



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014147493/05, 25.04.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.04.2013

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
26.04.2012 DE 10 2012 008 175.8

(43) Дата публикации заявки: 20.06.2016 Бюл. № 17

(45) Опубликовано: 10.12.2016 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: DE 2840459 A, 27.03.1980. EP 1256547
A1, 13.11.2002 . US 3401017 A, 10.09.1968. RU
2295948 C2, 27.03.2007.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 26.11.2014(86) Заявка РСТ:
EP 2013/058585 (25.04.2013)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2013/160388 (31.10.2013)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, строение 3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры"

(72) Автор(ы):

ЗУХ Марио (DE),
ШЕТЦ Герхард (DE),
ЛАНГНЕР Андреас (DE)

(73) Патентообладатель(и):

ХЕРАЕУС КВАРЦГЛАС ГМБХ УНД
КО.КГ (DE)(54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГРАНУЛЯТА ИЗ SiO₂

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу изготовления гранулята из SiO₂ путем замораживания и последующего размораживания суспензии SiO₂, причем при размораживании проводят разделение жидкости и осадка из агломерированных частиц SiO₂, отделенную

жидкость декантируют и остаточную влагу из осадка удаляют на стадии высушивания для образования гранулята из SiO₂. В соответствии с изобретением в суспензию для доводки значения pH до более чем 7 добавляют бесщелочные основания в форме гидридов азота. 3 н. и 13 з.п. ф-лы, 2 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2014147493/05, 25.04.2013**(24) Effective date for property rights:
25.04.2013

Priority:

(30) Convention priority:
26.04.2012 DE 10 2012 008 175.8(43) Application published: **20.06.2016** Bull. № 17(45) Date of publication: **10.12.2016** Bull. № 34(85) Commencement of national phase: **26.11.2014**(86) PCT application:
EP 2013/058585 (25.04.2013)(87) PCT publication:
WO 2013/160388 (31.10.2013)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, stroenie 3,
OOO "JUrIdicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**ZUKH Mario (DE),
SHETTS Gerkhard (DE),
LANGNER Andreas (DE)**

(73) Proprietor(s):

**KHERAEUS KVARTSGLAS GMBKH UND
KO.KG (DE)**(54) **METHOD FOR PRODUCING SiO₂ GRANULATE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a method of producing SiO₂ granules by freezing and re-thawing SiO₂ suspension, wherein separation of liquid and sediment composed of agglomerated SiO₂ particles occurs in course of thawing, liquid removed is decantedand residual moisture in sediment is removed by a drying step with formation of SiO₂ granules.

EFFECT: according to invention, alkali metal-free bases in form of nitrogen hydrides are added to suspension to set pH greater than 7.

16 cl, 2 dwg

C 2
7
1
9
4
6
0
2
R UR U
2
6
0
4
6
1
7
C 2

Технические предпосылки создания изобретения

Изобретение относится к способу изготовления гранулята из SiO_2 , включающего в себя создание суспензии, которая содержит частицы SiO_2 в водной жидкости, и удаление жидкости, где замороженную суспензию SiO_2 с образованием жидкой фазы и осадка из агломерированных частиц SiO_2 размораживают, жидкую фазу удаляют и осадок высушивают для удаления остаточной влаги и образования гранулята из SiO_2 .

Более того, изобретение относится к использованию гранулята.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

В технологии обработки керамики известны различные способы изготовления гранулятов, которые также используют для SiO_2 и других стекол. В общем, гранулированную массу создают тем, что удаляют влагу из суспензии. Условия температуры и давления играют при этом важную роль. Дополнительно, стадии удаления влаги можно помочь при помощи механической обработки.

Из DE 19729505 A1 известен способ изготовления гранулята из SiO_2 , в котором водную дисперсию SiO_2 сначала гомогенизируют в аппарате с мешалкой при интенсивном перемешивании, а затем при относительно низкой скорости вращения дисперсию SiO_2 обрабатывают нагретым примерно до 100°C потоком азота. Таким образом, происходит удаление влаги, и в аппарате с мешалкой получается, по существу, непористый гранулят из SiO_2 . Способ является длительным и энергозатратным. В дополнение к этому возникает опасность загрязнения, так как аппарат для гранулирования и вращающаяся чаша близко контактируют с дисперсией SiO_2 в течение всего процесса гранулирования.

Также из US 3401017 известны пигменты из SiO_2 , которые используют, помимо всего прочего, в качестве наполнителя в каучуках и пластмассах. Изготовление этих пигментов из SiO_2 осуществляют, в общем, на следующих стадиях способа: замораживания и размораживания шликера из SiO_2 , а также высушивание осадка SiO_2 после удаления жидкой фазы. По способу в соответствии с US 3401017 седиментационные, также как и компактирующие свойства пигмента из SiO_2 должны улучшаться, благодаря чему затраты на высушивание уменьшаются.

JP 02-199015 A также относится к способу, в котором используют водный шликер из SiO_2 , который замораживают, а затем подвергают воздействию стадии высушивания. Размораживание, с последующим осаждением и концентрированием частиц SiO_2 в размороженном шликере, проводят в “загустителе”. После этого проводят высушивание в фильтрационной сушилке, при помощи термофена и вакуумного насоса. В конце способа получают сухой фильтрационный корж из синтетического кварцевого стекла.

Способ изготовления стеклянного гранулята с использованием замороженной суспензии известен из DE 4100604 C1. Этим способом изготавливают мелкодисперсный стеклянный гранулят, тем, что стеклянный порошок со средним размером частиц диспергируют в водной жидкости для помола с помощью мелющих тел из стекла и измельчают. После отделения мелющих тел стеклянный шликер глубоко замораживают и затем лиофилизируют, причем в глубоком вакууме замороженная жидкость для помола удаляется путем сублимации. Полученный стеклянный гранулят имеет средний размер частиц в диапазоне 0,5-3 мкм. Более мелкие частицы гранулята можно получить только с большими временами помола.

ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБОСНОВАНИЕ

Исходя из вышеуказанного способа гранулирования настоящее изобретение, таким образом, имеет целью создание способа изготовления гранулята из SiO_2 , который особенно простым и рентабельным путем дает мелкодисперсный гранулят высокой чистоты.

Более того, изобретение имеет целью создание подходящего использования гранулята.

ОБЩЕЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Вышеуказанная цель, исходя из типа способа, указанного в начале, решается в соответствии с изобретением тем, что суспензия путем доведения значения pH до более чем 7 содержит бесщелочные основания в форме гидридов азота.

По способу в соответствии с изобретением сначала изготавливают водную суспензию SiO_2 , также называемую шликером из SiO_2 , в емкости, такой, как пластмассовая бутылка, затем глубоко замораживают, а затем размораживают обратно до комнатной температуры. При изготовлении суспензии SiO_2 в соответствии с изобретением в суспензию добавляют добавку бесщелочных оснований в форме гидридов азота. Эти добавки осуществляют доводку значения pH выше 7 и приводят к тому, что гидратная оболочка вокруг частицы SiO_2 разрушается, причем происходит стабилизация суспензии, и крайне однородный шликер сохраняется даже в течение часов. На этой стадии изготовления никаких агломератов SiO_2 на дно сосуд из суспензии SiO_2 не осаждается.

При замораживании или во время процесса размораживания исходные частицы SiO_2 агломерируются и осаждаются в виде мелкодисперсного гранулята на дно емкости. Исходная суспензионная жидкость, т.е. вода с добавками из гидридов азота, представляет собой более или менее прозрачную жидкую фазу над осадком из агломерированных частиц SiO_2 . Таким образом, жидкость можно без труда удалить, например, путем декантации, отсасывания или центрифугирования. В виде осадка остается влажный гранулят из SiO_2 , который необходимо подвергнуть воздействию стадии высушивания для удаления остаточной воды. Получившийся гранулят из SiO_2 с размерами гранул до примерно 700 мкм является достаточно мягким и легко распадается на мелкодисперсные частицы. Полученный гранулят из SiO_2 можно использовать без дополнительных приемов очистки. Было также показано, что путем добавления гидридов азота к шликеру из SiO_2 распределение размеров частиц полученного гранулята из SiO_2 сдвигается в сторону более мелких размеров частиц - то есть крупнозернистую фракцию можно минимизировать.

Для гранулирования не требуется какой-либо мешалки или другого механического приспособления. Замораживание и размораживание шликера можно проводить в той же самой емкости, в которой проводили образование шликера, так, что риск загрязнения при контакте с другими материалами минимизируется. Следовательно, способ по изобретению является особенно пригодным для получения легированных и нелегированных гранулятов из SiO_2 высокой чистоты.

Этот способ изготовления гранулята из SiO_2 является простым, быстрым и надежным.

Примечательное разделение фаз на осадок и жидкую фазу при размораживании, вероятно, связано с сильным изменением объема во время фазового перехода ледяной воды. Сначала шликер из SiO_2 дает коллоидную суспензию, чья стабильность достигается расположением ионов на поверхности частиц SiO_2 . Осаждение путем дачи

возможности водной суспензии SiO_2 пребывать в покое, следовательно, происходит лишь через длительное время, и затем обычно приводит к образованию более или менее жесткого “коржа из SiO_2 ”, но не к мелкодисперсному грануляту. Для способа по изобретению возможно, что во время замораживания образующиеся большие дендритные кристаллы льда разрушают расположение ионов на поверхности частиц SiO_2 и, таким образом, изменяют направление агрегата, в частности, свойства текучести частиц SiO_2 . При размораживании частицы SiO_2 могут легче отделяться друг от друга или осаждаться из-за значительно сниженных сил присоединения на мелкие частицы гранулята, которые легко осаждаются.

Преимущественный вариант осуществления изобретения заключается в том, что содержание воды в суспензии во время замораживания составляет, по меньшей мере, 30 массовых % до максимум 90%, предпочтительно, по меньшей мере, 70 массовых %. Это относительно высокое содержание воды гарантирует хорошее смачивание частиц SiO_2 , так, что большие кристаллы льда могут оказывать свое воздействие при размораживании суспензии. В дополнение, вода обеспечивает гомогенную кашу при изготовлении суспензии SiO_2 . Так как отдельные частицы SiO_2 в суспензии достаточно далеко отделены друг от друга большим содержанием воды, легирующие добавки могут распределяться относительно хорошо, благодаря чему возможно гомогенное легирование. Более того, суспензия SiO_2 с относительно низким содержанием твердых веществ приводит к более мелкодисперсному грануляту.

Более того, оказалось преимущественным проводить замораживание суспензии SiO_2 в диапазоне температур от -5°C до -40°C . Этот диапазон температур представляет собой подходящий компромисс между продуктивностью и энергопотреблением. При температуре чуть ниже 0°C процесс замораживания для полного замораживания суспензии SiO_2 занимает длительное время, и способ имеет склонность являться нерентабельным. Температуры замораживания ниже -40°C являются вполне возможными, но аппаратные затраты, требуемые для этого, являются относительно высокими, однако без какого-либо улучшения эффективности способа по изобретению. Период времени для замораживания суспензии составляет предпочтительно, по меньшей мере, 12 часов; это продолжительность, которую можно интегрировать в стандартные промышленные способы изготовления.

Путем добавления гидридов азота, предпочтительно, в форме аммиака (NH_3), карбоната аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, уротропина ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$) или карбамата аммония ($\text{CH}_6\text{N}_2\text{O}_2$) достижимо значение pH суспензии более чем 7, предпочтительно между 12 и 14, что при добавлении легирующей добавки оказывает благоприятное воздействие на гомогенное распределение. Вышеуказанные добавки приводят к распаду гидратной оболочки вокруг частиц SiO_2 , так что происходит стабилизация суспензии. При добавлении легирующих добавок таковые могут относительно хорошо присоединяться к частицам SiO_2 и распределяться в суспензии.

Добавление одного - двух объемных процентов гидроксида азота, предпочтительно концентрированного раствора аммиака, оказалось особенно эффективным.

Для размораживания оказалось преимущественным, когда это проводят при отстаивании суспензии при комнатной температуре в диапазоне $20-100^\circ\text{C}$. При более высоких температурах уже частично испаряется водная жидкость, так что начинается переход к стадии высушивания, что в некоторых случаях также может являться

преимущественным.

Для ускорения размораживания замороженный шликер из SiO_2 можно обработать микроволнами. Обработка микроволновым излучением малой мощности снижает время размораживания.

Если суспензия содержит растворимые примеси, оказывается преимущественным промывать осадок из агломерированных частиц SiO_2 после отделения жидкой фазы путем суспендирования их в деминерализованной воде (ДМ-воде). Примеси, например, в форме солей, можно легко удалить. Эту процедуру промывания легко осуществить, так как при доливании воды на осадок образуется суспензия SiO_2 , чьи частицы SiO_2 быстро осаждаются и снова образуют осадок. Процесс промывания, таким образом, является выполнимым даже с множественными повторами за короткое время.

Касательно высушивания для удаления остаточной влаги из осадка также является преимущественным выбирать диапазон температур в 100-500°C. Этот диапазон температур перекрывается обычными сушильными шкафами, так что не требуется большого количества оборудования для стадии высушивания. В принципе, осадку из агломерированных частиц SiO_2 также возможно обеспечить линию высушивания в конвейерной печи. Температура, повышенная относительно комнатной температуры, приводит к быстрому высушиванию осадка до желаемого гранулята из SiO_2 .

Для дополнительной оптимизации стадии высушивания было обнаружено, что преимущественным является перемещать осадок механически, например, тем, что аккуратно встряхивать емкость с гранулятом из SiO_2 .

Для высушивания осадка может являться полезным минимизировать содержание остаточной влаги путем фильтрации.

Для дальнейшей оптимизации высушивания осадок агломерированных частиц SiO_2 после удаления жидкой фазы для дальнейшего удаления водной жидкости можно центрифугировать. Центрифугирование сокращает время высушивания, так как жидкость, присутствующая в осадке, уходит в течение нескольких минут. Также при центрифугировании из жидкости спокойно осаждаются самые мелкие взвешенные частицы, так что отделение твердого вещества от жидкости является оптимизированным.

Преимущественный вариант осуществления изобретения заключается в том, что суспензию SiO_2 замораживают в закрытой емкости и размораживают обратно. Таким образом, предотвращается возможное попадание загрязнений во время фазы замораживания и размораживания.

Преимущественно водная суспензия SiO_2 содержит, в дополнение к частицам SiO_2 , также и легирующие добавки.

Способ в соответствии с изобретением является особенно пригодным для изготовления легированного гранулята из SiO_2 , где требования к однородности распределения легирующей добавки являются крайне высокими. Это обычно верно для случая применения в области оптики. В качестве примера можно привести кварцевые стекла для пассивных оптических волноводов, лазерные стекла и стекла для светофильтров.

В этом контексте было показано, что в качестве легирующей добавки используют оксид или несколько оксидов, или предшественники такового, такие, например, как хлориды, выбранные из следующей группы элементов: Al, B, P, Nb, Ta, Mg, Ga, Zn, Ca, Sr, Ba, Cu, Sb, Bi, Ge, Hf, Zr, Ti, также как и все редкоземельные металлы.

Так как количество и гомогенное распределение легирующих добавок для указанных

применений имеют большое значение, способ в соответствии с изобретением на основании гранулирования с замораживанием является пригодным как раз для этой цели, так как минимизируется риск попадания инородных элементов, которые могут влиять на функционирование селективно используемых легирующих добавок.

Гранулят из SiO_2 , полученный по способу в соответствии с изобретением, отличается размером частиц гранулята в диапазоне менее или равном 700 мкм. Эти грануляты являются мягкими и распадаются на мелкие агрегаты при небольшом давлении. Это может представлять собой преимущество при дальнейшей обработке, так как при измельчении мягких зерен гранулята гранулят претерпевает дальнейшее смешивание.

Гранулят из SiO_2 , изготовленный по способу в соответствии с изобретением, в особенности подходит в качестве источника оптически активных материалов для лазерных компонентов, таких, как волоконный лазер, стержневой или дисковый лазер. Более того, эти грануляты из SiO_2 являются пригодными в качестве исходного материала для стекол для светофильтров или для изготовления синтетического внутреннего слоя для тиглей из кварцевого стекла для плавления кремния. В дополнение, следует отметить в качестве применения гранулята из SiO_2 , изготовленного по способу в соответствии с изобретением, также и изготовление деталей из кварцевого стекла для использования в процессах сухого травления в полупроводниковой промышленности. Эти возможности применения в особенности доступны, когда в суспензию SiO_2 добавлены легирующие добавки. Гомогенное распределение легирующей добавки также сохраняется в грануляте, благодаря чему доступны оптимальные возможности для обработки.

ПРИМЕР ВАРИАНТА ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

Далее в настоящем описании изобретение подробно описано с использованием примерного варианта осуществления и чертежей. На них показано:

На Фиг. 1 - блок-схема, демонстрирующая стадии способа для пояснения изготовления гранулята из SiO_2 по изобретению, и

На Фиг. 2 - определение гранулометрического состава изготовленного гранулята из SiO_2 .

Пример 1

Для изготовления гранулята из SiO_2 получают суспензию дискретных частиц SiO_2 в форме агрегатов SiO_2 в ДМ-воде в закупориваемой пластмассовой емкости, например, в бутылке из ПТФЭ с крышкой. К этой суспензии SiO_2 добавляют по каплям концентрированный раствор аммиака, так что значение pH составляет 9,5.

Агрегаты SiO_2 в шликере имеют средний размер частиц в 10 мкм и состоят из первичных частиц SiO_2 с размерами частиц в диапазоне 5 нм - 100 нм.

Содержание твердых веществ в суспензии SiO_2 составляет 12 массовых %. Для гомогенизации суспензию SiO_2 перемешивают в течение нескольких часов и в итоге получают стабильную гомогенную суспензию SiO_2 . Бутылку с суспензией закрывают крышкой или подходящей пленкой и затем глубоко замораживают в морозильнике в течение ночи при -18°C . Для размораживания емкость с замороженной суспензией SiO_2 вынимают из морозильника и размораживают при комнатной температуре.

Во время размораживания агломерированные частицы SiO_2 отделяются от воды в виде осадка, так что в нижней половине емкости откладывается осадок, а над ним - вода в виде более или менее прозрачной жидкости.

Жидкость затем декантируют. Оставшуюся в осадке остаточную воду можно испарить, для чего осадок высушивают в сушильном шкафу при 120°C. Эту стадию высушивания можно ускорить, например, если емкость с влажным осадком аккуратно встряхивать.

Альтернативным способом ускорения процесса высушивания является внесение влажного осадка из агломерированных частиц SiO_2 в центрифугу. При скорости вращения в 5000 об/мин, в зависимости от исходной массы и мощности центрифуги примерно через 5 минут получают практически высушенный гранулят из SiO_2 . Если остаточная влага, остающаяся в грануляте при дополнительной обработке вовсе не нужна, ее можно удалить путем осторожного нагревания в течение очень короткого времени.

На Фиг. 2 показан результат определения гранулометрического состава по способу согласно DIN 66165-2 полученного таким образом гранулята по сравнению с гранулятом из SiO_2 в соответствии со сравнительным примером 2. По осям отложены относительное процентное содержание M (считая на общую массу в массовых процентах) и размер частиц D гранулята из SiO_2 в мкм. Кривая А показывает распределение размеров частиц гранулята из SiO_2 , изготовленного в соответствии с изобретением при содержании остаточной влаги примерно в 40% по сравнению с гранулятом из SiO_2 , который изготавливали при помощи гранулирования с замораживанием, но без добавления гидридов азота к исходной суспензии SiO_2 (кривая В). Оказывается, что гранулят из SiO_2 , изготовленный в соответствии с изобретением, имеет большую долю размеров частиц в диапазоне 300-600 мкм, в то время как гранулят из SiO_2 , который изготавливали без добавления гидридов азота к шликеру из SiO_2 , имеет большую долю крупнозернистой фракции более 800 мкм.

Добавление гидридов азота к шликеру из SiO_2 , таким образом, влияет на распределение размеров частиц полученных гранулятов из SiO_2 в пользу меньших размеров частиц, таким образом, снижая получающуюся крупнозернистую фракцию. Распределение размеров частиц является, в общем, более широким и более гомогенным. Это подтверждает то, что способ в соответствии с изобретением способен дать особенно мелкодисперсные грануляты из SiO_2 .

Изготовленный в соответствии с изобретением гранулят из SiO_2 является пригодным при изготовлении кварцевого стекла высокой чистоты.

Пример 2

Исходя из водной суспензии SiO_2 из примера 1 этот шликер доводят до значения pH в 9,5 путем прибавления концентрированного раствора аммиака по каплям. Затем в гомогенизированную щелочную суспензию SiO_2 вносят легирующие добавки в растворенной форме и водный раствор легирующей добавки из AlCl_3 и YbCl_3 при помощи контролируемого добавления по каплям при постоянном перемешивании.

Затем, как описано в примере 1, этот легированный теперь шликер замораживают и снова размораживают. Твердое вещество при размораживании снова образует осадок, а над ним остается аммиачная жидкость, которую декантируют. Осадок содержит хлорид аммония (NH_4Cl) из реакции аммиака с легирующими добавками. Хлорид аммония можно либо сублимировать при достаточно высоких температурах высушивания, либо отмыть. Для отмывания к осадку добавляют ДМ-воду, влажный

гранулят затем осаждается в виде осадка через короткое время, и растворенные соли аммония удаляют путем декантации надосадочной жидкости. После первоначального процесса замораживания и размораживания частицы SiO_2 - либо легированные, либо нелегированные - демонстрируют сильную склонность к оседанию, так что этот процесс промывания можно повторить при необходимости несколько раз, и это не является отнимающим время.

Полученный гранулят является особенно пригодным для дополнительной переработки в компоненты для оптически активных материалов для лазерных компонентов, таких, как волоконный лазер, также как и для изготовления кварцевого стекла для использования в процессах сухого травления.

Сравнительный пример 1

Суспензию SiO_2 в соответствии с примером 1 не замораживают, но дают ей отстояться в течение нескольких дней в покое. Разделения частиц SiO_2 и водной жидкости не происходит. Для удаления воды шликер высушивают при 120°C в сушильном шкафу в течение 24 часов.

То, что остается, представляет собой “корж из SiO_2 ”, который измельчают в ступке вручную до крупного, хрупкого гранулята. При обработке в ступке также возникает риск того, что в гранулят из SiO_2 попадут загрязнения.

Сравнительный пример 2

Изготавливают водную суспензию SiO_2 из дискретных частиц SiO_2 в форме агрегатов SiO_2 в ДМ-воде в закупориваемой пластмассовой емкости, такой, как бутылка из ПТФЭ с крышкой. Затем суспензию SiO_2 замораживают в морозильнике без добавления гидридов азота. Во время размораживания при комнатной температуре агломерированные частицы SiO_2 отделяются от воды в виде осадка, так что в нижней половине емкости остается осадок, а над ним - вода в виде более или менее прозрачной жидкости.

Жидкость затем декантируют. Остающуюся в осадке остаточную воду можно удалить при высушивании осадка при 120°C в сушильном шкафу.

Шликер из SiO_2 без добавления гидридов азота приводит к относительно жесткому грануляту из SiO_2 , который частично существует в виде небольших комков. Анализ гранулометрического состава согласно Фиг. 2, кривой В показывает высокое содержание крупнозернистой фракции вплоть до 65% для размеров частиц между примерно 800 мкм и >1000 мкм по сравнению с гранулятами, чьим исходным материалом являлся шликер из SiO_2 с добавлением аммиака в качестве гидроксида азота (Фиг. 2, кривая А).

Формула изобретения

1. Способ изготовления гранулята из SiO_2 , включающий в себя создание суспензии, которая содержит частицы SiO_2 в водной жидкости, замораживание суспензии и удаление жидкости, где замороженную суспензию SiO_2 размораживают с образованием жидкой фазы и осадка из агломерированных частиц SiO_2 , жидкую фазу удаляют и осадок для удаления остаточной влаги высушивают с образованием гранулята из SiO_2 , отличающийся тем, что суспензия для доводки pH до значения более 7 содержит добавку бесщелочных оснований в форме гидридов азота.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что содержание воды в суспензии во время заморозки составляет, по меньшей мере, 30 мас. % и максимум 90 мас. %,

предпочтительно, по меньшей мере, 70 мас. %.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что замораживание суспензии SiO_2 проводят в диапазоне температур -5°C - -40°C .

4. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что суспензию замораживают на период времени, по меньшей мере, на 12 часов.

5. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что в качестве гидрида азота добавляют аммиак (NH_3), или карбонат аммония ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$), или уротропин ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$), или карбамат аммония ($\text{CH}_6\text{N}_2\text{O}_2$).

10 6. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что добавляют столько гидрида азота в водную жидкость, что значение pH доводится до диапазона 9,5-14, предпочтительно до значения pH более 12.

7. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что после удаления жидкой фазы осадок из агломерированных частиц SiO_2 промывают путем суспендирования в ДМ-
15 воде.

8. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что для удаления остаточной влаги проводят стадию высушивания осадка в диапазоне температур в $100-500^\circ\text{C}$.

9. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что осадок во время высушивания перемещают.

20 10. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что удаление жидкой фазы включает в себя декантацию с последующим центрифугированием осадка из агломерированных частиц SiO_2 с удалением дополнительной водной жидкости.

11. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что суспензию SiO_2 замораживают в закрытой емкости.

25 12. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что водная суспензия SiO_2 в дополнение к частицам SiO_2 также содержит легирующие добавки.

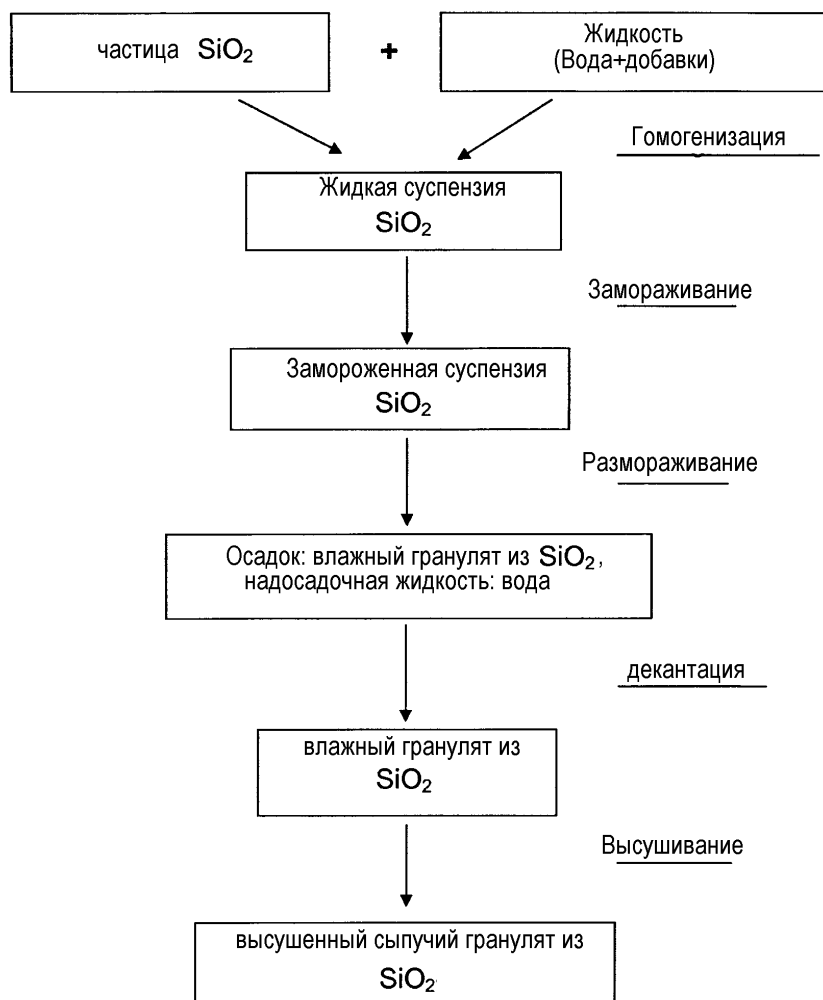
13. Способ по п. 12, отличающийся тем, что в качестве легирующей добавки используют оксид, или несколько оксидов, или предшественники таковых, выбранных
30 из следующей группы элементов: Al, B, P, Nb, Ta, Mg, Ga, Zn, Ca, Sr, Ba, Cu, Sb, Bi, Ge, Hf, Zr, Ti, так же, как и любые редкоземельные металлы.

14. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что получают гранулят из SiO_2 с размером частиц гранулята вплоть до 500 мкм.

15. Применение полученного по способу по п. 12 или 13 гранулята из SiO_2 в качестве
35 исходного материала для оптически активных материалов для лазерных компонентов.

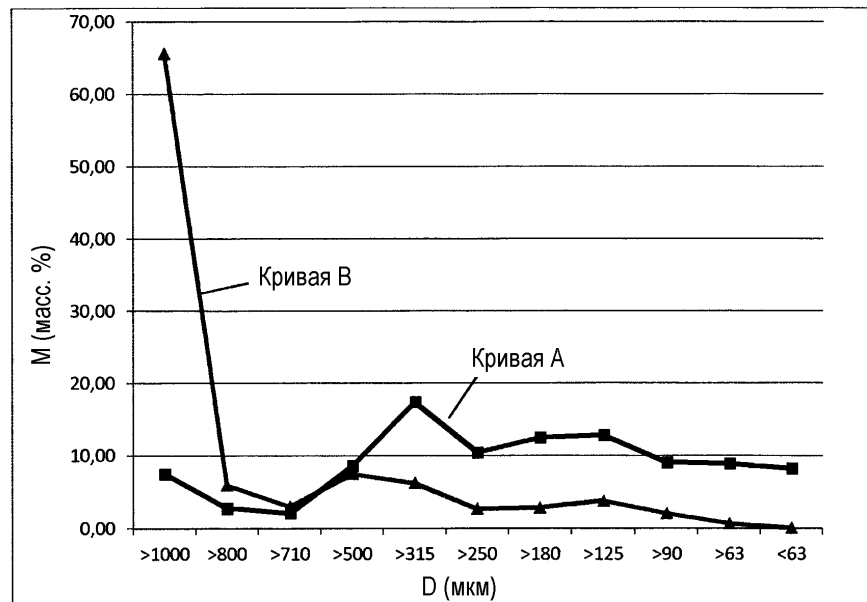
16. Применение полученного по способу по п. 12 или 13 гранулята из SiO_2 в качестве исходного материала для изготовления кварцевого стекла для использования в процессах
40 сухого травления.

1/2



Фиг. 1

2/2



Фиг.2