间是靶棒的光纤预制棒松散体进行玻璃化的过程中,须将光纤预制棒松散体放在烧结炉内脱水、玻化,成为低羟基的透明玻璃体,即光纤预制棒。在此过程中一般烧结温度为1450℃,烧结炉的容器,便是称为炉芯管的石英玻璃管。

[0005] 众所周知,一般石英玻璃使用温度上限在1200℃左右,为使石英玻璃管能承受1450℃的高温,须对石英玻璃进行特殊再加工,使石英玻璃具有耐高温的性能。

发明内容

[0006] 鉴于以上所述现有技术的缺点,本发明的目的在于提供一种耐高温石英玻璃的制造方法,使石英玻璃具有良好的耐高温性能。

[0007] 为了达到上述发明目的及其他目的,本发明是通过以下技术方案实现的:

[0008] 一种耐高温石英玻璃的制造方法,包括如下步骤:

[0009] 步骤S01、采用高纯度的碳化硅粉和多晶硅粉按预设比例进行调配,形成碳化硅混合粉料;

[0010] 步骤S02、接着将调配好的碳化硅混合粉料装入高纯氧化铝球磨罐中,并加入去离子水,密封好后放置在球磨机上进行24-72小时的球磨以得到碳化硅混合液;

[0011] 步骤S03、对石英玻璃进行清洗并加热烘干;

[0012] 步骤S04、将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,石英管用氢燃烧加热到120—150°时,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层;

[0013] 步骤S05、对碳化硅复合层进行高温烧结,以使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体;

[0014] 步骤S06、对碳化硅复合层降低温度,最后采用高氢火焰对碳化硅复合层进退火,以消除热应力。

[0015] 优选的,在步骤S01中,所述碳化硅粉的纯度大于99.5%,所述碳化硅粉大于1.5 μm 的颗粒重量比低于10w%,小于0.5 μm 的颗粒重量比大于60w%。

[0016] 优选的,在步骤S02中,得到碳化硅混合液后,采用过滤滤纸对碳化硅混合液进行过滤。

[0017] 优选的,在步骤S03中,首先采用HF酸对石英玻璃进行清洗,接着采用纯水对石英玻璃进行清洗,最后将石英玻璃加热烘干。

[0018] 优选的,所述HF酸的浓度为2%-10%,浸泡时间为5-15min。

[0019] 优选的,所述HF酸的浓度为5%,浸泡时间为10min。

[0020] 优选的,在步骤S04中,将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,接着在石英玻璃表面擦拭酒精,并待酒精全部挥发后,石英管用氢燃烧加热到120—150°时,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层。

[0021] 优选的,在步骤S02中,所述碳化硅混合粉料密封好后放置在球磨机上进行48小时的球磨以得到碳化硅混合液。

[0022] 优选的,在步骤S05中,对碳化硅复合层通过四次渐进式提高温度的方式进行高温烧结,碳化硅复合层进行高温烧结的温度分别为600℃、1100℃、1500℃以及1800℃。

[0023] 优选的,在步骤S06后,对石英玻璃的外观尺寸和热应力进行检测,如检测合格则入库。

[0024] 本发明公开的耐高温石英玻璃的制造方法,将碳化硅混合液喷涂于石英玻璃表面,并对其进行高温烧结,使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体,多晶硅的加入能有效地填补SiC结构空隙,有利于Si/SiO₂/SiC之间的相互扩散,同时能降低涂层熔烧温度,使涂层更加致密,提高结合强度。本发明添加多晶硅做为涂料添加剂,既能保证涂层石英玻璃具有良好的耐酸腐蚀性能,又能使涂层表体与石英玻璃较好的融合,减少涂层脱落而获得最佳抗高温形变能力,延长了石英管的使用寿命,工艺简单、操作便利、节约了成本。

具体实施方式

[0025] 以下通过特定的具体实例说明本发明的实施方式,本领域技术人员可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点与功效。本发明还可以通过另外不同的具体实施方式加以实施或应用,本说明书中的各项细节也可以基于不同观点与应用,在没有背离本发明的精神下进行各种修饰或改变。

[0026] 本发明提供一种耐高温石英玻璃的制造方法,包括如下步骤:

[0027] 步骤S01、采用高纯度的碳化硅粉和多晶硅粉按预设比例进行调配,形成碳化硅混合粉料;其中,多晶硅粉占碳化硅混合粉料优选7-9%,最佳为5%,5%的多晶硅作为涂料添加剂,既能保证涂层石英玻璃具有良好的耐酸腐蚀性能,又能使涂层表体与石英玻璃较好的融合,减少涂层脱落而获得最佳抗高温形变能力,。

[0028] 同时,本步骤中的碳化硅粉的纯度大于99.5%,碳化硅粉大于1.5 μm 的颗粒重量比低于10w%,小于0.5 μm 的颗粒重量比大于60w%。

[0029] 步骤S02、接着将调配好的碳化硅混合粉料装入高纯氧化铝球磨罐中,并加入去离子水,密封好后放置在球磨机上进行24-72小时的球磨以得到碳化硅混合液;其中,碳化硅混合粉料密封好后放置在球磨机上优选进行48小时的球磨以得到碳化硅混合液。

[0030] 步骤S03、对石英玻璃进行清洗并加热烘干。

[0031] 具体的,首先采用HF酸对石英玻璃进行清洗,接着采用纯水对石英玻璃进行清洗,最后将石英玻璃加热烘干。其中,HF酸的浓度为2%-10%,浸泡时间为5-15min;HF酸的浓度优选为5%,浸泡时间优选为10min。

[0032] 步骤S04、将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层。

[0033] 具体的,本步骤中,将石英玻璃安装在车床上,并带动石英玻璃旋转,接着在石英玻璃表面擦拭酒精,并待酒精全部挥发后,石英管用氢燃烧加热到120—150°时,将碳化硅混合液均匀喷涂于石英玻璃表面,以在石英玻璃表面形成碳化硅复合层。

[0034] 步骤S05、对碳化硅复合层进行高温烧结,以使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体。

[0035] 具体的,本步骤中,对碳化硅复合层通过四次渐进式提高温度的方式进行高温烧结,碳化硅复合层进行高温烧结的温度分别为600℃、1100℃、1500℃以及1800℃。

[0036] 步骤S06、对碳化硅复合层降低温度,最后采用高氢火焰对碳化硅复合层进退火,以消除热应力。

[0037] 在步骤S06后,对石英玻璃的外观尺寸和热应力进行检测,如检测合格则入库。

[0038] 本发明通过在高纯度的碳化硅粉中添加多晶硅粉,能有效地填补SiC结构空隙,有利于Si/SiO₂/SiC之间的相互扩散,同时能降低涂层熔烧温度,使涂层更加致密,提高结合强度。

[0039] 本发明为在石英玻璃表面形成均匀、厚度适宜的碳化硅复合层,对碳化硅复合层的形成工艺进行了研究,采用灌浆法,碳化硅复合层涂料自重较大,均匀性及厚度难以控制;而喷涂工艺,涂料雾化分散良好,能较好地控制涂层的均匀性及厚度,但当氧气流量太小时,不能带出涂料,流量过大,涂层偏厚,且容易产生堵料现象,故选用氢氧焰热喷涂工艺,氧气带料流量~1180L/H。

[0040] 为使石英玻璃扩散管与涂层结合牢固,石英玻璃必须首先按下述方法清洗:放入HF:H₂O=1:1的氢氟酸溶液中浸泡10~20分钟,然后依次用自来水和去离子水冲洗,晾干后置于玻璃车床(二次整形床),喷涂后及时干燥,避免涂层起皮,使石英管壁涂层牢固。

[0041] 当涂层石英玻璃烧结时,通常采用富氧气氛,促使涂层表面的Si及部分SiC与氧反应,形成致密的使用玻璃、α-方石英与SiC保护膜,从而提高涂层的稳定性。Si的加入有利于涂层与石英玻璃界面形成镶嵌的过渡层及表面保护层,并有效地填补SiC结构中的空隙,富氧熔烧的涂层石英玻璃耐酸性能显著提高。

[0042] 综上所述,本发明公开的耐高温石英玻璃的制造方法,将碳化硅混合液喷涂于石英玻璃表面,并对其进行高温烧结,使碳化硅复合层与石英玻璃熔融一体,多晶硅的加入能有效地填补SiC结构空隙,有利于Si/SiO₂/SiC之间的相互扩散,同时能降低涂层熔烧温度,使涂层更加致密,提高结合强度。本发明添加多晶硅做为涂料添加融合剂,既能保证涂层石英玻璃具有良好的耐酸腐蚀性能,又能使涂层表体与石英玻璃较好的融合,减少涂层脱落而获得最佳抗高温形变能力,延长了石英管的使用寿命,工艺简单、操作便利、节约了成本。

[0043] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因

此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。