



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201731781 A

(43)公開日：中華民國 106 (2017) 年 09 月 16 日

(21)申請案號：105141907

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 12 月 16 日

(51)Int. Cl.：

C03B20/00 (2006.01)

C03B5/06 (2006.01)

C03B17/04 (2006.01)

C03B19/10 (2006.01)

C03B37/012 (2006.01)

C03C3/06 (2006.01)

(30)優先權：2015/12/18

歐洲專利局

15201095.5

(71)申請人：何瑞斯廓格拉斯公司 (德國) HERAEUS QUARZGLAS GMBH & CO. KG (DE)
德國

(72)發明人：歐特 馬休斯 OTTER, MATTHIAS (DE)；萊曼 瓦特 LEHMAN, WALTER (DE)；胡乃曼 麥可 HUNERMANN, MICHAEL (DE)；尼爾森 尼爾斯－克理斯提恩 NIELSEN, NILS-CHRISTIAN (DE)；惠比 尼吉爾 羅伯特 WHIPPEY, NIGEL ROBERT (GB)；格羅曼 伯里斯 GROMANN, BORIS (DE)；柯佩巴尼 愛比托－加法 KPEBANE, ABDLOUL-GAFAR (TG)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：18 項 圖式數：10 共 160 頁

(54)名稱

於豎立式燒結坩堝中製備石英玻璃體

PREPARATION OF A QUARTZ GLASS BODY IN A STANDING SINTER CRUCIBLE

(57)摘要

本發明係關於一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟 i.) 提供二氧化矽顆粒，ii.) 在烘爐中自該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體，及 iii.) 自至少一部分該玻璃熔體製造石英玻璃體，其中該烘爐包含豎立式燒結坩堝。本發明進一步關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。本發明進一步關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其各自可藉由進一步加工該石英玻璃體獲得。

The invention relates to a process for the preparation of a quartz glass body comprising the process steps i.) Providing a silicon dioxide granulate, ii.) Making a glass melt out of silicon dioxide granulate in an oven and iii.) Making a quartz glass body out of at least part of the glass melt, wherein the oven comprises a standing sinter crucible. The invention further relates to a quartz glass body which is obtainable by this process. The invention further relates to a light guide, an illuminant and a formed body, which are each obtainable by further processing of the quartz glass body.

指定代表圖：

符號簡單說明：

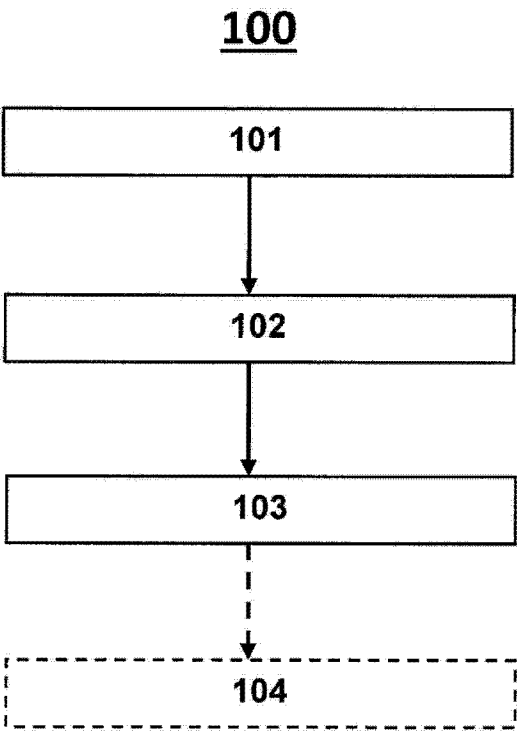
100 . . . 方法

101 . . . 第一步驟

102 . . . 第二步驟

103 . . . 第三步驟

104 . . . 視情況選用
之步驟



【圖1】

201731781

申請日: 105/12/16

【發明摘要】

IPC分類: **C03B 20/00** (2006.01)
C03B 5/06 (2006.01)
C03B 17/04 (2006.01)
C03B 19/10 (2006.01)
C03B 37/012 (2006.01)
C03C 3/06 (2006.01)

【中文發明名稱】

於豎立式燒結坩堝中製備石英玻璃體

【英文發明名稱】

PREPARATION OF A QUARTZ GLASS BODY IN A STANDING
SINTER CRUCIBLE

【中文】

本發明係關於一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟i.)提供二氧化矽顆粒，ii.)在烘爐中自該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體，及iii.)自至少一部分該玻璃熔體製造石英玻璃體，其中該烘爐包含豎立式燒結坩堝。本發明進一步關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。本發明進一步關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其各自可藉由進一步加工該石英玻璃體獲得。

【英文】

The invention relates to a process for the preparation of a quartz glass body comprising the process steps i.) Providing a silicon dioxide granulate, ii.) Making a glass melt out of silicon dioxide granulate in an oven and iii.) Making a quartz glass body out of at least part of the glass melt, wherein the oven comprises a standing sinter crucible. The invention further relates to a quartz glass body which is obtainable by this process. The invention further relates to a light guide, an illuminant and a formed body, which are each obtainable by further processing of the quartz glass body.

【指定代表圖】

圖1

【代表圖之符號簡單說明】

100	方法
101	第一步驟
102	第二步驟
103	第三步驟
104	視情況選用之步驟

【發明說明書】

【中文發明名稱】

於豎立式燒結坩堝中製備石英玻璃體

【英文發明名稱】

PREPARATION OF A QUARTZ GLASS BODY IN A STANDING
SINTER CRUCIBLE

【技術領域】

本發明係關於一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟i.)提供二氧化矽顆粒，ii.)在烘爐中自該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體，及iii.)自至少一部分該玻璃熔體製造石英玻璃體，其中該烘爐包含豎立式燒結坩堝。此外，本發明係關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。此外，本發明係關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其中之每一者可藉由進一步加工該石英玻璃體獲得。

【先前技術】

石英玻璃、石英玻璃產品及含有石英玻璃之產品為吾人所知。同樣，各種製備石英玻璃及石英玻璃體之方法已為吾人所知。儘管如此，仍相當努力地確定可製備甚至更高純度(亦即不存在雜質)之石英玻璃之製備方法。在石英玻璃及其加工產品之許多應用領域中，就例如均質性及純度而言有高要求。對於加工為光導或施照體之石英玻璃，情況尤為如此。此處，雜質可能會導致吸收。此為不利的，因為其導致發射光之色彩變化及衰減。高純度石英玻璃應用之另一實例為半導體製造之製造步驟。此處，玻璃體之每種雜質可能會在半導體中導致缺陷且因此在製造中產生不良品。此等方法中所用之各種各樣的高純度的常常合成之石英玻璃製備起來

很費力。其為貴重的。

此外，對於低價格的上文所提及之高純度的常常合成之石英玻璃及衍生自其之產品，存在市場需求。因此，渴望能夠以比以前更低的價格提供高純度石英玻璃。就此而論，探尋更具成本效益的製備方法以及更便宜的原材料來源兩者。

已知的製備石英玻璃體之方法包含使二氧化矽熔融及自熔體製造石英玻璃體。玻璃體中例如經由包括呈氣泡形式之氣體的不規則性可能會導致玻璃體在負載下、尤其在高溫下失效，或可能會阻止其用於特定目的。用於石英玻璃之原材料中之雜質可能會在石英玻璃中導致裂紋、氣泡、條痕及變色。當用於製備及加工半導體之方法中時，玻璃體中之雜質還可能釋放及轉移至經處理之半導體組件。舉例而言，在蝕刻方法中情況如此且在半導體坯料中產生不良品。與已知製備方法相關之常見問題因此為石英玻璃體之品質不合格。

另一態樣係關於原材料效率。看來有利的為，將石英玻璃及在別處以副產物形式積聚之原材料輸入至石英玻璃產品之較佳工業方法中，而非將此等副產物用作例如建築中之填料或以一定代價將其作為垃圾處置。此等副產物通常在過濾器中以細粉塵形式分離出。細粉塵引入尤其關於健康、工作安全性及處置之其他問題。

【發明內容】

目標

本發明之一目標為至少部分克服目前先進技術中存在之一或多個缺點。

本發明之另一目標為提供具有長久壽命之光導、施照體及組件。術

語組件尤其應理解為包括可用於供化學及/或物理處理步驟用之反應器中之裝置。

本發明之另一目標為提供不含氣泡或具有低氣泡含量之光導、施照體及玻璃組件。

本發明之另一目標為提供具有高透明度之光導及玻璃組件。

本發明之另一目標為提供具有低不透明度之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供具有低衰減之光導。

本發明之另一目標為提供具有高輪廓準確度之光導、施照體及組件。詳言之，本發明之一目標為提供在高溫下不變形之光導、施照體及組件。詳言之，本發明之一目標為提供即使當成型得具有較大尺寸時亦形式穩定之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供防撕裂且防斷裂之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供可高效製備之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供可具成本效益地製備之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供光導、施照體及組件，其製備不需要長久的其他加工步驟(例如回火)。

本發明之另一目標為提供具有高熱衝擊抗性之光導、施照體及組件。詳言之，本發明之一目標為提供在大的熱波動下僅展現極小熱膨脹之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供具有高硬度之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供具有高純度及低外來原子污染之光導、施照體及組件。術語外來原子用以意謂並非有意引入之成分。

本發明之另一目標為提供含有低摻雜材料含量之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標為提供具有高均質性之光導、施照體及組件。性質或材料之均質性為此性質或材料於樣品中之分佈均勻性的量度。

詳言之，本發明之一目標為提供具有高材料均質性之光導、施照體及組件。材料均質性為光導、施照體或半導體裝置中所含元素及化合物，尤其OH、氯、金屬(尤其鋁、鹼土金屬、耐火金屬)及摻雜材料之分佈均勻性的量度。

本發明之另一目標為提供一種適用於光導、施照體及石英玻璃組件中且至少部分解決上文所提及目標中之至少一者、較佳數者的石英玻璃體。

本發明之另一目標為提供一種具有線性形式之石英玻璃體。詳言之，一目標為提供一種具有高彎曲半徑之石英玻璃體。詳言之，另一目標為提供一種具有高纖維捲曲之石英玻璃體。

另一目標為提供一種陽離子遷移儘可能低之石英玻璃體。

另一目標為提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標為提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高折射率均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標為提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高黏度均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標為提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高材料均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標為提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高光學均質性之石英玻璃體。

本發明之另一目標為提供一種具有良好手感之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標為提供一種具有低細粉塵含量之二氧化矽顆粒。

另一目標為提供一種可容易儲存、運輸及傳送之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標為提供一種可使無氣泡石英玻璃體成型之二氧化矽顆粒。本發明之另一目標為提供一種作為散裝材料包含儘可能小的氣體體積之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標為提供一種開孔的二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標為提供一種至少部分解決至少一部分上文所描述目標的可製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可更簡單地製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可連續地製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可藉由連續熔融及成型過程製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可以高速度使石英玻璃體成型之方法。

本發明之另一目標為提供一種可以低不良品率製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可製備可組裝石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可製備石英玻璃體之自動化方法。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，藉此使設備啟動時間較短。

本發明之另一目標為提供一種具有高處理量之製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可加工高離析物體積的製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種可在高溫下操作的製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中組件在方法條件下具有長使用期。

本發明之一特定目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中組件在機械及熱方面高度穩定。

本發明之一特定目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中組件可經修復再使用或其兩者。

本發明之另一目標為提供一種以高表面純度水準製備石英玻璃體之方法。

本發明之一特定目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中來自坩堝之雜質的表面污染水準較低。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其在製造石英玻璃體之後使用而不需要清潔步驟。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其可在高溫梯度下，尤其在坩堝中進行。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中可在多區加熱中加熱二氧化矽直至其熔融為止。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中可將熱

起始材料饋入至坩堝中而不降低系統組件之預期壽命或降低該石英玻璃體之純度。

本發明之另一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，其中二氧化矽顆粒可在熔融烘爐中在其不必須經受事先故意的壓實步驟之情況下例如藉由高於 1000°C 之溫度處理來加工。

詳言之，本發明之一目標為提供一種製備石英玻璃體之方法，藉此可將BET為 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 或大於 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 之二氧化矽顆粒引入至熔融烘爐中、經熔融及加工以獲得石英玻璃體。

另一目標為進一步改良石英玻璃體之可加工性。

另一目標為進一步改良石英玻璃體之可組裝性。

本發明之較佳實施例

至少部分滿足至少一個前述目標之貢獻由獨立技術方案作出。附屬技術方案提供促成至少部分滿足至少一個目標之較佳實施例。

[1] 一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟：

i.) 提供二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒係自熱解二氧化矽製備，其中該二氧化矽顆粒具有以下特徵：

A) 20 至 $50\text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之BET表面積；

B) 50 至 $500\text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之平均粒度；

ii.) 在烘爐中自該二氧化矽顆粒形成玻璃熔體；

iii.) 自該玻璃熔體形成石英玻璃體，

其中該烘爐包含豎立式燒結坩堝。

燒結坩堝為由包含至少一種燒結金屬且密度不大於該金屬理論密度之96%的燒結材料製成之坩堝。較佳地，燒結坩堝藉由在模具中對燒結金

屬進行燒結來製造。燒結坩堝中之燒結材料及燒結金屬不經軋製。

|2| 如實施例|1|之方法，其中該燒結坩堝由包含選自由以下組成之群的燒結金屬之燒結材料製成：鉬、鎢及其組合。

|3| 如前述實施例之方法，其中該燒結坩堝之該燒結金屬的密度為該燒結金屬之理論密度之85%或大於85%。

|4| 如前述實施例中任一項之方法，其中在步驟ii.)之前的BET表面積不減小至小於5 m²/g。

|5| 如上文前述中任一項之方法，其中該豎立式燒結坩堝具有以下特徵中之至少一者：

/a/ 形成為豎立表面之區域；

/b/ 至少兩個密封環作為側部件；

/c/ 噴嘴；

/d/ 心軸；

/e/ 至少一個氣體入口；

/f/ 至少一個氣體出口；

/g/ 蓋。

|6| 如前述實施例中任一項之方法，其中熔融能量係經由固體表面轉移至二氧化矽顆粒。

|7| 如前述實施例中任一項之方法，其中氫氣、氮氣、氬氣或其兩者或多於兩者之組合係存在於該烘爐之氣體空間中。

|8| 如前述實施例中任一項之方法，其中提供二氧化矽顆粒包含以下方法步驟：

I. 提供二氧化矽粉末，其中該二氧化矽粉末具有以下特徵：

- a. 20至60 m^2/g 範圍內之BET表面積，及
- b. 0.01至0.3 g/cm^3 之容積密度；

II 加工該二氧化矽粉末以獲得二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒之粒徑大於該二氧化矽粉末。

其中在加工中，較佳地形成具有擁有球形形態之細粒的二氧化矽顆粒；其中該加工更佳藉由噴霧造粒或滾軋造粒來實現。

|9| 如實施例|8|之方法，其中步驟I.中之該二氧化矽粉末具有以下特徵中之至少一者：

- c. 小於50 ppm之碳含量；
- d. 小於200 ppm之氯含量；
- e. 小於200 ppb之鋁含量；
- f. 小於1 ppm之不同於鋁的金屬之總含量；
- g. 至少70重量%之該等粉末粒子具有10至100 nm範圍內之初始粒度；
- h. 0.001至0.3 g/cm^3 範圍內之夯實密度；
- i. 小於5重量%之殘餘水分含量；
- j. 1至7 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；
- k. 6至15 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；
- l. 10至40 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ；

其中重量%、ppm及ppb各自以該二氧化矽粉末之總質量計。

|10| 如前述實施例中任一項之方法，其中二氧化矽粉末可由選自由矽氧烷、矽醇鹽及矽鹵化物組成之群的化合物來製備。

|11| 如前述實施例中任一項之方法，其中該二氧化矽顆粒具有以下

特徵中之至少一者：

- C) 0.5至1.2 g/cm³範圍內之容積密度；
- D) 小於50 ppm之碳含量；
- E) 小於200 ppb之鋁含量；
- F) 0.7至1.3 g/cm³範圍內之夯實密度；
- G) 0.1至2.5 mL/g範圍內之孔隙體積；
- H) 23至26°範圍內之靜止角，
- I) 50至150 μm範圍內之粒度分佈D₁₀；
- J) 150至300 μm範圍內之粒度分佈D₅₀；
- K) 250至620 μm範圍內之粒度分佈D₉₀，

其中ppm及ppb各自以該二氧化矽顆粒之總質量計。

|12| 根據前述實施例中任一項之方法，其包含以下方法步驟：

iv) 由該石英玻璃體形成具有至少一個開口之中空體。

|13| 一種可藉由如實施例|1|至|12|中任一項之方法獲得之石英玻璃體。

|14| 如實施例|13|之石英玻璃體，其具有以下特徵中之至少一者：

- A] 小於500 ppm之OH含量；
- B] 小於200 ppm之氯含量；
- C] 小於200 ppb之鋁含量；
- D] 小於 $5 \cdot 10^{15}$ /cm³之ODC含量；
- E] 小於1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] $\log_{10} (\eta (1250^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 或 $\log_{10} (\eta (1300^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$

或 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之OH含量A]計，不大於10%之OH含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之Cl含量B]計，不大於10%之Cl含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之Al含量C]計，不大於10%之Al含量標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於1000 ppb之鎢含量；

M] 小於1000 ppb之鉬含量，

其中ppb及ppm各自以該石英玻璃體之總重量計。

|15| 一種製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由如實施例|12|之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 如實施例|13|或|14|中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至來自步驟A/之該中空體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸該前驅體以獲得具有一或數個芯及一夾套M1之光導。

|16| 一種製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由如實施例|12|之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 如實施例|13|或|14|中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

|17| 一種製備成型體之方法，其包含以下步驟：

(1) 提供如實施例|13|或|14|中任一項或可藉由如實施例|1|至|12|中任一項之方法獲得之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

|18| 一種豎立式燒結坩堝之用途，其用於改進石英玻璃體之表面純度，其中該豎立式燒結坩堝具有以下特徵：

- a. 形成為豎立表面之區域；
- b. 至少兩個密封環作為側部件；
- c. 噴嘴。

|19| 一種豎立式燒結坩堝之用途，其用於製備包含選自由光導、燈組成之群的石英玻璃的產物，其中該豎立式燒結坩堝具有以下特徵：

- a. 形成為豎立表面之區域；
- b. 至少兩個密封環作為側部件；
- c. 噴嘴。

總則

在本說明書中，所揭示之範圍亦包括邊界值。關於參數A之形式「在X至Y範圍內」之揭示內容因此意謂，A可取值X、Y及X與Y中間的值。

關於參數A在一側以形式「至多Y」為邊界之範圍相應地意謂值Y及小於Y之值。

發明詳細說明

本發明之第一態樣為一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟：

i.) 提供二氧化矽顆粒；

ii.) 自該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體；及

iii.) 自至少一部分該玻璃熔體製造石英玻璃體，其中烘爐包含豎立式燒結坩堝。。

步驟i.)

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，提供二氧化矽顆粒包含以下方法步驟：

I. 提供二氧化矽粉末；及

II. 加工該二氧化矽粉末以獲得二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒之粒徑大於該二氧化矽粉末。

粉末意謂初始粒度在1至小於100 nm範圍內之乾固體材料粒子。

二氧化矽顆粒可藉由對二氧化矽粉末造粒而獲得。二氧化矽顆粒通常具有 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 或大於 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 之BET表面積及小於 $1.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之密度。造粒意謂使粉末粒子轉變為細粒。在造粒期間，形成稱為「二氧化矽細粒」的多個二氧化矽粉末粒子之簇(亦即較大聚結物)。其通常亦稱為「二氧化矽顆粒粒子」或「顆粒粒子」。總體而言，細粒形成顆粒，例如二氧化矽細粒形成「二氧化矽顆粒」。二氧化矽顆粒之粒徑大於二氧化矽粉末。

使粉末轉變為顆粒之造粒程序稍後將更詳細地描述。

本文中之二氧化矽晶粒意謂可藉由使二氧化矽體、尤其石英玻璃體之尺寸減小而獲得之二氧化矽粒子。二氧化矽晶粒通常具有大於 1.2 g/cm^3 、例如在 1.2 至 2.2 g/cm^3 範圍內且尤其較佳為約 2.2 g/cm^3 之密度。此外，二氧化矽晶粒之BET表面積根據DIN ISO 9277:2014-01所測定較佳通常小於 $1 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

原則上，熟練人員視為適合之所有二氧化矽粒子均可選。較佳為二氧化矽顆粒及二氧化矽晶粒。

粒徑或粒度意謂粒子之根據式 $x_{Ai} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}}$ 以「面積等圓直徑 x_{Ai} 」形式給出的直徑，其中 A_i 表示所觀測粒子藉助於影像分析之表面積。適用於量測之方法為例如ISO 13322-1:2014或ISO 13322-2:2009。諸如「較大粒徑」之比較揭示內容始終意謂，所比較之值係用相同方法量測。

二氧化矽粉末

在本發明之情形下，原則上有可能自天然存在或以合成方式製備之二氧化矽獲得二氧化矽粉末。較佳地，使用合成二氧化矽粉末。尤其較佳地，使用熱解製造的二氧化矽粉末。

二氧化矽粉末可為具有至少兩個粒子之任何二氧化矽粉末。作為製備方法，可使用熟練人員視為盛行於此項技術中且適合之任何方法。

根據本發明之一較佳實施例，二氧化矽粉末在石英玻璃製備中、尤其在其所謂「煙灰體」製備中以副產物形式產生。來自該種來源之二氧化矽通常亦稱為「煙灰粉塵」。

較佳之二氧化矽粉末來源為獲自煙灰體藉由應用火焰水解爐頭之合成製備的二氧化矽粒子。在煙灰體製備中，具有汽缸夾套表面之旋轉運載管沿著一系列爐頭往返移動。可向火焰水解爐頭饋入氧氣及氫氣作為爐氣以

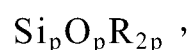
及用於製造二氧化矽初始粒子之原材料。二氧化矽初始粒子較佳具有至多 100 nm 之初始粒度。藉由火焰水解製造之二氧化矽初始粒子凝集或聚結以形成粒度為約 9 μm (DIN ISO 13320:2009-1) 之二氧化矽粒子。在二氧化矽粒子中，二氧化矽初始粒子可藉由掃描電子顯微術藉由其形式來鑑別且可量測初始粒度。一部分二氧化矽粒子沈積於運載管之圍繞其縱軸旋轉的汽缸夾套表面上。以此方式，煙灰體逐層建立。另一部分二氧化矽粒子不沈積於運載管之汽缸夾套表面上，實際上其以粉塵形式積聚於例如過濾器系統中。此另一部分二氧化矽粒子構成通常亦稱為「煙灰粉塵」之二氧化矽粉末。一般而言，在煙灰體製備之情形下，以二氧化矽粒子之總重量計，沈積於運載管上的該部分之二氧化矽粒子大於以煙灰粉塵形式積聚的該部分之二氧化矽粒子。

目前，煙灰粉塵通常以繁重且代價高的方式作為廢棄物處置，或無附加價值地用作例如道路建築中之填料材料、用作染料工業中之添加劑、用作瓷磚工業之原材料及用於製備用於建築地基復原之六氟矽酸。在本發明之情況下，其為適合原材料且可經加工以獲得高品質產品。

藉由火焰水解製備之二氧化矽通常稱為熱解二氧化矽。熱解二氧化矽通常可以非晶二氧化矽初始粒子或二氧化矽粒子形式獲得。

根據一較佳實施例，二氧化矽粉末可藉由自氣體混合物火焰水解而製備。在此情況下，二氧化矽粒子亦在火焰水解中產生且在聚結物或凝集物形成之前取走。此處，先前稱為煙灰粉塵之二氧化矽粉末為主要產物。

適用於產生二氧化矽粉末之原材料較佳為矽氧烷、矽醇鹽及無機矽化合物。矽氧烷意謂直鏈及環狀聚烷基矽氧烷。較佳地，聚烷基矽氧烷具有通式：



其中 p 為至少2、較佳2至10、尤其較佳3至5之整數，且

R 為具有1至8個C原子、較佳具有1至4個C原子之烷基，尤其較佳為甲基。

尤其較佳為選自由以下組成之群之矽氧烷：六甲基二矽氧烷、六甲基環三矽氧烷(D3)、八甲基環四矽氧烷(D4)及十甲基環五矽氧烷(D5)或其兩者或多於兩者之組合。若矽氧烷包含D3、D4及D5，則D4較佳為主要組分。主要組分較佳以至少70重量%、較佳至少80重量%、例如至少90重量%或至少94重量%、尤其較佳至少98重量%之量存在，在各情況下均以二氧化矽粉末之總量計。較佳之矽醇鹽為四甲氧基矽烷及甲基三甲氧基矽烷。較佳的作為二氧化矽粉末原材料之無機矽化合物為矽鹵化物、矽酸鹽、碳化矽及氮化矽。尤其較佳的作為二氧化矽粉末原材料之無機矽化合物為四氯化矽及三氯矽烷。

根據一較佳實施例，二氧化矽粉末可自選自由以下組成之群之化合物製備：矽氧烷、矽醇鹽及矽鹵化物。

較佳地，二氧化矽粉末可自選自由以下組成之群之化合物製備：六甲基二矽氧烷、六甲基環三矽氧烷、八甲基環四矽氧烷及十甲基環五矽氧烷、四甲氧基矽烷及甲基三甲氧基矽烷、四氯化矽及三氯矽烷或其兩者或多於兩者之組合，例如自四氯化矽及八甲基環四矽氧烷製備，尤其較佳自八甲基環四矽氧烷製備。

為了藉由火焰水解自四氯化矽製造二氧化矽，各種參數為重要的。適合氣體混合物之較佳組合物在火焰水解中包含25至40體積%範圍內之氧氣含量。氫氣含量可在45至60體積%範圍內。四氯化矽之含量較佳為5至

30體積%，所有前述體積%均以氣流之總體積計。更佳為氧氣、氫氣及 SiCl_4 的上文所提及體積比例之組合。火焰水解中之火焰較佳具有1500至2500°C範圍內、例如1600至2400°C範圍內、尤其較佳1700至2300°C範圍內之溫度。較佳地，火焰水解中產生之二氧化矽初始粒子在聚結物或凝集物形成之前以二氧化矽粉末形式取走。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽粉末具有以下特徵：

a. 20至60 m^2/g 、例如25至55 m^2/g 或30至50 m^2/g 、尤其較佳20至40 m^2/g 範圍內之BET表面積，及

b. 0.01至0.3 g/cm^3 、例如在0.02至0.2 g/cm^3 範圍內、較佳在0.03至0.15 g/cm^3 範圍內之容積密度。

二氧化矽粉末較佳具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

c. 小於50 ppm、例如小於40 ppm或小於30 ppm、尤其較佳在1 ppb至20 ppm範圍內之碳含量；

d. 小於200 ppm、例如小於150 ppm或小於100 ppm、尤其較佳在1 ppb至80 ppm範圍內之氯含量；

e. 小於200 ppb、例如在1至100 ppb範圍內、尤其較佳在1至80 ppb範圍內之鋁含量；

f. 小於5 ppm、例如小於2 ppm、尤其較佳在1 ppb至1 ppm範圍內之不同於鋁的金屬之總含量；

g. 至少70重量%之粉末粒子具有10至小於100 nm範圍內、例如15至小於100 nm範圍內、尤其較佳20至小於100 nm範圍內之初始粒度；

h. 0.001至0.3 g/cm³範圍內、例如0.002至0.2 g/cm³或0.005至0.1 g/cm³範圍內、較佳0.01至0.06 g/cm³範圍內且較佳0.1至0.2 g/cm³範圍內或0.15至0.2 g/cm³範圍內之夯實密度；

i. 小於5重量%、例如在0.25至3重量%範圍內、尤其較佳在0.5至2重量%範圍內之殘餘水分含量；

j. 1至7 μm範圍內、例如2至6 μm範圍內或3至5 μm範圍內、尤其較佳3.5至4.5 μm範圍內之粒度分佈D₁₀；

k. 6至15 μm範圍內、例如7至13 μm範圍內或8至11 μm範圍內、尤其較佳8.5至10.5 μm範圍內之粒度分佈D₅₀；

l. 10至40 μm範圍內、例如15至35 μm範圍內、尤其較佳20至30 μm範圍內之粒度分佈D₉₀；

其中重量%、ppm及ppb各自以該二氧化矽粉末之總重量計。

二氧化矽粉末含有二氧化矽。較佳地，二氧化矽粉末含有大於95重量%、例如大於98重量%或大於99重量%或大於99.9重量%的比例之二氧化矽，在各情況下均以二氧化矽粉末之總重量計。尤其較佳地，二氧化矽粉末以二氧化矽粉末之總重量計含有大於99.99重量%的比例之二氧化矽。

較佳地，二氧化矽粉末具有小於5 ppm、例如小於2 ppm、尤其較佳小於1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量，在各情況下均以二氧化矽粉末之總重量計。然而通常，二氧化矽粉末具有至少1 ppb之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、銻、銅、鉬、鎢、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

較佳地，二氧化矽粉末具有小於30 ppm、例如小於20 ppm、尤其較佳小於15 ppm之其他成分之總含量，ppm在各情況下均以二氧化矽粉末之總重量計。然而通常，二氧化矽粉末具有至少1 ppb之其他成分之含量。其他成分意謂二氧化矽粉末之不屬於以下群組之所有成分：二氧化矽、氯、鋁、OH-基。

在本文中，當成分為化學元素時，提及成分意謂，其可以元素形式或以離子形式或以化合物或鹽形式存在。舉例而言，術語「鋁」除了金屬鋁之外亦包括鋁鹽、鋁氧化物及鋁金屬錯合物。舉例而言，術語「氯」除了元素氯之外包括氯化物(諸如氯化鈉及氯化氫)。通常，其他成分以與容納其之材料相同的凝集態存在。

在本文中，在成分為化合物或官能基之情況下，提及成分意謂，成分可以所揭示之形式、以帶電化合物形式或以化合物之衍生物形式存在。舉例而言，提及化學材料乙醇除了乙醇之外亦包括乙醇化物(例如乙醇鈉)。提及「OH-基」亦包括矽烷醇、水及金屬氫氧化物。舉例而言，在乙酸之情形下提及衍生物亦包括乙酸酯及乙酸酐。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少70%之粉末粒子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。初始粒度根據ISO 13320:2009-10藉由動態光散射來量測。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少75%之粉末粒子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少80%之粉末粒

子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少85%之粉末粒子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少90%之粉末粒子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，二氧化矽粉末之至少95%之粉末粒子具有小於100 nm、例如在10至100 nm或15至100 nm範圍內且尤其較佳在20至100 nm範圍內之初始粒度。

較佳地，二氧化矽粉末具有1至7 μm 範圍內、例如2至6 μm 範圍內或3至5 μm 範圍內、尤其較佳3.5至4.5 μm 範圍內之粒度 D_{10} 。較佳地，二氧化矽粉末具有6至15 μm 範圍內、例如7至13 μm 範圍內或8至11 μm 範圍內、尤其較佳8.5至10.5 μm 範圍內之粒度 D_{50} 。較佳地，二氧化矽粉末具有10至40 μm 範圍內、例如15至35 μm 範圍內、尤其較佳20至30 μm 範圍內之粒度 D_{90} 。

較佳地，二氧化矽粉末具有20至60 m^2/g 、例如25至55 m^2/g 或30至50 m^2/g 、尤其較佳20至40 m^2/g 範圍內之比表面積(BET表面積)。BET表面積係根據布厄特(Brunauer, Emmet and Teller, BET)方法藉助於基於待量測之表面處之氣體吸收的DIN 66132測定。

較佳地，二氧化矽粉末具有小於7、例如在3至6.5或3.5至6或4至5.5範圍內、尤其較佳在4.5至5範圍內之pH值。pH值可藉助於單桿量測電極

(4%二氧化矽粉末於水中)測定。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合a./b./c.或a./b./f.或a./b./g.，更佳具有特徵組合a./b./c./f.或a./b./c./g.或a./b./f./g.，更佳具有特徵組合a./b./c./f./g.。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合a./b./c.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，且碳含量小於40 ppm。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合a./b./f.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，且不同於鋁的金屬之總含量在1 ppb至1 ppm範圍內。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合a./b./g.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，且至少70重量%之粉末粒子具有20至小於100 nm範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合a./b./c./f.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，碳含量小於40 ppm，且不同於鋁的金屬之總含量在1 ppb至1 ppm範圍內。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合a./b./c./g.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，碳含量小於40 ppm，且至少70重量%之粉末粒子具有20至小於100 nm範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合a./b./f./g.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，不同於鋁的金屬之總含量在1 ppb至1 ppm範圍內，且至少70重量%之粉末粒子具有20至小於100 nm範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末尤其較佳具有特徵組合a./b./c./f./g.，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，容積密度在0.05至0.3 g/mL範圍內，碳含量小於40 ppm，不同於鋁的金屬之總含量在1 ppb至1 ppm範圍內，且至少70重量%之粉末粒子具有20至小於100 nm範圍內之初始粒度。

步驟II.

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽粉末在步驟II中經加工以獲得二氧化矽顆粒，其中二氧化矽顆粒之粒徑大於二氧化矽粉末。出於此目的，熟練人員已知可導致粒徑增加之任何方法均為適合的。

二氧化矽顆粒之粒徑大於二氧化矽粉末之粒徑。較佳地，二氧化矽顆粒之粒徑在二氧化矽粉末之粒徑的500至50,000倍大、例如1,000至10,000倍大、尤其較佳2,000至8,000倍大之範圍內。

較佳地，步驟i.)中提供之至少90%、例如至少95重量%或至少98重量%、尤其較佳至少99重量%或大於99重量%之二氧化矽顆粒由熱解製造的二氧化矽粉末組成，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。

根據本發明，所用二氧化矽顆粒具有以下特徵：

A) 20 m²/g至50 m²/g範圍內之BET表面積；及

B) 50至500 μm範圍內之平均粒度。

二氧化矽顆粒較佳具有至少一種、較佳至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳所有的以下特徵：

C) 0.5至1.2 g/cm³範圍內、例如0.6至1.1 g/cm³範圍內、尤其較佳0.7至1.0 g/cm³範圍內之容積密度；

D) 小於50 ppm之碳含量；

E) 小於200 ppb之鋁含量；

- F) 0.7至1.2 g/cm³範圍內之夯實密度；

G) 0.1至2.5 mL/g範圍內、例如0.15至1.5 mL/g範圍內、尤其較佳0.2至0.8 mL/g範圍內之孔隙體積；

H) 23至26°範圍內之靜止角；

I) 50至150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

J) 150至300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

K) 250至620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ，

其中ppm及ppb各自以該二氧化矽顆粒之總重量計。

較佳地，二氧化矽顆粒之細粒具有球形形態。球形形態意謂粒子之圓形或卵形形式。二氧化矽顆粒之細粒較佳具有0.7至1.3 SPHT3範圍內之平均球度，例如0.8至1.2 SPHT3範圍內之平均球度，尤其較佳0.85至1.1 SPHT3範圍內之平均球度。特徵SPHT3描述於測試方法中。

此外，二氧化矽顆粒之細粒較佳具有0.7至1.3 Symm3範圍內之平均對稱性，例如0.8至1.2 Symm3範圍內之平均對稱性，尤其較佳0.85至1.1 Symm3範圍內之平均對稱性。特徵平均對稱性Symm3描述於測試方法中。

較佳地，二氧化矽顆粒具有小於1000 ppb、例如小於500 ppb、尤其較佳小於100 ppb之不同於鋁的金屬之金屬含量，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。然而通常，二氧化矽顆粒具有至少1 ppb之不同於鋁的金屬之含量。通常，二氧化矽顆粒具有小於1 ppm、較佳在40至900 ppb範圍內、例如在50至700 ppb範圍內、尤其較佳在60至500 ppb範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、鍺、銅、鉬、鈦、鐵及

銻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

二氧化矽顆粒可包含例如呈分子、離子或元素形式之其他成分。較佳地，二氧化矽顆粒包含少於500 ppm、例如少於300 ppm、尤其較佳少於100 ppm之其他成分，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。通常，包含至少1 ppb之其他成分。詳言之，其他成分可選自由以下組成之群：碳、氟化物、碘化物、溴化物、磷或其至少兩者之混合物。

較佳地，二氧化矽顆粒包含少於10 ppm、例如少於8 ppm或少於5 ppm、尤其較佳少於4 ppm之碳，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。通常，二氧化矽顆粒中包含至少1 ppb之碳。

較佳地，二氧化矽顆粒包含少於100 ppm、例如少於80 ppm、尤其較佳少於70 ppm之其他成分，在各情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。然而通常，二氧化矽顆粒中包含至少1 ppb之其他成分。

較佳地，步驟II.包含以下步驟：

II-1.提供液體；

II-2.將該二氧化矽粉末與該液體混合以獲得漿液；

II-3.對該漿液造粒、較佳噴霧乾燥。

在本發明之情形下，液體意謂在1013 hPa之壓力及20°C之溫度下為液體之材料或材料混合物。

在本發明之情形下，「漿液」意謂至少兩種材料之混合物，其中混合物在盛行條件下視為包含至少一種液體及至少一種固體。

適合液體為熟練人員已知且呈現為適用於本申請案之所有材料及材料混合物。較佳地，液體係選自由有機液體及水組成之群。較佳地，二氧

化矽粉末於液體中之溶解度小於0.5 g/L、較佳小於0.25 g/L、尤其較佳小於0.1 g/L，g/L各自以g二氧化矽粉末/l液體形式給出。

較佳之適合液體為極性溶劑。其可為有機液體或水。較佳地，液體係選自由以下組成之群：水、甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、第三丁醇及其多於一者之混合物。尤其較佳地，液體為水。尤其較佳地，液體包含蒸餾水或去離子水。

較佳地，二氧化矽粉末經加工以獲得漿液。二氧化矽粉末在室溫下幾乎不可溶於液體中，但可以高重量比例引入至液體中以獲得漿液。

二氧化矽粉末及液體可以任何方式混合。舉例而言，二氧化矽粉末可添加至液體中，或液體可添加至二氧化矽粉末中。混合物可在添加期間或在添加之後進行攪動。尤其較佳地，混合物係在添加期間及之後進行攪動。攪動之實例為震盪及攪拌或兩者之組合。較佳地，二氧化矽粉末可在攪拌下添加至液體中。此外，較佳地，一部分二氧化矽粉末可添加至液體中，其中由此獲得之混合物經攪動，且混合物隨後與剩餘部分之二氧化矽粉末混合。同樣，一部分液體可添加至二氧化矽粉末中，其中由此獲得之混合物經攪動，且混合物隨後與剩餘部分之液體混合。

藉由混合二氧化矽粉末與液體，獲得漿液。較佳地，漿液為二氧化矽粉末均勻地分佈於液體中之懸浮液。「均勻」意謂，漿液在各位置處之密度及組成與平均密度及平均組成偏差不大於10%，在各情況下均以漿液之總量計。二氧化矽粉末於液體中之均勻分佈可藉由如上文所提及之攪動而製備或獲得或製備且獲得。

較佳地，漿液具有1000至2000 g/L範圍內、例如1200至1900 g/L或1300至1800 g/L範圍內、尤其較佳1400至1700 g/L範圍內之每公升的重

量。每公升的重量藉由稱重體積校準之容器來量測。

根據一較佳實施例，至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵適用於漿液：

- a.) 漿液與塑膠表面接觸地輸送；
- b.) 漿液為剪切的；
- c.) 漿液具有高於0°C、較佳在5至35°C範圍內之溫度；
- d.) 漿液在7之pH值下具有0至-100 mA、例如-20至-60 mA、尤其較佳-30至-45 mA範圍內之 ζ 電位；
- e.) 漿液具有在7或大於7範圍內、例如大於7之pH值，或在7.5至13或8至11、尤其較佳8.5至10範圍內之pH值；
- f.) 漿液具有小於7、例如在1至5範圍內或在2至4範圍內、尤其較佳在3至3.5範圍內之等電點；
- g.) 漿液具有至少40重量%、例如在50至80重量%範圍內或在55至75重量%範圍內、尤其較佳在60至70重量%範圍內之固體含量，在各情況下均以漿液之總重量計；
- h.) 漿液具有500至2000 mPas範圍內、例如600至1700 mPas範圍內、尤其較佳1000至1600 mPas範圍內之根據DIN 53019-1 (5 rpm，30重量%)之黏度；
- i.) 漿液具有3至6範圍內、例如3.5至5範圍內、尤其較佳4.0至4.5範圍內之根據DIN SPEC 91143-2 (30重量%於水中，23°C，5 rpm/50 rpm)之搖變性；
- j.) 漿液中之二氧化矽粒子在4重量%漿液中具有100至500 nm範圍內、例如200至300 nm範圍內之根據DIN ISO 13320-1之懸浮液中平均粒

度。

較佳地，4重量%水性漿液中之二氧化矽粒子具有50至250 nm範圍內、尤其較佳100至150 nm範圍內之粒度 D_{10} 。較佳地，4重量%水性漿液二氧化矽粒子具有100至400 nm範圍內、尤其較佳200至250 nm範圍內之粒度 D_{50} 。較佳地，4重量%水性漿液中之二氧化矽粒子具有200至600 nm範圍內、尤其較佳350至400 nm範圍內之粒度 D_{90} 。粒度係根據DIN ISO 13320-1量測。

「等電點」意謂 ζ 電位之值為0時之pH值。 ζ 電位係根據ISO 13099-2:2012量測。

較佳地，漿液之pH值設定為以上所給範圍內之值。較佳地，pH值可藉由添加例如呈水溶液形式的諸如NaOH或NH₃之材料至漿液中來設定。在此過程期間，漿液通常經攪動。

造粒

二氧化矽顆粒藉由造粒獲自二氧化矽粉末。造粒意謂使粉末粒子轉變為細粒。在造粒期間，稱為「二氧化矽細粒」之較大聚結物藉由使多個二氧化矽粉末粒子聚結而形成。其通常亦稱為「二氧化矽粒子」、「二氧化矽顆粒粒子」或「顆粒粒子」。總體而言，細粒構成顆粒，例如二氧化矽細粒構成「二氧化矽顆粒」。

在本發明之情況下，熟練人員所已知且對其呈現為適用於對二氧化矽粉末造粒之任何造粒方法原則上均可選。造粒方法可歸類為聚結造粒方法或加壓造粒方法，且進一步歸類為濕式及乾式造粒方法。已知方法為造粒板中滾軋造粒、噴霧造粒、離心粉碎、流體化床造粒、利用造粒磨機之造粒方法、壓實、滾軋加壓、製團、結疤或擠壓。

較佳地，二氧化矽顆粒在加工中成型，具有球形形態；其中該方法更佳藉由噴霧造粒或滾軋造粒執行。更佳地，具備具有球形形態之細粒的二氧化矽顆粒構成至多50%之細粒、較佳至多40%之細粒、更佳至多20%之細粒，更佳地，0與50%之間、0與40%之間或0與20%之間或10與50%之間、10與40%之間或10與20%之間的細粒不具有球形形態，百分比在各情況下均以顆粒中細粒之總數目計。具有球形形態之細粒具有本說明書中所描述之SPHT3值。

噴霧乾燥

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒藉由對漿液噴霧造粒而獲得。噴霧造粒亦稱為噴霧乾燥。

噴霧乾燥較佳於噴霧塔中實現。在噴霧乾燥中，漿液較佳安置在壓力下在升高之溫度下。加壓漿液隨後經由噴嘴減壓且因此噴霧至噴霧塔中。隨後，液滴形成，其立即乾燥且首先形成乾微小粒子(「核心」)。微小粒子與施加至粒子之氣流一起形成流體化床。以此方式，其以浮動狀態維持且可由此形成用於乾燥其他液滴之表面。

漿液噴霧至噴霧塔中所經之噴嘴較佳形成至噴霧塔內部之入口。

噴嘴較佳在噴霧期間具有與漿液之接觸表面。「接觸表面」意謂在噴霧期間噴嘴與漿液接觸之區域。通常，至少一部分噴嘴形成為在噴霧期間漿液被引導所經之管，以使得中空管之內側與漿液接觸。

接觸表面較佳包含玻璃、塑膠或其組合。較佳地，接觸表面包含玻璃、尤其較佳石英玻璃。較佳地，接觸表面包含塑膠。原則上，熟練人員所已知的在方法溫度下穩定且不會使任何外來原子傳至漿液之所有塑膠均為適合的。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚

物，尤其較佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其兩者或多於兩者之組合的均聚物或共聚物。較佳地，接觸表面由玻璃、塑膠或其組合製成，例如選自由石英玻璃及聚烯烴組成之群，尤其較佳選自由石英玻璃及包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其兩者或多於兩者之組合的均聚物或共聚物組成之群。較佳地，接觸表面不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈇、鋳及錳。

原則上，噴嘴之接觸表面及其他部件有可能由相同或不同材料製成。較佳地，噴嘴之其他部件包含與接觸表面相同之材料。噴嘴之其他部件同樣有可能包含與接觸表面不同之材料。舉例而言，接觸表面可塗佈有適合材料，例如玻璃或塑膠。

較佳地，以噴嘴之總重量計，噴嘴有大於70重量%、例如大於75重量%或大於80重量%或大於85重量%或大於90重量%或大於95重量%、尤其較佳大於99重量%由選自由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合組成之群的物料製成。

較佳地，噴嘴包含噴嘴板。噴嘴板較佳由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合製成。較佳地，噴嘴板由玻璃、尤其較佳石英玻璃製成。較佳地，噴嘴板由塑膠製成。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤其較佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其兩者或多於兩者之組合的均聚物或共聚物。較佳地，噴嘴板不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈇、鋳及錳。

較佳地，噴嘴包含螺桿絞扭器。螺桿絞扭器較佳由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合製成。較佳地，螺桿絞扭器由玻璃、尤其較佳石英玻璃製成。較佳地，螺桿絞扭器由塑膠製成。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至

少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤其較佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其兩者或多於兩者之組合的均聚物或共聚物。較佳地，螺桿絞扭器不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈇、鋳及錳。

此外，噴嘴可包含其他構成部件。較佳之其他構成部件為噴嘴體(尤其較佳為包圍螺桿絞扭器及噴嘴板之噴嘴體)、十字件及隔板。較佳地，噴嘴包含一或多種、尤其較佳所有的其他構成部件。其他構成部件可彼此獨立地原則上由熟練人員所已知且適用於此目的之任何材料製成，例如由包含金屬之材料、玻璃或塑膠製成。較佳地，噴嘴體由玻璃、尤其較佳石英玻璃製成。較佳地，其他構成部件由塑膠製成。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤其較佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其兩者或多於兩者之組合的均聚物或共聚物。較佳地，其他成分不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈇、鋳及錳。

較佳地，噴霧塔包含氣體入口及氣體出口。氣體可經由氣體入口引入至噴霧塔之內部，且其可經由氣體出口排出。亦有可能將氣體經由噴嘴引入至噴霧塔中。同樣，氣體可經由噴霧塔之出口排出。此外，氣體較佳可經由噴嘴及噴霧塔之氣體入口引入，且經由噴霧塔之出口及噴霧塔之氣體出口排出。

較佳地，在噴霧塔之內部存在選自以下之氛圍：空氣、惰性氣體、至少兩種惰性氣體或空氣與至少一種惰性氣體之組合，較佳空氣與至少一種惰性氣體之組合，且較佳至少兩種惰性氣體。惰性氣體較佳係選自由以下組成之清單：氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣。舉例而言，在噴霧塔之內部存在空氣、氮氣或氬氣，尤其較佳空氣。

更佳地，噴霧塔中存在之氛圍為部分氣流。氣流較佳經由氣體入口引入至噴霧塔中且經由氣體出口排出。亦有可能經由噴嘴引入部分氣流且經由固體出口排出部分氣流。氣流可接納噴霧塔中之其他成分。此等其他成分可來自噴霧乾燥期間之漿液且轉移至氣流。

較佳地，乾氣流饋入至噴霧塔。乾氣流意謂在噴霧塔中設定得低於冷凝點之溫度下具有一定相對濕度之氣體或氣體混合物。100%之相對空氣濕度對應於在20°C下為17.5 g/m³之水含量。氣體較佳經預溫熱至150至450°C、例如200至420°C或300至400°C、尤其較佳350至400°C範圍內之溫度。

噴霧塔之內部較佳為溫度可控的。較佳地，噴霧塔之內部溫度具有至多550°C、例如300至500°C、尤其較佳350至450°C之值。

氣流較佳在氣體入口處具有150至450°C、例如200至420°C或300至400°C、尤其較佳350至400°C範圍內之溫度。

在固體出口處、在氣體出口處或在兩種位置處排出之氣流較佳具有小於170°C、例如50至150°C、尤其較佳100至130°C之溫度。

此外，引入時氣流與排出時氣流之間的溫度差較佳在100至330°C、例如150至300°C範圍內。

由此獲得之二氧化矽細粒以二氧化矽粉末之個別粒子之聚結物形式存在。二氧化矽粉末之個別粒子於聚結物中繼續可辨識。二氧化矽粉末之粒子之平均粒度較佳在10至1000 nm範圍內，例如在20至500 nm或30至250 nm或35至200 nm或40至150 nm範圍內，或尤其較佳在50至100 nm範圍內。此等粒子之平均粒度係根據DIN ISO 13320-1量測。

噴霧乾燥可在助劑存在下執行。原則上，熟練人員所已知且呈現為

適用於本申請案之所有材料均可用作助劑。作為輔助材料，可考慮例如所謂的黏合劑。適合黏合材料之實例為金屬氧化物，諸如氧化鈣；金屬碳酸鹽，諸如碳酸鈣；及多醣，諸如纖維素、纖維素醚、澱粉及澱粉衍生物。

尤其較佳地，噴霧乾燥在本發明之情形下在無助劑之情況下執行。

較佳地，在自噴霧塔移出二氧化矽顆粒之前、之後或之前及之後，將其一部分分離出。為了分離出，熟練人員所已知且呈現為適合之所有方法均可考慮在內。較佳地，分離出係藉由篩檢或篩分來實現。

較佳地，在自噴霧塔移出已藉由噴霧乾燥形成之二氧化矽顆粒之前，具有小於 $50\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度、例如具有小於 $70\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度、尤其較佳具有小於 $90\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度的粒子藉由篩檢而分離出。篩檢較佳使用漩渦配置實現，該漩渦配置較佳配置於噴霧塔之下部區域中、尤其較佳於噴霧塔之出口上方。

較佳地，在自噴霧塔移出二氧化矽顆粒之後，具有大於 $1000\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度、例如具有大於 $700\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度、尤其較佳具有大於 $500\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度的粒子藉由篩分而分離出。粒子之篩分原則上可根據熟練人員所已知且適用於此目的之所有方法實現。較佳地，篩分係使用振動式滑槽實現。

根據一較佳實施例，經由噴嘴將漿液噴霧乾燥至噴霧塔中之特徵在於至少一種、例如兩種或三種、尤其較佳所有的以下特徵：

a] 在噴霧塔中噴霧造粒；

b] 在噴嘴處存在不大於40巴、例如在1.3至20巴、1.5至18巴或2至15巴或4至13巴範圍內、或尤其較佳在5至12巴範圍內之漿液壓力，其中壓力係以絕對項(相對於 $p = 0\text{ hPa}$)給出；

c] 液滴在進入噴霧塔中時在 10 至 50°C 範圍內、較佳在 15 至 30°C 範圍

內、尤其較佳在18至25℃範圍內之溫度；

d] 在噴嘴導向噴霧塔之側在100至450℃範圍內、例如在250至440℃範圍內、尤其較佳為350至430℃之溫度；

e] 在0.05至1 m³/h範圍內、例如在0.1至0.7 m³/h或0.2至0.5 m³/h範圍內、尤其較佳在0.25至0.4 m³/h範圍內之漿液通過噴嘴的處理量；

f] 至少40重量%、例如在50至80重量%範圍內或在55至75重量%範圍內、尤其較佳在60至70重量%範圍內之漿液固體含量，在各情況下均以漿液之總重量計；

g] 10至100 kg/min範圍內、例如20至80 kg/min或30至70 kg/min範圍內、尤其較佳40至60 kg/min範圍內之至噴霧塔中的氣體流入；

h] 氣流在進入噴霧塔中時在100至450℃範圍內、例如在250至440℃範圍內、尤其較佳為350至430℃之溫度；

i] 氣流在自噴霧塔離開處低於170℃之溫度；

j] 氣體係選自由以下組成之群：空氣、氮氣及氦氣或其兩者或多於兩者之組合；較佳為空氣；

k] 顆粒在自噴霧塔移出時小於5重量%、例如小於3重量%或小於1重量%或在0.01至0.5重量%範圍內、尤其較佳在0.1至0.3重量%範圍內之殘餘水分含量，在各情況下均以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計；

l] 以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少50重量%之噴霧顆粒完成1至100 s範圍內、例如10至80 s時段、尤其較佳經25至70 s時段之飛行時間；

m] 以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少50重量%

之噴霧顆粒覆蓋大於20 m、例如大於30 m或大於50 m或大於70 m或大於100 m或大於150 m或大於200 m或在20至200 m或10至150 m或20至100 m範圍內、尤其較佳在30至80 m範圍內之飛行路徑；

n] 噴霧塔具有圓柱形幾何形狀；

o] 大於10 m、例如大於15 m或大於20 m或大於25 m或大於30 m或在10至25 m範圍內、尤其較佳在15至20 m範圍內之噴霧塔高度；

p] 在自噴霧塔移出顆粒之前篩檢出具有小於90 μm 之尺寸的粒子；

q] 在自噴霧塔移出顆粒之後較佳在振動式滑槽中篩分出具有大於500 μm 之尺寸的粒子；

r] 漿液之液滴自噴嘴之離開與豎直呈30至60度之角度、尤其較佳與豎直呈45度之角度進行。

豎直意謂重力向量之方向。

飛行路徑意謂漿液之液滴自自用以形成顆粒的噴霧塔之氣體腔室中之噴嘴離開達至完成飛行及下落動作所覆蓋的路徑。飛行及下落動作經常以顆粒與噴霧塔之底板衝擊或顆粒與已位於噴霧塔底板上之其他細粒衝擊告終，無論何種情況首先發生。

飛行時間為顆粒覆蓋噴霧塔中之飛行路徑所需之時段。較佳地，細粒在噴霧塔中具有螺旋飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少60重量%之噴霧顆粒覆蓋大於20 m、例如大於30 m或大於50 m或大於70 m或大於100 m或大於150 m或大於200 m或在20至200 m或10至150 m或20至100 m範圍內、尤其較佳在30至80 m範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少70重

量%之噴霧顆粒覆蓋大於20 m、例如大於30 m或大於50 m或大於70 m或大於100 m或大於150 m或大於200 m或在20至200 m或10至150 m或20至100 m範圍內、尤其較佳在30至80 m範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少80重量%之噴霧顆粒覆蓋大於20 m、例如大於30 m或大於50 m或大於70 m或大於100 m或大於150 m或大於200 m或在20至200 m或10至150 m或20至100 m範圍內、尤其較佳在30至80 m範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少90重量%之噴霧顆粒覆蓋大於20 m、例如大於30 m或大於50 m或大於70 m或大於100 m或大於150 m或大於200 m或在20至200 m或10至150 m或20至100 m範圍內、尤其較佳在30至80 m範圍內之平均飛行路徑。

滾軋造粒

根據本發明之本發明第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒係藉由對漿液滾軋造粒而獲得。

滾軋造粒藉由在升高之溫度下在氣體存在下攪拌漿液來執行。較佳地，滾軋造粒在裝配有攪拌工具之攪拌容器中實現。較佳地，攪拌容器與攪拌工具相反地旋轉。較佳地，攪拌容器另外包含二氧化矽粉末可引入至攪拌容器中所經之入口、二氧化矽顆粒可移出所經之出口、氣體入口及氣體出口。

為了攪拌漿液，較佳使用銷式攪拌工具。銷式攪拌工具意謂裝配有多個細長銷之攪拌工具，該等銷之縱軸與攪拌工具之旋轉軸同軸。銷之軌跡較佳圍繞旋轉軸呈同軸圓跡線。

較佳地，漿液設定為小於7之pH值，例如2至6.5範圍內之pH值，尤

其較佳4至6範圍內之pH值。為了設定pH值，較佳使用無機酸，例如選自由以下組成之群之酸：鹽酸、硫酸、硝酸及磷酸，尤其較佳為鹽酸。

較佳地，在攪拌容器中存在選自以下之氛圍：空氣、惰性氣體、至少兩種惰性氣體或空氣與至少一種惰性氣體之組合，較佳兩種惰性氣體。惰性氣體較佳係選自由以下組成之清單：氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣。舉例而言，空氣、氮氣或氬氣，尤其較佳空氣存在於攪拌容器中。

此外，較佳地，攪拌容器中存在之氛圍為部分氣流。氣流較佳經由氣體入口引入至攪拌容器中且經由氣體出口排出。氣流可接納攪拌容器中之其他成分。此等其他成分可來源於滾軋造粒中之漿液且轉移至氣流中。

較佳地，乾氣流引入至攪拌容器。乾氣流意謂在攪拌容器中設定得低於冷凝點之溫度下具有一定相對濕度之氣體或氣體混合物。氣體較佳經預溫熱至50至300°C、例如80至250°C、尤其較佳100至200°C範圍內之溫度。

較佳地，對於每1 kg之所用漿液，10至150 m³氣體/h、例如20至100 m³氣體/h、尤其較佳30至70 m³氣體/h引入至攪拌容器中。

在混合期間，漿液藉由氣流乾燥以形成二氧化矽細粒。所形成之顆粒自攪拌容器移出。

較佳地，所移出之顆粒經進一步乾燥。較佳地，乾燥係連續地例如在旋轉窯中實現。用於乾燥之較佳溫度在80至250°C範圍內，例如在100至200°C範圍內，尤其較佳在120至180°C範圍內。

在本發明之情形下，對於方法而言之連續意謂其可連續地操作。此意謂，方法中所涉及之材料引入及移出可在方法正運行之同時持續地實

現。不需要為此而中斷該方法。

作為物品之屬性，例如關於「連續烘爐」，連續意謂此物品經組態，其方式為使得於其中執行之方法或於其中執行之方法步驟可連續執行。

獲自滾軋造粒之顆粒可經篩分。篩分在乾燥之前或之後進行。較佳地，其在乾燥之前篩分。較佳地，具有小於50 μm 之粒度、例如具有小於80 μm 之粒度、尤其較佳具有小於100 μm 之粒度的細粒篩分出。此外，較佳地，具有大於900 μm 之粒度、例如具有大於700 μm 之粒度、尤其較佳具有大於500 μm 之粒度的細粒篩分出。較大粒子之篩出原則上可根據熟練人員所已知且適用於此目的之任何方法執行。較佳地，較大粒子之篩出藉助於振動式滑槽執行。

根據一較佳實施例，滾軋造粒特徵在於至少一種、例如兩種或三種、尤其較佳所有的以下特徵：

- [a] 造粒係在旋轉攪拌容器中執行；
- [b] 造粒係在每小時及每1 kg漿液為10至150 kg氣體之氣流中執行；
- [c] 引入時之氣體溫度為40至200°C；
- [d] 具有小於100 μm 且大於500 μm 之粒度的細粒篩分出；
- [e] 所形成之細粒具有15至30重量%之殘餘水分含量；

[f] 所形成之細粒在80至250°C下較佳在連續乾燥管中乾燥至尤其較佳小於1重量%之殘餘水分含量。

較佳地，亦稱為二氧化矽顆粒I的藉由造粒、較佳藉由噴霧造粒或滾軋造粒而獲得之二氧化矽細粒在其經加工以獲得石英玻璃體之前經處理。此預處理可滿足促進加工獲得石英玻璃體或影響所得石英玻璃體之性質的各種目的。舉例而言，二氧化矽顆粒I可經壓實、純化、表面改質或乾

燥。

較佳地，二氧化矽顆粒I可經歷熱處理、機械處理或化學處理或兩種或多於兩種處理之組合，其中獲得二氧化矽顆粒II。

化學處理

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒I具有碳含量 $w_{C(I)}$ 。碳含量 $w_{C(I)}$ 較佳小於50 ppm，例如在5至45 ppm或15至40 ppm範圍內，尤其較佳在25至35 ppm範圍內，其各自以二氧化矽顆粒I之總重量計。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒I包含至少兩個粒子。較佳地，至少兩個粒子可相對於彼此執行運動。作為引起相對運動之方式，原則上熟練人員所已知且其看來適合之所有方式均可考慮。尤其較佳為混合。混合原則上可以任何方式執行。較佳地，進料烘爐經選擇用於此。因此，至少兩個粒子較佳可藉由在進料烘爐中、例如在旋轉窯中受攪動而相對於彼此執行運動。

進料烘爐意謂烘爐之裝載及卸載(所謂裝料)連續執行的烘爐。進料烘爐之實例為旋轉窖、翻轉式爐、帶式傳送式烘爐、傳送式烘爐、連續推進式爐。較佳地，為了處理二氧化矽顆粒I，使用旋轉窖。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒I經反應物處理以獲得二氧化矽顆粒II。處理經執行以便改變二氧化矽顆粒中某些材料之濃度。二氧化矽顆粒I可具有含量應降低之雜質或某些官能基，諸如：OH基、含碳化合物、過渡金屬、鹼金屬及鹼土金屬。雜質及官能基可來源於起始材料或可在方法過程中引入。二氧化矽顆粒I之處理可供各種目的用。舉例而言，利用經處理之二氧化矽顆粒I (亦即二氧化矽顆粒II)可

簡化二氧化矽顆粒加工以獲得石英玻璃體。此外，此選擇可用以調節所得石英玻璃體之性質。舉例而言，二氧化矽顆粒I可經純化或表面改質。二氧化矽顆粒I之處理亦可用於改良所得石英玻璃體之性質。

較佳地，氣體或多種氣體之組合適用作反應物。此亦稱為氣體混合物。原則上，熟練人員所已知的已知可用於規定處理且看來適合之所有氣體均可使用。較佳地，利用選自由以下組成之群之氣體： HCl 、 Cl_2 、 F_2 、 O_2 、 O_3 、 H_2 、 C_2F_4 、 C_2F_6 、 HClO_4 、空氣、惰性氣體(例如 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 、 Kr)或其兩者或多於兩者之組合。較佳地，處理係在一氣體或兩種或多於兩種氣體之組合存在下執行。較佳地，處理係在氣體逆向流或氣體同向流中執行。

較佳地，反應物係選自由以下組成之群： HCl 、 Cl_2 、 F_2 、 O_2 、 O_3 或其兩者或多於兩者之組合。較佳地，上文所提及氣體中之兩者或多於兩者之混合物用於處理二氧化矽顆粒I。經由存在F、Cl或兩者，二氧化矽顆粒I中所含作為雜質之金屬(諸如過渡金屬、鹼金屬及鹼土金屬)可移除。就此而論，上文所提及之金屬可在方法條件下與氣體混合物之成分一起轉化以獲得氣體化合物，該等氣體化合物隨後抽取出且因此不再存在於顆粒中。此外，較佳地，二氧化矽顆粒I中之OH含量可藉由用此等氣體處理二氧化矽顆粒I而降低。

較佳地， HCl 與 Cl_2 之氣體混合物用作反應物。較佳地，氣體混合物具有1至30體積%範圍內、例如2至15體積%範圍內、尤其較佳3至10體積%範圍內之 HCl 含量。同樣，氣體混合物較佳具有20至70體積%範圍內、例如25至65體積%範圍內、尤其較佳30至60體積%範圍內之 Cl_2 含量。達至100體積%之剩餘部分可由一或多種惰性氣體(例如 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 、

Kr)或空氣組成。較佳地，反應物中惰性氣體之比例在0至小於50體積%範圍內，例如在1至40體積%或5至30體積%範圍內，尤其較佳在10至20體積%範圍內，在各情況下均以反應物之總體積計。

O₂、C₂F₂或其與Cl₂之混合物較佳用於純化已由矽氧烷或多種矽氧烷之混合物製備的二氧化矽顆粒I。

呈氣體或氣體混合物形式之反應物較佳以處理量在50至2000 L/h範圍內、例如在100至1000 L/h範圍內、尤其較佳在200至500 L/h範圍內之氣流或部分氣流形式與二氧化矽顆粒接觸。接觸之較佳實施例為氣流與二氧化矽顆粒於進料烘爐中(例如於旋轉窯中)之接觸。接觸之另一較佳實施例為流體化床方法。

經由用反應物處理二氧化矽顆粒I，獲得具有碳含量w_{C(2)}之二氧化矽顆粒II。以各別二氧化矽顆粒之總重量計，二氧化矽顆粒II之碳含量w_{C(2)}小於二氧化矽顆粒I之碳含量w_{C(1)}。較佳地，w_{C(2)}比w_{C(1)}小0.5至99%、例如0.5至50%或1至45%、尤其較佳1.5至40%。

熱處理

較佳地，二氧化矽顆粒I另外經歷熱處理或機械處理或此等處理之組合。此等額外處理中之一或多者可在反應物處理之前或期間執行。或者或另外，額外處理亦可對二氧化矽顆粒II執行。在下文中，術語「二氧化矽顆粒」包含替代例「二氧化矽顆粒I」及「二氧化矽顆粒II」。同樣有可能對「二氧化矽顆粒I」或對經處理之二氧化矽顆粒I（「二氧化矽顆粒II」）執行下文中描述之處理。

二氧化矽顆粒之處理可供各種目的用。舉例而言，此處理促進二氧化矽顆粒加工以獲得石英玻璃體。處理亦可影響所得玻璃體之性質。舉例

而言，二氧化矽顆粒可經壓實、純化、表面改質或乾燥。就此而論，比表面積(BET)可減小。同樣，容積密度及平均粒度可歸因於二氧化矽粒子之聚結而增加。熱處理可動態或靜態地執行。

在動態熱處理中，於其中二氧化矽顆粒可在被攪動之同時經熱處理的所有烘爐原則上均為適合的。在動態熱處理中，較佳使用進料烘爐。

二氧化矽顆粒於動態熱處理中之較佳平均保持時間為量相關的。較佳地，二氧化矽顆粒於動態熱處理中之平均保持時間在10至180 min範圍內，例如在20至120 min或30至90 min範圍內。尤其較佳地，二氧化矽顆粒於動態熱處理中之平均保持時間在30至90 min範圍內。

在連續方法之情況下，規定比例之二氧化矽顆粒流用作用於量測保持時間之樣品負載，例如公克、千克或公噸。保持時間之開始及結束由引入至連續烘爐操作中及自連續烘爐操作離開確定。

較佳地，用於動態熱處理之連續方法中二氧化矽顆粒之處理量在1至50 kg/h範圍內，例如在5至40 kg/h或8至30 kg/h範圍內。尤其較佳地，此處處理量在10至20 kg/h範圍內。

在用於動態熱處理之非連續方法之情況下，處理時間以烘爐之裝載與後續卸載之間的時間段形式給出。

在用於動態熱處理之非連續方法之情況下，處理量在1至50 kg/h範圍內，例如在5至40 kg/h或8至30 kg/h範圍內。尤其較佳地，處理量在10至20 kg/h範圍內。處理量可使用經處理一小時的確定量之樣品負載實現。根據另一實施例，處理量可經由每小時多個負載實現，其中單一負載之重量對應於每小時處理量除以負載之數目。在此情況下，處理時間對應於截至60分鐘給出之小時的分率除以每小時負載之數目。

較佳地，二氧化矽顆粒之動態熱處理在至少500℃、例如在510至1700℃ 或550至1500℃ 或580至1300℃ 範圍內、尤其較佳在600至1200℃ 範圍內之烘爐溫度下執行。

通常，烘爐在烘爐室中具有指示溫度。較佳地，以整個處理時段及整個烘爐長度計以及在處理時間中之每一點以及在烘爐中之每一位置，此溫度與指示溫度相比向下或向上偏離小於10%。

或者，詳言之，二氧化矽顆粒之動態熱處理之連續方法可在不同烘爐溫度下執行。舉例而言，烘爐在處理時段內可具有恆定溫度，其中溫度在烘爐長度上各區段中變化。該等區段可具有相同長度或不同長度。較佳地，在此情況下，溫度自烘爐之入口至烘爐之出口增加。較佳地，入口處之溫度比出口處低至少100℃，例如低150℃ 或低200℃ 或低300℃ 或低400℃。此外，較佳地，入口處之溫度較佳為至少500℃，例如在510至1700℃ 或550至1500℃ 或580至1300℃ 範圍內，尤其較佳在600至1200℃ 範圍內。此外，較佳地，入口處之溫度較佳為至少300℃，例如為400至1000℃ 或450至900℃ 或500至800℃ 或550至750℃，尤其較佳為600至700℃。此外，烘爐入口處給出之溫度範圍中之每一者可與烘爐出口處給出之溫度範圍中之每一者組合。較佳之烘爐入口溫度範圍與烘爐出口溫度範圍之組合為：

烘爐入口溫度範圍[℃]	烘爐出口溫度範圍[℃]
400 - 1000	510 - 1300
450 - 900	550 - 1260
480 - 850	580 - 1200
500 - 800	600 - 1100
530 - 750	630 - 1050

在二氧化矽顆粒之靜態熱處理中，較佳使用配置於烘爐中之坩堝。

適合坩堝為燒結坩堝或金屬片坩堝。燒結坩堝為由包含至少一種燒結金屬之燒結材料製成且密度不大於該金屬理論密度之96%的坩堝。燒結坩堝中之燒結材料及燒結金屬不經軋製。稱為金屬片坩堝之坩堝包含一或多個軋製金屬片。一般而言，軋製金屬片坩堝由多個鉚接在一起之板片製成。坩堝材料之實例為耐火金屬，尤其鎢、鉬及鈮。坩堝此外可由石墨製成，或為耐火金屬之坩堝可內襯有石墨箔之情況。此外，較佳地，坩堝可由二氧化矽製成。尤其較佳地，利用二氧化矽坩堝。

二氧化矽顆粒於靜態熱處理中之平均保持時間為量相關的。較佳地，就20 kg量之二氧化矽顆粒I而言，二氧化矽顆粒於靜態熱處理中之平均保持時間在10至180 min範圍內，例如在20至120 min範圍內，尤其較佳在30至90 min範圍內。

較佳地，二氧化矽顆粒之靜態熱處理在至少800°C、例如在900至1700°C或950至1600°C或1000至1500°C或1050至1400°C範圍內、尤其較佳在1100至1300°C範圍內之烘爐溫度下執行。

較佳地，二氧化矽顆粒I之靜態熱處理在恆定烘爐溫度下執行。靜態熱處理亦可在變化之烘爐溫度下執行。較佳地，在此情況下，溫度在處理期間增加，其中在處理開始時溫度比結束時低至少50°C，例如低70°C或低80°C或低100°C或低110°C，且其中在結束時溫度較佳為至少800°C，例如在900至1700°C或950至1600°C或1000至1500°C或1050至1400°C範圍內，尤其較佳在1100至1300°C範圍內。

機械處理

根據另一較佳實施例，二氧化矽顆粒I可經機械處理。機械處理可經執行以便增加容積密度。機械處理可與上文所提及之熱處理組合。機械處

理可避免二氧化矽顆粒之聚結物，且因此避免二氧化矽顆粒中之個別經處理二氧化矽細粒之平均粒度變得過大。聚結物之增大可能會阻礙進一步加工，或對藉由本發明方法製備之石英玻璃體之性質具有不利影響，或具有兩種效應之組合。二氧化矽顆粒之機械處理亦促進個別二氧化矽細粒之表面與氣體之均勻接觸。此尤其藉由同時機械處理及用一或多種氣體化學處理來實現。以此方式，化學處理之效應可改良。

二氧化矽顆粒之機械處理可藉由例如經由使旋轉窯之管旋轉使兩個或多於兩個二氧化矽細粒相對於彼此移動來執行。

較佳地，二氧化矽顆粒I經化學處理、熱處理及機械處理。較佳地，對二氧化矽顆粒I同時執行化學處理、熱處理及機械處理。

在化學處理中，二氧化矽顆粒I中雜質之含量降低。為此，二氧化矽顆粒I可在旋轉窯中在升高之溫度下及在含氯氣及氧氣之氛圍下經處理。二氧化矽顆粒I中存在之水蒸發，有機材料反應以形成CO及CO₂。金屬雜質可轉化為揮發性含氯化合物。

較佳地，二氧化矽顆粒I在含氯氣及氧氣之氛圍中在旋轉窯中在至少500°C之溫度下、較佳在550至1300°C或600至1260°C或650至1200°C或700至1000°C溫度範圍中、尤其較佳在700至900°C溫度範圍中經處理。含氯氣之氛圍含有例如HCl或Cl₂或兩者之組合。此處理導致碳含量降低。

此外，較佳地，鹼及鐵雜質減少。較佳地，實現OH基數目之減少。在低於700°C之溫度下，處理時段可能悠久；在高於1100°C之溫度下，存在如下風險：顆粒之孔隙閉合，截留氯或氣態氯化物。

較佳地，亦有可能依序執行多個化學處理步驟，各自與熱處理及機械處理同時進行。舉例而言，二氧化矽顆粒I可首先在含氯氣氛圍中及隨

後在含氧氣氛圍中經處理。由其所致的碳、羥基及氯之低濃度促進二氧化矽顆粒II之熔化。

根據另一較佳實施例，步驟II.2)特徵在於至少一種以下特徵、例如至少兩種或至少三種以下特徵、尤其較佳所有的以下特徵之組合：

N1) 反應物包含HCl、Cl₂或其組合；

N2) 處理係在旋轉窯中執行；

N3) 處理係在600至900°C範圍內之溫度下執行；

N4) 反應物形成逆向流；

N5) 反應物具有50至2000 L/h、較佳100至1000 L/h、尤其較佳200至500 L/h範圍內之氣流；

N6) 反應物具有0至小於50體積%範圍內之惰性氣體體積比例。

較佳地，二氧化矽顆粒I之粒徑大於二氧化矽粉末之粒徑。較佳地，二氧化矽顆粒I之粒徑為二氧化矽粉末之粒徑的至多300倍大，例如至多250倍大或至多200倍大或至多150倍大或至多100倍大或至多50倍大或至多20倍大或至多10倍大，尤其較佳2至5倍大。

以此方式獲得之二氧化矽顆粒亦稱為二氧化矽顆粒II。尤其較佳地，二氧化矽顆粒II係在旋轉窯中藉助於熱處理、機械處理及化學處理之組合獲自二氧化矽顆粒I。

步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒較佳選自由以下組成之群：二氧化矽顆粒I、二氧化矽顆粒II及其組合。

「二氧化矽顆粒I」意謂藉由對經由使矽化合物在燃料氣火焰中熱解而獲得的二氧化矽粉末造粒而製造之二氧化矽顆粒。較佳之燃料氣為氫氧氣體、天然氣或甲烷氣體，尤其較佳為氫氧氣體。

「二氧化矽顆粒II」意謂藉由對二氧化矽顆粒I後處理而製造之二氧化矽顆粒。可能的後處理為化學處理、熱處理及/或機械處理。此在描述提供二氧化矽顆粒(本發明之第一態樣之方法步驟II.)之情形下詳細描述。

尤其較佳地，步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒為二氧化矽顆粒I。二氧化矽顆粒I具有以下特徵：

[A] 20至50 m^2/g 範圍內、例如20至40 m^2/g 範圍內、尤其較佳25至35 m^2/g 範圍內之BET表面積；其中微孔比例較佳佔4至5 m^2/g 範圍內、例如4.1至4.9 m^2/g 範圍內、尤其較佳4.2至4.8 m^2/g 範圍內之BET表面積；及

[B] 180至300 μm 範圍內之平均粒度。

較佳地，二氧化矽顆粒I特徵在於至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

[C] 0.5至1.2 g/cm^3 範圍內、例如0.6至1.1 g/cm^3 範圍內、尤其較佳0.7至1.0 g/cm^3 範圍內之容積密度；

[D] 小於50 ppm、例如小於40 ppm或小於30 ppm或小於20 ppm或小於10 ppm、尤其較佳在1 ppb至5 ppm範圍內之碳含量；

[E] 小於200 ppb、較佳小於100 ppb、例如小於50 ppb或為1至200 ppb或15至100 ppb、尤其較佳在1至50 ppb範圍內之鋁含量；

[F] 0.5至1.2 g/cm^3 範圍內、例如0.6至1.1 g/cm^3 範圍內、尤其較佳0.75至1.0 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

[G] 0.1至1.5 mL/g 範圍內、例如0.15至1.1 mL/g 範圍內、尤其較佳0.2至0.8 mL/g 範圍內之孔隙體積；

[H] 小於200 ppm、較佳小於150 ppm、例如小於100 ppm或小於50 ppm或小於1 ppm或小於500 ppb或小於200 ppb或在1 ppb至小於200 ppm

或1 ppb至100 ppm或1 ppb至1 ppm或10 ppb至500 ppb或10 ppb至200 ppb範圍內、尤其較佳為1 ppb至80 ppb之氯含量；

[I] 小於1000 ppb、較佳在1至900 ppb範圍內、例如在1至700 ppb範圍內、尤其較佳在1至500 ppb範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

[J] 小於10重量%、較佳在0.01重量%至5重量%範圍內、例如為0.02至1重量%、尤其較佳為0.03至0.5重量%之殘餘水分含量；

其中重量%、ppm及ppb各自以二氧化矽顆粒I之總重量計。

OH含量或羥基含量意謂材料(例如二氧化矽粉末、二氧化矽顆粒或石英玻璃體)中之OH基含量。OH基含量以光譜方式在紅外線中藉由比較第一及第三OH帶量測。

氯含量意謂二氧化矽顆粒、二氧化矽粉末或石英玻璃體中元素氯或氯離子之含量。

鋁含量意謂二氧化矽顆粒、二氧化矽粉末或石英玻璃體中元素鋁或鋁離子之含量。

較佳地，二氧化矽顆粒I具有4至5 m^2/g 範圍內、例如4.1至4.9 m^2/g 範圍內、尤其較佳4.2至4.8 m^2/g 範圍內之微孔比例。

二氧化矽顆粒I較佳具有2.1至2.3 g/cm^3 範圍內、尤其較佳2.18至2.22 g/cm^3 範圍內之密度。

二氧化矽顆粒I較佳具有180至300 μm 範圍內、例如220至280 μm 範圍內、尤其較佳230至270 μm 範圍內之平均粒度。

二氧化矽顆粒I較佳具有150至300 μm 範圍內、例如200至280 μm 範圍內、尤其較佳230至270 μm 範圍內之粒度 D_{50} 。此外，較佳地，二氧化矽顆粒I具有50至150 μm 範圍內、例如100至150 μm 範圍內、尤其較佳

120至150 μm 範圍內之粒度 D_{10} 。此外，較佳地，二氧化矽顆粒I具有250至620 μm 範圍內、例如300至550 μm 範圍內、尤其較佳300至450 μm 範圍內之粒度 D_{90} 。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]或[A]/[B]/[E]或[A]/[B]/[G]，更佳特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]或[A]/[B]/[C]/[G]或[A]/[B]/[E]/[G]，更佳特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]/[G]。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，且容積密度在0.6至1.1 g/mL 範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[E]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，且鋁含量在1至50 ppb範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[G]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，且孔隙體積在0.2至0.8 mL/g 範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，容積密度在0.6至1.1 g/mL 範圍內，且鋁含量在1至50 ppb範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[G]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，容積密度在0.6至1.1 g/mL 範圍內，且孔隙體積在0.2至0.8 mL/g 範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[E]/[G]，其中BET表面積在20至40 m^2/g 範圍內，平均粒度在180至300 μm 範圍內，鋁含量在1至50

ppb範圍內，且孔隙體積在0.2至0.8 mL/g範圍內。

二氧化矽顆粒I較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]/[G]，其中BET表面積在20至40 m²/g範圍內，平均粒度在180至300 μm範圍內，容積密度在0.6至1.1 g/mL範圍內，鋁含量在1至50 ppb範圍內，且孔隙體積在0.2至0.8 mL/g範圍內。

粒度意謂二氧化矽粉末、漿液或二氧化矽顆粒中存在之凝集初始粒子之粒度。平均粒度意謂指定材料之所有粒度之算術平均值。D₅₀值指示，以粒子之總數目計，50%之粒子小於指定值。D₁₀值指示，以粒子之總數目計，10%之粒子小於指定值。D₉₀值指示，以粒子之總數目計，90%之粒子小於指定值。粒度根據ISO 13322-2:2006-11藉由動態光分析方法來量測。

此外，尤其較佳地，步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒為二氧化矽顆粒II。二氧化矽顆粒II具有以下特徵：

(A) 10至35 m²/g範圍內、例如10至30 m²/g範圍內、尤其較佳20至30 m²/g範圍內之BET表面積；及

(B) 100至300 μm範圍內、例如150至280 μm或200至270 μm範圍內、尤其較佳230至260 μm範圍內之平均粒度。

較佳地，二氧化矽顆粒II具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

(C) 0.7至1.2 g/cm³範圍內、例如0.75至1.1 g/cm³範圍內、尤其較佳0.8至1.0 g/cm³範圍內之容積密度；

(D) 小於5 ppm、例如小於4.5 ppm或在1 ppb至4 ppm範圍內、尤其較佳小於4 ppm之碳含量；

(E) 小於200 ppb、例如小於150 ppb或小於100 ppb或為1至150 ppb或1至100 ppb、尤其較佳在1至80 ppb範圍內之鋁含量；

(F) 0.7至1.2 g/cm³範圍內、例如0.75至1.1 g/cm³範圍內、尤其較佳0.8至1.0 g/cm³範圍內之夯實密度；

(G) 0.1至2.5 mL/g範圍內、例如0.2至1.5 mL/g範圍內、尤其較佳0.4至1 mL/g範圍內之孔隙體積；

(H) 小於500 ppm、較佳小於400 ppm、例如小於350 ppm或較佳小於330 ppm或在1 ppb至500 ppm或10 ppb至450 ppm範圍內、尤其較佳為50 ppb至300 ppm之氯含量；

(I) 小於1000 ppb、例如在1至400 ppb範圍內、尤其較佳在1至200 ppb範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

(J) 小於3重量%、例如在0.001重量%至2重量%範圍內、尤其較佳為0.01至1重量%之殘餘水分含量，

其中重量%、ppm及ppb各自以二氧化矽顆粒II之總重量計。

較佳地，二氧化矽顆粒II具有1至2 m²/g範圍內、例如1.2至1.9 m²/g範圍內、尤其較佳1.3至1.8 m²/g範圍內之微孔比例。

二氧化矽顆粒II較佳具有0.5至2.0 g/cm³範圍內、例如0.6至1.5 g/cm³、尤其較佳0.8至1.2 g/cm³之密度。密度係根據測試方法中所描述之方法量測。

二氧化矽顆粒II較佳具有150至300 μm範圍內、例如200至280 μm範圍內、尤其較佳230至270 μm範圍內之粒度D₅₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒II具有50至150 μm範圍內、例如100至150 μm範圍內、尤其較佳120至150 μm範圍內之粒度D₁₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒II具有250

至620 μm 範圍內、例如300至550 μm 範圍內、尤其較佳300至450 μm 範圍內之粒度 D_{90} 。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)或(A)/(B)/(F)或(A)/(B)/(I)，更佳特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)或(A)/(B)/(D)/(I)或(A)/(B)/(F)/(I)，更佳特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)/(I)。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，且碳含量小於4 ppm。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(F)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，且夯實密度在0.8至1.0 g/mL範圍內。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(I)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，且不同於鋁的金屬之金屬含量在1至400 ppb範圍內。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，碳含量小於4 ppm，且夯實密度在0.8至1.0 g/mL範圍內。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(I)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，碳含量小於4 ppm，且不同於鋁的金屬之金屬含量在1至400 ppb範圍內。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(F)/(I)，其中BET表面積在10至30 m^2/g 範圍內，平均粒度在150至280 μm 範圍內，夯實密度在0.8至1.0 g/mL範圍內，且不同於鋁的金屬之金屬含量在1至400 ppb範圍內。

二氧化矽顆粒II較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)/(I)，其中BET表面積在10至30 m²/g範圍內，平均粒度在150至280 μm範圍內，碳含量小於4 ppm，夯實密度在0.8至1.0 g/mL範圍內，且不同於鋁的金屬之金屬含量在1至400 ppb範圍內。

步驟ii.)

根據步驟ii.)，自二氧化矽顆粒形成玻璃熔體。通常，使二氧化矽顆粒升溫直至獲得玻璃熔體。使二氧化矽顆粒升溫以獲得玻璃熔體原則上可藉由熟練人員已知用於此目的之任何方式執行。

用於製備玻璃熔體之V-Zug

玻璃熔體例如藉由升溫自二氧化矽顆粒之形成可藉由連續方法執行。在根據本發明之用於製備石英玻璃體之方法中，二氧化矽顆粒較佳可連續引入至烘爐中或玻璃熔體可自烘爐連續移出或兩種情況皆存在。尤其較佳地，二氧化矽顆粒連續引入至烘爐中且玻璃熔體自烘爐連續移出。

為此，具有至少一個入口及至少一個出口之烘爐原則上為適合的。入口意謂二氧化矽及視情況其他材料可引入至烘爐中所經之開口。出口意謂至少一部分二氧化矽可自烘爐移出所經之開口。烘爐可例如豎直或水平地配置。較佳地，烘爐係豎直地配置。較佳地，至少一個入口位於至少一個出口上方。「上方」關於烘爐之夾具及特徵、尤其關於入口及出口意謂，配置於另一者「上方」之夾具或特徵具有高於零絕對高度之較高位置。「豎直」意謂直接接合烘爐之入口與出口之線與重力方向偏離不大於30°。

根據本發明，烘爐包含豎立式燒結坩堝。將二氧化矽顆粒引入至豎立式燒結坩堝中且升溫以獲得玻璃熔體。

燒結坩堝意謂由包含至少一種燒結金屬之燒結材料製成且其中燒結金屬之密度不大於該金屬理論密度之96%的坩堝。材料之理論密度等於不含孔隙之100%密封材料的密度。燒結金屬意謂藉由燒結金屬粉末而獲得之合金金屬。

較佳地，燒結坩堝之燒結材料具有為燒結材料之理論密度的85%或大於85%之密度，例如85%至95%或90%至94%、尤其較佳91%至93%之密度。

燒結材料原則上可由熟練人員所已知且適用於熔融二氧化矽之任何材料製成。較佳地，燒結材料由選自由耐火金屬組成之群之元素、石墨或內襯有石墨箔之材料中之至少一者製成。

較佳地，燒結材料包含選自由以下組成之群之第一燒結金屬：鉬、鎢及其組合。此外，較佳地，燒結材料另外包含至少一種不同於第一燒結金屬的其他耐火金屬，尤其較佳選自由以下組成之群：鉬、鎢、鎳、鐵、鈮、鈦或其兩者或多於兩者之組合。

較佳地，燒結材料包含鉬與耐火金屬或鎢與耐火金屬之合金。尤其較佳之合金金屬為鎳、鐵、鈮、鈦或其兩者或多於兩者之組合。根據另一實例，燒結材料包含鉬與鎢、鎳、鐵、鈮、鈦或其兩者或多於兩者之組合的合金。舉例而言，燒結材料可包含鎢與鉬、鎳、鐵、鈮、鈦或其兩者或多於兩者之組合的合金。

根據另一較佳實施例，上文所描述之燒結材料可包括包含耐火金屬、尤其鎳、鐵、鈮、鈦或其兩者或多於兩者之組合的塗層。根據一較佳實例，塗層包含鎳、鐵、鈮、鈦、鉬或鎢或其兩者或多於兩者之組合。

較佳地，燒結材料與其塗層具有不同組成。一實例為包含鉬塗佈有

一或多層銻、鐵、鉍、鈮、鎢或其兩者或多於兩者之組合的燒結材料。根據另一實例，包含鎢之燒結材料塗佈有一或多層銻、鐵、鉍、鈮、鉬或其兩者或多於兩者之組合。根據另一實例，燒結材料可由與銻合金化之鉬或與銻合金化之鎢製成，且於坩堝之內側上塗佈有包含銻、鐵、鉍、鈮或包含其兩者或多於兩者之組合的一或多層。

較佳地，燒結坩堝藉由對燒結材料進行燒結以獲得模具來進行。燒結坩堝可在模具中整體製得。亦有可能燒結坩堝之個別部件在模具中製得且隨後經加工以獲得燒結坩堝。較佳地，坩堝由多於一個部件(例如底板及一或多個側部件)製成。側部件較佳基於坩堝之周長以單件製得。較佳地，燒結坩堝可由多個配置於彼此頂上之側部件製成。較佳地，燒結坩堝之側部件藉助於旋擰或藉助於舌槽連接而密封。旋擰較佳藉由製得在邊界處具有螺紋之側部件而實現。在舌槽連接之情況下，兩個待接合之側部件各自在邊界處具有凹口，舌片作為連接第三部件引入至該凹口中，使得形封閉型連接垂直於坩堝壁之平面形成。尤其較佳地，燒結坩堝由多於一個側部件、例如兩個或多於兩個側部件、尤其較佳三個或多於三個側部件製成。尤其較佳地，豎立式燒結坩堝之部件藉助於舌槽連接而連接。

底板原則上可藉由熟練人員所已知且適用於此目的之任何方式與坩堝壁連接。根據一較佳實施例，底板具有朝外之螺紋且底板藉由旋擰至其中與坩堝壁連接。根據另一較佳實施例，底板藉助於螺絲與坩堝壁連接。根據另一較佳實施例，例如藉由使底板位於坩堝壁之朝內凸緣上，底板懸浮於燒結坩堝中。根據另一較佳實施例，至少一部分坩堝壁與經壓實底板以單件燒結。尤其較佳地，豎立式燒結坩堝之底板與坩堝壁藉助於舌槽連接而連接。

較佳地，燒結坩堝所包含之底板比側面更厚，例如為1.1至20倍厚或1.2至10倍厚或1.5至7倍厚，尤其較佳為2至5倍厚。較佳地，側面在燒結坩堝之周長及高度上具有恆定壁厚。

燒結坩堝具有噴嘴。噴嘴由噴嘴材料製成。較佳地，噴嘴材料包含預壓實的材料，例如密度在大於95%、例如98至100%、尤其較佳99至99.999%範圍內，在各情況下均以噴嘴材料之理論密度計。較佳地，噴嘴材料包含耐火金屬，例如鉬、鎢或其與一耐火金屬之組合。鉬為尤其較佳之噴嘴材料。較佳地，包含鉬之噴嘴可具有為理論密度之100%的密度。

懸掛式燒結坩堝可以熟練人員所已知且其看來適合之任何方式加熱。懸掛式燒結坩堝可例如感應或電阻地加熱。在感應加熱之情況下，能量經由燒結坩堝之側壁中之線圈直接引入且自其傳遞至坩堝之內部。在電阻加熱之情況下，能量係藉由輻射引入，藉以固體表面自外部升溫且能量自其傳遞至內部。較佳地，燒結坩堝經感應加熱。

根據本發明之一較佳實施例，向燒結坩堝中之能量轉移並非藉由使用火焰(諸如定向至燒結坩堝中或至燒結坩堝上之爐頭火焰)使燒結坩堝或其中存在之散裝材料或兩者升溫來執行。

較佳地，燒結坩堝具有一個或多於一個加熱區，例如一個或兩個或三個或多於三個加熱區，較佳一個或兩個或三個加熱區，尤其較佳一個加熱區。燒結坩堝之加熱區可達至相同溫度或不同溫度。舉例而言，所有加熱區均可達至一個溫度，或所有加熱區可達至不同溫度，或兩個或多於兩個加熱區可達至一個溫度且一或多個加熱區可彼此獨立地達至其他溫度。較佳地，所有加熱區達至不同溫度，舉例而言，加熱區之溫度沿二氧化矽顆粒之材料輸送方向升高。

豎立式燒結坩堝意謂豎立式配置於烘爐中的先前所描述類型之燒結坩堝。

較佳地，豎立式燒結坩堝具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳所有的以下特徵：

/a/ 作為站立區域形成之區域，較佳於坩堝底座上作為站立區域形成之區域，更佳於坩堝底板中作為站立區域形成之區域，尤其較佳於坩堝底座外邊緣處作為站立區域形成之區域；

/b/ 至少兩個密封在一起之環作為側部件，較佳至少兩個藉助於舌槽連接密封在一起之環作為側部件；

/c/ 噴嘴，較佳永久性連接至坩堝、尤其較佳坩堝底座之不作為站立區域形成之區域的噴嘴；

/d/ 心軸，例如用銷固定至噴嘴之心軸或用銷固定至蓋之心軸或用支撐棒自坩堝下面連接之心軸；

/e/ 至少一個氣體入口，例如呈填注管形式或獨立入口形式；

/f/ 至少一個氣體出口，例如呈坩堝之蓋或壁中之獨立出口形式；

/g/ 蓋。

豎立式燒結坩堝較佳在烘爐中與烘爐下面之區域中具有氣體隔室之分隔。烘爐下面之區域意謂所移出之玻璃熔體存在於其中的噴嘴下面之區域。較佳地，氣體隔室由坩堝所站立於之表面分隔。烘爐內壁與坩堝外壁之間的烘爐氣體隔室中存在之氣體無法滲漏至烘爐下面之區域中。所移出之玻璃熔體不接觸烘爐氣體隔室之氣體。較佳地，自燒結坩堝呈豎立式配置之烘爐移出之玻璃熔體及由其成型之石英玻璃體的表面純度高於自燒結坩堝呈懸掛式配置之烘爐移出之熔體及由其成型之石英玻璃體。

較佳地，坩堝與烘爐之入口及出口連接，其方式為使得二氧化矽顆粒可經由坩堝入口且經由烘爐入口進入坩堝中且玻璃熔體可經由坩堝出口及烘爐出口移出。

較佳地，除了至少一個入口之外，坩堝包含至少一個開口、較佳多個開口，氣體可經由該或該等開口引入及移出。較佳地，坩堝包含至少兩個開口，藉以至少一個可用作氣體入口且至少一個可用作氣體出口。較佳地，使用至少一個開口作為氣體入口及至少一個開口作為氣體出口在坩堝中產生氣流。

二氧化矽顆粒經由坩堝入口引入至坩堝中且隨後在坩堝中經升溫。升溫可在一氣體或兩種或多於兩種氣體之氣體混合物存在下執行。此外，在升溫期間，連接至二氧化矽顆粒之水可轉移至氣相且形成另一氣體。氣體或兩種或多於兩種氣體之混合物存在於坩堝之氣體隔室中。坩堝之氣體隔室意謂坩堝內部之不由固相或液相佔用之區域。適合氣體為例如氫氣、惰性氣體以及其兩者或多於兩者。惰性氣體意謂高達 2400°C 之溫度下不會與坩堝中存在之材料反應的彼等氣體。較佳之惰性氣體為氫氣、氮氣、氬氣、氦氣、氖氣及氙氣，尤其較佳為氫氣及氮氣。較佳地，升溫係在還原氛圍中執行。此可藉助於氫氣或氫氣與惰性氣體之組合(例如氫氣與氮氣或氫氣與氬氣或氫氣與氦氣或氫氣與氖氣之組合，尤其較佳氫氣與氮氣之組合)提供。

較佳地，空氣、氧氣及水作為氫氣、至少一種惰性氣體之交換；或作為氫氣與至少一種惰性氣體之組合之交換的至少部分氣體交換係對二氧化矽顆粒執行。至少部分氣體交換係在二氧化矽顆粒引入期間或在升溫之前或在升溫期間或在前述活動中之至少兩者期間對二氧化矽顆粒執行。較

佳地，二氧化矽顆粒經升溫以在氫氣及至少一種惰性氣體(例如氫氣或氮氣)之氣流中熔融。

較佳地，氣體在經由氣體出口離開時之露點低於 0°C 。露點意謂一溫度，低於該溫度時在固定壓力下一部分所討論之氣體或氣體混合物冷凝。一般而言，此意謂水冷凝。露點係根據方法章節中所描述之測試方法用露點鏡式濕度計量測。

較佳地，烘爐具有至少一個氣體出口，其中所見之熔融坩堝較佳亦具有至少一個氣體出口，經由該至少一個氣體出口氣體引入至烘爐中且在烘爐運行期間形成之氣體經移出。烘爐可另外具有至少一個專用氣體入口。或者或另外，氣體可經由亦稱為固體入口之入口，例如與二氧化矽粒子一起或預先、隨後或藉由前述可能性中之兩者或多於兩者之組合而引入。

較佳地，經由氣體出口自烘爐移出之氣體在經由氣體出口自烘爐離開時具有低於 0°C 、例如低於 -10°C 或低於 -20°C 之露點。露點係根據方法章節中所描述之測試方法在5至20毫巴之輕微過壓下量測。適合量測裝置為例如來自公司Michell Instruments GmbH, D-61381 Friedrichsdorf之「Optidew」裝置。

氣體之露點較佳在距烘爐之氣體出口10 cm或大於10 cm之距離的量測位置處量測。通常，此距離在10 cm與5 m之間。在此距離範圍(此處稱為「離開時」)中，量測位置距烘爐之氣體出口之距離對於露點量測之結果無關緊要。氣體藉由流體連接(例如於軟管或管子中)傳送至量測位置。氣體在量測位置處之溫度通常在10與 60°C 之間，例如為20至 50°C ，尤其為20至 30°C 。

適合氣體及氣體混合物已進行描述。在單獨測試之情形下確定上文所揭示之值適用於所提及氣體及氣體混合物中之每一者。

根據另一較佳實施例，氣體或氣體混合物在進入烘爐中、尤其熔融坩堝中之前具有低於 -50°C 、例如低於 -60°C 或低於 -70°C 或低於 -80°C 之露點。露點通常不超過 -60°C 。此外，在進入烘爐中時以下露點範圍較佳： -50 至 -100°C 、 -60 至 -100°C 及 -70 至 -100°C 。

根據另一較佳實施例，氣體在進入烘爐中之前的露點比在自熔融坩堝離開時低至少 50°C 、例如至少 60°C 或甚至 80°C 。對於量測自熔融坩堝離開時之露點，以上揭示內容適用。對於量測在進入烘爐之前的露點，該等揭示內容類似地適用。因為不存在水分比重之來源且無可能在量測位置與烘爐之間冷凝出，所以量測位置至烘爐氣體入口之距離不相關。

根據一較佳實施例，烘爐、尤其熔融坩堝以200至3000 L/h範圍內之氣體交換速率操作。

根據一較佳實施例，露點係在量測單元中量測，該量測單元藉由膜與通過氣體出口之氣體分隔。膜較佳對水分為可滲透的。藉由此等方式，量測單元可受保護免遇粉塵以及氣流中存在且自熔融烘爐、尤其與氣流一起自熔融坩堝傳送出之其他粒子。藉由此等方式，量測探針之工作時間可顯著增加。工作時間意謂烘爐之操作時間段，在此期間既不需要替換量測探針也不需要清潔量測探針。

根據一較佳實施例，利用露點鏡式量測裝置。

烘爐氣體出口處之露點可經組態。較佳地，一種組態烘爐出口處之露點的方法包含以下步驟：

I)在烘爐中提供輸入材料，其中該輸入材料具有殘餘水分；

II)操作烘爐，其中氣流通過烘爐，及

III)改變輸入材料之殘餘水分或氣流之氣體替換速率。

較佳地，此方法可用以將露點組態至低於 0°C 、例如低於 -10°C 、尤其較佳低於 -20°C 之範圍。更佳地，露點可經組態至低於 0°C 至 -100°C 、例如低於 -10°C 至 -80°C 、尤其較佳低於 -20°C 至 -60°C 之範圍。

對於製備石英玻璃體，「輸入材料」意謂所提供之二氧化矽粒子，較佳二氧化矽顆粒、二氧化矽晶粒或其組合。二氧化矽粒子、顆粒及晶粒較佳特徵在於在第一態樣之情形下所描述之特徵。

烘爐及氣流較佳特徵在於在第一態樣之情形下所描述之特徵。較佳地，氣流藉由將氣體經由入口引入烘爐中及藉由經由出口自烘爐移出氣體而形成。「氣體替換速率」意謂每單位時間經由出口自烘爐通過之氣體體積。氣體替換速率亦稱為氣流處理量或體積處理量。

露點之組態尤其可藉由改變輸入材料之殘餘水分或氣流之氣體替換速率來執行。舉例而言，露點可藉由增加輸入材料之殘餘水分而升高。藉由減少輸入材料之殘餘水分，露點可降低。氣體替換速率之增加可導致露點之降低。另一方面，減小之氣體替換速率可產生升高之露點。

較佳地，氣流之氣體替換速率在200至3000 L/h、例如200至2000 L/h、尤其較佳200至1000 L/h範圍內。

輸入材料之殘餘水分較佳在0.001重量%至5重量%、例如0.01至1重量%、尤其較佳0.03至0.5重量%範圍內，在各情況下均以輸入材料之總重量計。

較佳地，露點亦可能受其他因素影響。該等因素之實例為氣流在進入烘爐中時之露點、烘爐溫度及氣流之組成。氣流在進入烘爐中時之露點

之降低、烘爐溫度之降低或氣流在烘爐出口處之溫度之降低可導致氣流在出口處之露點之降低。氣流在烘爐出口處之溫度只要高於露點即對露點沒有影響。

尤其較佳地，露點藉由改變氣流之氣體替換速率來組態。

較佳地，該方法特徵在於至少一種、例如至少兩種或至少三種、尤其較佳至少四種以下特徵：

I} 輸入材料之殘餘水分在0.001至5重量%、例如0.01至1重量%、尤其較佳0.03至0.5重量%範圍內，在各情況下均以輸入材料之總重量計；

II} 氣流之氣體替換速率在200至3000 L/h、例如200至2000 L/h、尤其較佳200至1000 L/h範圍內；

III} 在1700至2500°C範圍內、例如在1900至2400°C範圍內、尤其較佳在2100至2300°C範圍內之烘爐溫度；

IV} 氣流在進入烘爐中時在-50°C至-100°C、例如-60°C至-100°C、尤其較佳-70°C至-100°C範圍內之露點；

V} 氣流包含氮氣、氫氣或其組合，較佳為20:80至95:5比率之氮氣及氫氣；

VI} 氣體在出口處在10至60°C、例如20至50°C、尤其較佳20至30°C範圍內之溫度。

當利用具有高殘餘水分之二氧化矽顆粒時，尤其較佳地利用具有高氣體替換速率及在烘爐入口處具有低露點之氣流。相比之下，當利用具有低殘餘水分之二氧化矽顆粒時，可使用具有低氣體替換速率及在烘爐入口處具有高露點之氣流。

尤其較佳地，當利用具有小於3重量%之殘餘水分之二氧化矽顆粒

時，包含氦氣及氫氣之氣流之氣體替換速率可在200至3000 L/h範圍內。

若具有0.1%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以30 kg/h饋入至烘爐，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在2800至3000 l/h範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在2700至2900 l/h範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘爐之前為 -90°C 的露點。從而在氣體出口處獲得低於 0°C 之露點。

若具有0.05%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以30 kg/h饋入至烘爐，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在1900至2100 l/h範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在1800至2000 l/h範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘爐之前為 -90°C 的露點。從而在氣體出口處獲得低於 0°C 之露點。

若具有0.03%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以30 kg/h饋入至烘爐，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在1400至1600 l/h範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在1200至1400 l/h範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘爐之前為 -90°C 的露點。從而在氣體出口處獲得低於 0°C 之露點。

用於熔融二氧化矽顆粒之烘爐溫度較佳在 1700 至 2500°C 範圍內，例如在 1900 至 2400°C 範圍內，尤其較佳在 2100 至 2300°C 範圍內。

較佳地，於烘爐中之保持時間在1小時至50小時、例如1至30小時、尤其較佳5至20小時範圍內。在本發明之情形下，保持時間意謂當實施根據本發明之方法時以根據本發明之方式自熔融烘爐(玻璃熔體於其中形成)移出熔融烘爐之填滿量所需的時間。填滿量為熔融烘爐中二氧化矽之全部質量。就此而論，二氧化矽可以固體形式及以玻璃熔體形式存在。

較佳地，烘爐溫度在長度上沿材料輸送之方向升高。較佳地，烘爐

溫度在長度上沿材料輸送之方向升高至少100℃、例如至少300℃或至少500℃或至少700℃、尤其較佳至少1000℃。較佳地，烘爐中之最高溫度為1700至2500℃、例如1900至2400℃、尤其較佳2100至2300℃。烘爐溫度之升高可均勻地或根據溫度分佈進行。

較佳地，烘爐溫度在玻璃熔體自烘爐移出之前降低。較佳地，烘爐溫度在玻璃熔體自烘爐移出之前降低50至500℃、例如100℃或400℃、尤其較佳150至300℃。較佳地，玻璃熔體在移出時之溫度為1750至2100℃、例如1850至2050℃、尤其較佳1900至2000℃。

較佳地，烘爐溫度在長度上沿材料輸送之方向升高且在玻璃熔體自烘爐移出之前降低。就此而論，烘爐溫度較佳在長度上沿材料輸送之方向升高至少100℃、例如至少300℃或至少500℃或至少700℃、尤其較佳至少1000℃。較佳地，烘爐中之最高溫度為1700至2500℃、例如1900至2400℃、尤其較佳2100至2300℃。較佳地，烘爐溫度在玻璃熔體自烘爐移出之前降低50至500℃、例如100℃或400℃、尤其較佳150至300℃。

在不根據本發明之一替代方案中，玻璃熔體亦可在懸掛式燒結坩堝中形成。燒結坩堝配置為懸掛在烘爐中。為此目的，常常採用連接於燒結坩堝之吊架總成，其通常由不同於燒結坩堝之材料製成，例如鋁、鋼、鐵、鎳或銅。此類吊架總成通常裝配有冷卻器，例如水冷卻器。

詳言之，與懸掛式燒結坩堝相比，根據本發明採用之豎立式燒結坩堝具有以下優勢：

- 自豎立式燒結坩堝獲得之石英玻璃體在其頂表面所具有之雜質比已自懸掛式燒結坩堝獲得之石英玻璃體少。可忽略後續清潔或可至少以比懸掛式燒結坩堝少之努力進行。

在不根據本發明之另一替代方案中，玻璃熔體亦可在金屬片坩堝中形成。金屬片坩堝意謂包含至少一個金屬片之坩堝。較佳地，金屬片坩堝具有多個金屬片。適用於使二氧化矽熔融之金屬片坩堝由燒結及軋製材料，尤其燒結金屬，例如鉬、鎢或其組合之金屬片製成。此類金屬片通常具有大於理論密度之96%的密度，例如大於96%至98%或98至99.95%之密度。材料之理論密度對應於不含孔隙且100%緻密材料之密度。金屬片之密度可藉由使燒結金屬燒結及隨後壓實(即例如軋製經燒結之材料)而獲得。金屬片坩堝一般構築為懸掛式金屬片坩堝。

詳言之，與懸掛式金屬片坩堝相比，根據本發明採用之豎立式燒結坩堝具有以下優勢：

- 在使用燒結坩堝的情況下，對於相同內部量測，可能得到比使用金屬片坩堝更高的處理量。
- 氣體(諸如氫氣、氮氣、水及氧氣)經由坩堝壁之氣體擴散在燒結坩堝中比在金屬片坩堝中更少。此等氣體在烘爐中用作圍繞熔融坩堝之屏蔽氣體以便避免腐蝕熔融坩堝外部、加熱元件及烘爐。
- 燒結坩堝可藉由感應加熱。此意謂可容易地實現多區加熱。

與所有其他懸掛式熔融坩堝相比，根據本發明採用之豎立式燒結坩堝具有坩堝尺寸完全不受構築屏障限制的優勢。懸掛式熔融坩堝之坩堝尺寸受吊架總成之負荷承受能力及熔融坩堝壁之穩定性限制。

預加熱區段

較佳地，烘爐具有彼此藉由通道接合之至少第一及另一腔室，第一及第二腔室具有不同溫度，第一腔室之溫度低於另一腔室之溫度。在其他腔室中，玻璃熔體由二氧化矽顆粒形成。此腔室在下文中稱為熔融腔室。

經由管道接合至熔融腔室但位於其上游之腔室亦稱為預加熱區段。一實例為至少一個出口直接與熔融腔室之入口連接的彼等。以上配置亦可於獨立烘爐中進行，在該情況下熔融腔室為熔融烘爐。然而，在進一步描述中，術語『熔融烘爐』可視為等同於術語『熔融腔室』：因此關於熔融烘爐所陳述之要素亦可視為適用於熔融腔室，且反之亦然。術語『預加熱區段』在兩種情況下意思相同。

較佳地，二氧化矽顆粒在進入烘爐中時具有20至1300°C範圍內之溫度。

根據第一實施例，二氧化矽顆粒在進入熔融腔室中之前不經回火。二氧化矽顆粒在進入烘爐中時具有例如20至40°C、尤其較佳20至30°C範圍內之溫度。若根據步驟i.)提供二氧化矽顆粒II，則其較佳在進入烘爐中時具有20至40°C、尤其較佳20至30°C範圍內之溫度。

根據另一實施例，二氧化矽顆粒在進入烘爐中之前在高達40至1300°C範圍內之溫度下經回火。回火意謂將溫度設定為所選值。回火原則上可以熟練人員所已知且已知用於對二氧化矽顆粒回火之任何方式執行。舉例而言，回火可在與熔融腔室分開配置之烘爐中或在連接至熔融腔室之烘爐中執行。

較佳地，回火係在連接至熔融腔室之腔室中執行。較佳地，烘爐因此包含預加熱區段，在該區段中二氧化矽可經回火。較佳地，預加熱區段本身為進料烘爐，尤其較佳為旋轉窯。進料烘爐意謂在操作中實現二氧化矽自進料烘爐之入口移動至進料烘爐之出口的加熱室。較佳地，出口直接連接至熔融烘爐之入口。以此方式，二氧化矽顆粒可在無其他中間步驟或構件之情況下自預加熱區段到達熔融烘爐中。

更佳地，預加熱區段包含至少一個氣體入口及至少一個氣體出口。經由氣體入口，氣體可到達內部、預加熱區段之氣體腔室；且經由氣體出口，其可移出。亦有可能經由預加熱區段之二氧化矽顆粒入口將氣體引入至預加熱區段中。此外，氣體可經由預加熱區段之出口移出且隨後與二氧化矽顆粒分離。此外，較佳地，氣體可經由二氧化矽顆粒之入口及預加熱區段之氣體入口引入，且經由預加熱區段之出口及預加熱區段之氣體出口移出。

較佳地，氣流係藉由使用氣體入口及氣體出口在預加熱區段中產生。適合氣體為例如氫氣、惰性氣體以及其兩者或多於兩者。較佳之惰性氣體為氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣，尤其較佳為氮氣及氦氣。較佳地，還原氛圍存在於預加熱區段中。此可以氫氣或氫氣與惰性氣體之組合(例如氫氣與氮氣或氫氣與氦氣之組合，尤其較佳氫氣與氮氣之組合)形式提供。此外，較佳地，氧化氛圍存在於預加熱區段中。此較佳可以氧氣或氧氣與一或多種其他氣體之組合(空氣為尤其較佳的)形式提供。更佳地，二氧化矽有可能在減壓下於預加熱區段中回火。

舉例而言，二氧化矽顆粒在進入烘爐中時可具有100至1100°C或300至1000°C或600至900°C範圍內之溫度。若二氧化矽顆粒II根據步驟i.)提供，則其在進入烘爐中時較佳具有100至1100°C或300至1000°C或600至900°C範圍內之溫度。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，烘爐包含至少兩個腔室。較佳地，烘爐包含第一及至少一個另一腔室。第一與另一腔室藉由通道彼此連接。

至少兩個腔室原則上可以任何方式、較佳豎直或水平地、尤其較佳

豎直地配置於烘爐中。較佳地，腔室經配置於烘爐中，其方式為使得在執行根據本發明之第一態樣之方法時，二氧化矽顆粒通過第一腔室且隨後於另一腔室中經加熱以獲得玻璃熔體。另一腔室較佳具有熔融烘爐及其中配置之坩堝的上文所描述之特徵。

較佳地，腔室中之每一者包含入口及出口。較佳地，烘爐之入口經由通道連接至第一腔室之入口。較佳地，烘爐之出口經由通道連接至另一腔室之出口。較佳地，第一腔室之出口經由通道連接至另一腔室之入口。

較佳地，腔室經配置，其方式為使得二氧化矽顆粒可經由烘爐之入口到達第一腔室。較佳地，腔室經配置，其方式為使得二氧化矽玻璃熔體可經由烘爐之出口自另一腔室移出。尤其較佳地，二氧化矽顆粒可經由烘爐之入口到達第一腔室，且二氧化矽玻璃熔體可經由烘爐之出口自另一腔室移出。

呈顆粒或粉末形式之二氧化矽可經由通道沿如該方法所定義之材料輸送方向自第一腔室進入另一腔室中。提及藉由通道連接之腔室包括其他中間元件沿材料輸送方向配置於第一與另一腔室之間的配置。原則上，氣體、液體及固體均可通過通道。較佳地，二氧化矽粉末、二氧化矽粉末之漿液及二氧化矽顆粒可通過第一與另一腔室之間的通道。在執行根據本發明之方法的同時，所有引入至第一腔室中之材料均可經由第一與另一腔室之間的通道到達另一腔室。較佳地，僅呈顆粒或粉末形式之二氧化矽經由第一與另一腔室之間的通道到達另一腔室。較佳地，第一與另一腔室之間的通道由二氧化矽所封閉，使得第一與另一腔室之氣體腔室彼此分隔，較佳使得不同氣體或氣體混合物、不同壓力或兩者可存在於氣體腔室中。根據另一較佳實施例，通道由閘門、較佳旋轉閘門閥形成。

較佳地，烘爐之第一腔室具有至少一個氣體入口及至少一個氣體出口。氣體入口原則上可具有熟練人員所已知且適用於引入氣體之任何形式，例如噴嘴、通風口或管子。氣體出口原則上可具有熟練人員所已知且適用於移出氣體之任何形式，例如噴嘴、通風口或管子。

較佳地，二氧化矽顆粒係經由烘爐之入口引入至第一腔室中且經升溫。升溫可在一氣體或兩種或多於兩種氣體之組合存在下執行。為此目的，氣體或兩種或多於兩種氣體之組合存在於第一腔室之氣體腔室中。第一腔室之氣體腔室意謂第一腔室之不由固相或液相佔用之區域。適合氣體為例如氫氣、氧氣、惰性氣體以及其兩者或多於兩者。較佳之惰性氣體為氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氙氣及氡氣，尤其較佳為氮氣、氦氣及其組合。較佳地，升溫係在還原氛圍中執行。此較佳可以氫氣或氫氣與氮氣之組合形式提供。較佳地，二氧化矽顆粒在第一腔室中於氣流或兩種或多於兩種氣體之組合氣流中經升溫。

更佳地，二氧化矽顆粒係在第一腔室中在減壓下，例如在低於500毫巴或低於300毫巴、例如200毫巴或低於200毫巴之壓力下經升溫。

較佳地，第一腔室具有至少一個用以移動二氧化矽顆粒之裝置。原則上，熟練人員所已知用於此目的且看來適合之所有裝置均可選。較佳地，為攪拌、震盪及回轉裝置。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，第一與另一腔室中之溫度不同。較佳地，第一腔室中之溫度低於另一腔室中之溫度。較佳地，第一與另一腔室之間的溫度差在600至2400°C範圍內，例如在1000至2000°C或1200至1800°C範圍內，尤其較佳在1500至1700°C範圍內。此外，較佳地，第一腔室之溫度比另一腔室中之溫度低600至2400°C、例如1000至

2000°C或1200至1800°C、尤其較佳1500至1700°C。

根據一較佳實施例，烘爐之第一腔室為預加熱區段，尤其較佳為具有如上文所描述之特徵的如上文所描述之預加熱區段。較佳地，預加熱區段係經由通道連接至另一腔室。較佳地，二氧化矽經由通道自預加熱區段進入另一腔室中。預加熱區段與另一腔室之間的通道可關閉，使得無引入至預加熱區段中之氣體經由通道進入另一腔室中。較佳地，預加熱區段與另一腔室之間的通道關閉，使得二氧化矽不與水接觸。預加熱區段與另一腔室之間的通道可關閉，使得預加熱區段與第一腔室之氣體腔室彼此分隔，其方式為使得不同氣體或氣體混合物、不同壓力或兩者可存在於氣體腔室中。適合通道較佳為如上文所描述之實施例。

根據另一較佳實施例，烘爐之第一腔室不為預加熱區段。舉例而言，第一腔室可為均衡室。均衡室為其上游預加熱區段中之處理量的變化或預加熱區段與另一腔室之間的處理量差異經均衡化之烘爐室。舉例而言，如上文所描述，旋轉窯可配置於第一腔室之上游。此通常具有變化可為平均處理量之至多6%之量的處理量。較佳地，二氧化矽保持於均衡室中在其到達均衡室時所處之溫度下。

烘爐亦有可能具有第一腔室；及多於一個其他腔室，例如兩個其他腔室或三個其他腔室或四個其他腔室或五個其他腔室或多於五個其他腔室，尤其較佳兩個其他腔室。若烘爐具有兩個其他腔室，則第一腔室較佳為預加熱區段，基於材料輸送方向，其他腔室中之第一者為均衡室且其他腔室中之第二者為熔融腔室。

根據另一較佳實施例，添加劑存在於第一腔室中。添加劑較佳係選自由組成之群：鹵素、惰性氣體、鹼、氧氣或其兩者或多於兩者之組合。

原則上，元素形式之鹵素及鹵素化合物為適合添加劑。較佳之鹵素係選自由以下組成之群：氯、氟、含氯化合物及含氟化合物。尤其較佳為元素氯及氯化氫。

原則上，所有惰性氣體以及其兩者或多於兩者之混合物為適合添加劑。較佳之惰性氣體為氮氣、氬氣或其組合。

原則上，鹼亦為適合添加劑。較佳之適用作添加劑之鹼為無機及有機鹼。

此外，氧氣為適合添加劑。氧氣較佳以含氧氛圍形式存在，例如與一惰性氣體或兩種或多於兩種惰性氣體之混合物組合存在，尤其較佳與氮氣、氬氣或氬氣及氮氣組合存在。

第一腔室原則上可包含熟練人員所已知且適用於加熱二氧化矽之任何材料。較佳地，第一腔室包含至少一種選自由以下組成之群之要素：石英玻璃、耐火金屬、鋁及其兩者或多於兩者之組合，尤其較佳地，第一腔室包含石英玻璃或鋁。

較佳地，若第一腔室包含聚合物或鋁，則第一腔室中之溫度不超過600°C。較佳地，若第一腔室包含石英玻璃，則第一腔室中之溫度為100至1100°C。較佳地，第一腔室主要包含石英玻璃。

在經由第一與另一腔室之間的通道將二氧化矽自第一腔室輸送至另一腔室時，二氧化矽原則上可以任何狀態存在。較佳地，二氧化矽以固體形式，例如以粒子、粉末或顆粒形式存在。根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽以顆粒形式自第一輸送至另一腔室。

根據另一較佳實施例，另一腔室為由金屬片或燒結材料製成之坩堝，其中燒結材料包含燒結金屬，其中金屬片或燒結金屬係選自由以下組

成之群：鉬、鎢及其組合。

玻璃熔體係經由出口、較佳經由噴嘴自烘爐移出。

步驟iii.)

石英玻璃體由至少一部分玻璃熔體製成。為此，較佳至少一部分在步驟ii)中製得之玻璃熔體經移出且石英玻璃體由其製成。

該部分在步驟ii)中製得之玻璃熔體之移出原則上可自熔融烘爐或熔融腔室連續地執行或在玻璃熔體製造已結束之後執行。較佳地，一部分玻璃熔體經連續地移出。玻璃熔體係經由烘爐之出口或經由熔融腔室之出口、較佳經由噴嘴移出。

玻璃熔體可在移出之前、期間或之後冷卻至使得能夠形成玻璃熔體之溫度。玻璃熔體之黏度上升與玻璃熔體之冷卻相關。玻璃熔體較佳經冷卻，其程度為使得在成型時，所產生之形式保持且成型同時為儘可能容易且可靠的且可在極小努力下執行。熟練人員可藉由改變成型工具處玻璃熔體之溫度容易地確定用於成型之玻璃熔體之黏度。較佳地，玻璃熔體在移出時具有1750至2100°C、例如1850至2050°C、尤其較佳1900至2000°C範圍內之溫度。較佳地，玻璃熔體在移出之後經冷卻至低於500°C、例如低於200°C或低於100°C或低於50°C之溫度，尤其較佳至20至30°C範圍內之溫度。

所成型之石英玻璃體可為實心體或中空體。實心體意謂主要由單一材料製成之本體。儘管如此，實心體可具有一或多個夾雜物，例如氣泡。實心體中之該等夾雜物通常具有65 mm³或小於65 mm³、例如小於40 mm³或小於20 mm³或小於5 mm³或小於2 mm³、尤其較佳小於0.5 mm³之尺寸。較佳地，實心體包含小於0.02體積%、例如小於0.01體積%或小於

0.001體積%之其體積作為夾雜物，在各情況下均以實心體之總體積計。

石英玻璃體具有外部形式。外部形式意謂石英玻璃體之截面之外緣的形式。石英玻璃體之外部形式的截面較佳為圓形、橢圓形或具有三個或多於三個邊角(例如4、5、6、7或8個邊角)之多邊形，尤其較佳地，石英玻璃體為圓形。

較佳地，石英玻璃體具有100至10000 mm、例如1000至4000 mm、尤其較佳1200至3000 mm範圍內之長度。

較佳地，石英玻璃體具有1至500 mm範圍內、例如2至400 mm範圍內、尤其較佳5至300 mm範圍內之外部直徑。

石英玻璃體之成型係藉助於噴嘴執行。玻璃熔體係經由噴嘴傳送。經由噴嘴成型之石英玻璃體之外部形式由噴嘴開口之形式確定。若開口為圓形，則在使石英玻璃體成型時將製得圓柱。若噴嘴之開口具有結構，則此結構將轉移至石英玻璃體之外部形式。藉助於在開口處具有結構之噴嘴製得的石英玻璃體沿玻璃絲束在長度方向上具有該結構之影像。

噴嘴整合於熔融烘爐中。較佳地，其作為坩堝之一部分、尤其較佳作為坩堝出口之一部分整合於熔融烘爐中。

較佳地，至少一部分玻璃熔體係經由噴嘴移出。石英玻璃體之外部形式藉由經由噴嘴移出該至少部分玻璃熔體而形成。

較佳地，石英玻璃體在成型之後經冷卻，以使得其維持其形式。較佳地，石英玻璃體在成型之後經冷卻至低於成型中玻璃熔體之溫度至少1000℃、例如至少1500℃或至少1800℃、尤其較佳1900至1950℃的溫度。較佳地，石英玻璃體經冷卻至低於500℃、例如低於200℃或低於100℃或低於50℃之溫度，尤其較佳至20至30℃範圍內之溫度。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，所獲得之石英玻璃體可經至少一種選自由以下組成之群之程序處理：化學處理、熱處理或機械處理。

較佳地，石英玻璃體經化學後處理。後處理係指處理已製得之石英玻璃體。對石英玻璃體之化學後處理原則上意謂熟練人員所已知之任何程序及看來適用於改變石英玻璃體之表面之組成或化學結構的材料，或兩者。較佳地，化學後處理包含至少一種選自由氟化合物處理及超音波清潔組成之群之方式。

可能的氟化合物為尤其氟化氫及含氟酸(例如氫氟酸)。液體較佳具有35至55重量%範圍內、較佳35至45重量%範圍內之氟化合物含量，重量%在各情況下均以液體之總量計。達至100重量%之剩餘部分通常為水。較佳地，水為完全脫鹽水或去離子水。

超音波清潔較佳於液浴中、尤其較佳在清潔劑存在下執行。在超音波清潔之情況下，通常無氟化合物，例如既無氫氟酸亦無氟化氫。

對石英玻璃體之超音波清潔較佳在至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種或至少五種、尤其較佳所有的以下條件下執行：

- 超音波清潔於連續方法中執行。
- 用於超音波清潔之設備具有六個藉由管彼此連接之腔室。
- 石英玻璃體於各腔室中之保持時間可經設定。較佳地，石英玻璃體於各腔室中之保持時間相同。較佳地，於各腔室中之保持時間在1至120 min範圍內，例如為少於5 min或1至5 min或2至4 min或少於60 min或10至60 min或20至50 min，尤其較佳在5至60 min範圍內。
- 第一腔室包含較佳含有水及鹼之鹼性介質，及超音波清潔劑。

- 第三腔室包含較佳含有水及酸之酸性介質，及超音波清潔劑。
- 在第二腔室及第四至第六腔室中，石英玻璃體經水、較佳脫鹽水清潔。
- 第四至第六腔室係在水之級聯下操作。較佳地，水僅引入第六腔室中且自第六腔室進入第五腔室中且自第五腔室進入第四腔室中。

較佳地，石英玻璃體經熱後處理。對石英玻璃體之熱後處理原則上意謂熟練人員所已知且看來適用於藉助於溫度改變石英玻璃體之形式或結構或兩者的程序。較佳地，熱後處理包含至少一種選自由以下組成之群之方式：回火、壓縮、充氣、拉伸、焊接及其兩者或多於兩者之組合。較佳地，熱後處理並非為了移除材料之目的執行。

回火較佳藉由於烘爐中，較佳在900至1300°C範圍內、例如900至1250°C或1040至1300°C範圍內、尤其較佳1000至1050°C或1200至1300°C範圍內之溫度下加熱石英玻璃體來執行。較佳地，在熱處理中，不得超過1300°C之溫度多於1 h之連續時段，尤其較佳地，在熱處理之整個持續時間期間均不得超過1300°C之溫度。回火原則上可在減壓下、在常壓下或在加壓下執行，較佳在減壓下執行，尤其較佳在真空中執行。

壓縮較佳藉由以下方式執行：將石英玻璃體加熱至較佳約2100°C之溫度，及隨後在旋轉轉動運動期間、較佳在約60 rpm之旋轉速度下成型。舉例而言，呈桿形式之石英玻璃體可成型為圓柱。

較佳地，石英玻璃體可藉由將氣體注入至石英玻璃體中而充氣。舉例而言，石英玻璃體可藉由充氣成型為大直徑之管子。為此，較佳地，將石英玻璃體加熱至約2100°C之溫度，同時較佳在約60 rpm之旋轉速度下執行旋轉轉動運動，且用氣體、較佳在達至約100毫巴之已定義且受控制

的内部壓力下沖洗内部。大直徑之管子意謂具有至少500 mm之外徑的管子。

石英玻璃體較佳可經拉伸。拉伸較佳藉由以下方式執行：將石英玻璃體加熱至較佳約2100°C之溫度，及隨後在受控制的牽拉速度下牽拉至石英玻璃體之所要外徑。舉例而言，燈管可由石英玻璃體藉由拉伸形成。

較佳地，石英玻璃體經機械後處理。對石英玻璃體之機械後處理原則上意謂熟練人員所已知且看來適用於使用研磨構件改變石英玻璃體之形狀或將石英玻璃體分割為多片的任何程序。詳言之，機械後處理包含至少一種選自由以下組成之群之方式：研磨、鑽探、搪磨、鋸割、噴水切割、雷射切割、噴砂粗糙化、碾磨及其兩者或多於兩者之組合。

較佳地，石英玻璃體經此等程序之組合處理，例如經化學與熱後處理或化學與機械後處理或熱與機械後處理之組合處理，尤其較佳經化學、熱與機械後處理之組合處理。此外，較佳地，石英玻璃體可經歷若干上文所提及之程序，該等程序彼此各自獨立。

根據本發明之第一態樣之一實施例，該方法包含以下方法步驟：

iv.) 自該石英玻璃體製造具有至少一個開口之中空體。

製得之中空體具有內部及外部形式。內部形式意謂中空體之截面之內緣的形式。中空體之截面之內部與外部形式可相同或不同。中空體之截面之內部及外部形式可為圓形、橢圓形或具有三個或多於三個邊角(例如4、5、6、7或8個邊角)之多邊形。

較佳地，截面之外部形式對應於中空體之內部形式。尤其較佳地，中空體之截面具有圓形內部及圓形外部形式。

在另一實施例中，中空體之內部與外部形式可不同。較佳地，中空

體之截面具有圓形外部形式及多邊形內部形式。尤其較佳地，中空體之截面具有圓形外部形式及六邊形內部形式。

較佳地，中空體具有100至10000 mm、例如1000至4000 mm、尤其較佳1200至2000 mm範圍內之長度。

較佳地，中空體具有0.8至50 mm範圍內、例如1至40 mm或2至30 mm或3至20 mm範圍內、尤其較佳4至10 mm範圍內之壁厚。

較佳地，中空體具有為2.6至400 mm、例如在3.5至450 mm範圍內、尤其較佳在5至300 mm範圍內之外徑。

較佳地，中空體具有為1至300 mm、例如在5至280 mm或10至200 mm範圍內、尤其較佳在20至100 mm範圍內之內徑。

中空體包含一或多個開口。較佳地，中空體包含一個開口。較佳地，中空體具有偶數個開口，例如2、4、6、8、10、12、14、16、18或20個開口。較佳地，中空體包含兩個開口。較佳地，中空體為管子。若光導僅包含一個芯，則此中空體形式尤其較佳。中空體可包含多於兩個開口。開口較佳成對彼此相對定位地位於石英玻璃體之末端。舉例而言，石英玻璃體之各末端可具有2、3、4、5、6、7個或多於7個開口，尤其較佳5、6或7個開口。較佳之形式為例如管子，雙聯管，亦即具有兩個平行通道之管子；及多通道管，亦即具有多於兩個平行通道之管子。

中空體原則上可藉由熟練人員所已知之任何方法形成。較佳地，中空體係藉助於噴嘴形成。較佳地，噴嘴在其開口中間包含在形成時使玻璃熔體偏離之裝置。以此方式，中空體可由玻璃熔體形成。

中空體可藉由使用噴嘴及隨後後處理而製造。適合後處理原則上為熟練人員已知用於自實心體製造中空體之所有方法，例如壓縮通道、鑽

探、搪磨或研磨。較佳地，適合後處理為經一或多個心軸傳送實心體，藉以形成中空體。此外，心軸可引入至實心體中以製造中空體。較佳地，中空體在形成之後經冷卻。

較佳地，中空體在形成之後經冷卻至低於 500°C 、例如低於 200°C 或低於 100°C 或低於 50°C 之溫度，尤其較佳至 20 至 30°C 範圍內之溫度。

預壓實

原則上有可能使步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒於在步驟ii.)中將其升溫以獲得玻璃熔體之前經歷一或多個預處理步驟。可能的預處理步驟為例如熱或機械處理步驟。舉例而言，二氧化矽顆粒可在於步驟ii.)中升溫之前經壓實。「壓實」意謂減小BET表面積及減小孔隙體積。

二氧化矽顆粒較佳藉由加熱二氧化矽顆粒或藉由向二氧化矽顆粒施加壓力(例如軋製或壓製二氧化矽顆粒)以機械方式來壓實。較佳地，二氧化矽顆粒藉由加熱來壓實。尤其較佳地，二氧化矽顆粒之壓實藉由藉助於連接至熔融烘爐之預加熱區段加熱來執行。

較佳地，二氧化矽藉由在 800 至 1400°C 範圍內之溫度下、例如在 850 至 1300°C 範圍內之溫度下、尤其較佳在 900 至 1200°C 範圍內之溫度下加熱來壓實。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，二氧化矽顆粒之BET表面積在於步驟ii.)中升溫之前不減小至小於 $5\text{ m}^2/\text{g}$ ，較佳不減小至小於 $7\text{ m}^2/\text{g}$ 或不減小至小於 $10\text{ m}^2/\text{g}$ ，尤其較佳不減小至小於 $15\text{ m}^2/\text{g}$ 。此外，較佳地，與步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒相比，二氧化矽顆粒之BET表面積在於步驟ii.)中升溫之前不減小。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，二氧化矽顆粒之BET表面

積經減小至小於 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ ，例如至小於 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 或至小於 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 或至大於5至小於 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 或7至 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 之範圍，尤其較佳至9至 $12 \text{ m}^2/\text{g}$ 之範圍。較佳地，與步驟i.)中提供之二氧化矽顆粒相比，二氧化矽顆粒之BET表面積在於步驟ii.)中加熱之前減小小於 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 、例如1至 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 或2至 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 、尤其較佳3至 $8 \text{ m}^2/\text{g}$ ，在壓實之後BET表面積大於 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

經壓實之二氧化矽顆粒在下文中稱為二氧化矽顆粒III。較佳地，二氧化矽顆粒III具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

A. 大於5至小於 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內、例如10至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 、尤其較佳15至 $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之BET表面積；

B. 100至 $300 \mu\text{m}$ 範圍內、尤其較佳120至 $200 \mu\text{m}$ 範圍內之粒度 D_{10} ；

C. 150至 $550 \mu\text{m}$ 範圍內、尤其較佳200至 $350 \mu\text{m}$ 範圍內之粒度 D_{50} ；

D. 300至 $650 \mu\text{m}$ 範圍內、尤其較佳400至 $500 \mu\text{m}$ 範圍內之粒度 D_{90} ；

E. 0.8 至 $1.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內、尤其較佳 1.0 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之容積密度；

F. 1.0 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內、尤其較佳 1.15 至 $1.35 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之夯實密度；

G. 小於5 ppm、例如小於4.5 ppm、尤其較佳小於4 ppm之碳含量；

H. 小於500 ppm、尤其較佳1 ppb至200 ppm之Cl含量，

其中ppm及ppb各自以二氧化矽顆粒III之總重量計。

二氧化矽顆粒III較佳具有特徵組合A./F./G.或A./F./H.或A./G./H.，更佳特徵組合A./F./G./H.。

二氧化矽顆粒III較佳具有特徵組合A./F./G.，其中BET表面積在10至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內，夯實密度在 1.15 至 $1.35 \text{ g}/\text{mL}$ 範圍內，且碳含量小於4 ppm。

二氧化矽顆粒III較佳具有特徵組合A./F./H.，其中BET表面積在10至30 m²/g範圍內，夯實密度在1.15至1.35 g/mL範圍內，且氯含量在1 ppb至200 ppm範圍內。

二氧化矽顆粒III較佳具有特徵組合A./G./H.，其中BET表面積在10至30 m²/g範圍內，碳含量小於4 ppm，且氯含量在1 ppb至200 ppm範圍內。

二氧化矽顆粒III較佳具有特徵組合A./F./G./H.，其中BET表面積在10至30 m²/g範圍內，夯實密度在1.15至1.35 g/mL範圍內，碳含量小於4 ppm，且氯含量在1 ppb至200 ppm範圍內。

較佳地，在至少一個方法步驟中，引入不同於二氧化矽之矽組分。不同於二氧化矽之矽組分之引入在下文中亦稱為Si摻雜。原則上，Si摻雜可在任何方法步驟中執行。較佳地，Si摻雜較佳係在步驟i.)中或在步驟ii.)中進行。

不同於二氧化矽之矽組分原則上可以任何形式，例如以固體形式、以液體形式、以氣體形式、於溶液中或以分散液形式引入。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係以粉末形式引入。此外，較佳地，不同於二氧化矽之矽組分可以液體形式或以氣體形式引入。

不同於二氧化矽之矽組分較佳係以1至100,000 ppm範圍內、例如10至10,000 ppm或30至1000 ppm範圍內或50至500 ppm範圍內、尤其較佳80至200 ppm範圍內、更尤其較佳200至300 ppm範圍內之量引入，在各情況下均以二氧化矽之總重量計。

不同於二氧化矽之矽組分可為固體、液體或氣體。若其為固體，則其較佳具有至多10 mm、例如至多1000 μm、至多400 μm或1至400 μm範

圍內、例如2至200 μm 或3至100 μm 、尤其較佳5至50 μm 範圍內之平均粒度。粒度值係基於不同於二氧化矽之矽組分在室溫下之狀態。

矽組分較佳具有至少99.5重量%、例如至少99.8重量%或至少99.9重量%或至少99.99重量%、尤其較佳至少99.999重量%之純度，在各情況下均以矽組分之總重量計。較佳地，矽組分具有不大於10 ppm、例如不大於50 ppm、尤其較佳不大於1 ppm之碳含量，在各情況下均以矽組分之總重量計。尤其較佳地，此適用於用作矽組分之矽。較佳地，矽組分具有不大於250 ppm、例如不大於150 ppm、尤其較佳不大於100 ppm之量的選自由以下組成之群之雜質：Al、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、Ti、V、W、Zn、Zr，在各情況下均以矽組分之總重量計。尤其較佳地，此在矽用作矽組分時適用。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在方法步驟i.)中引入。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在加工二氧化矽粉末以獲得二氧化矽顆粒(步驟II.)期間引入。舉例而言，不同於二氧化矽之矽組分可在造粒之前、期間或之後引入。

較佳地，二氧化矽可藉由將不同於二氧化矽之矽組分引入至包含二氧化矽粉末之漿液而經Si摻雜。舉例而言，不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽粉末混合且隨後成漿液，或不同於二氧化矽之矽組分可引入至二氧化矽粉末於液體中之漿液中且隨後成漿液，或二氧化矽粉末可引入至不同於二氧化矽之矽組分於液體中之漿液或溶液中且隨後成漿液。

較佳地，二氧化矽可藉由在造粒期間引入不同於二氧化矽之矽組分而經Si摻雜。原則上有可能在造粒期間之任何時間點引入不同於二氧化矽之矽組分。在噴霧造粒之情況下，不同於二氧化矽之矽組分可例如經由噴

嘴與漿液一起噴霧至噴霧塔中。在滾軋造粒之情況下，不同於二氧化矽之矽組分較佳可例如在將漿液引入至攪拌容器中之後以固體形式或以漿液形式引入。

此外，較佳地，二氧化矽可藉由在造粒之後引入不同於二氧化矽之矽組分而經Si摻雜。舉例而言，二氧化矽可在處理二氧化矽顆粒I以獲得二氧化矽顆粒II期間、較佳在熱或機械處理二氧化矽顆粒I期間藉由引入不同於二氧化矽之矽組分而經摻雜。

較佳地，二氧化矽顆粒II經不同於二氧化矽之矽組分摻雜。

此外，較佳地，不同於二氧化矽之矽組分亦可在若干上文所提及之區段期間、尤其在熱或機械處理二氧化矽顆粒I以獲得二氧化矽顆粒II期間及之後引入。

不同於二氧化矽之矽組分原則上可為矽或熟練人員所已知且具有還原效應之任何含矽化合物。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分為矽、矽-氫化合物(例如矽烷)、矽-氧化合物(例如一氧化矽)或矽-氫-氧化合物(例如二矽氧烷)。較佳之矽烷之實例為單矽烷、二矽烷、三矽烷、四矽烷、五矽烷、六矽烷、七矽烷、高碳同系化合物以及前述之異構體，及環狀矽烷，如環五矽烷。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在方法步驟ii.)中引入。.

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽顆粒一起直接引入至熔融坩堝中。較佳地，矽作為不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽顆粒一起引入至熔融坩堝中。矽較佳係以粉末形式引入，該粉末尤其具有先前關於不同於二氧化矽之矽組分給出之粒度。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在引入至熔融坩堝中之前添加

至二氧化矽顆粒中。添加原則上可在形成顆粒之後的任何時間，例如在預加熱區段中、在預壓實二氧化矽顆粒II之前或期間或對二氧化矽顆粒III執行。

藉由添加不同於二氧化矽之矽組分獲得之二氧化矽顆粒在下文中稱為「Si摻雜顆粒」。較佳地，Si摻雜顆粒具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

[1] 大於5至小於40 m^2/g 範圍內、例如10至30 m^2/g 、尤其較佳15至25 m^2/g 範圍內之BET表面積；

[2] 100至300 μm 範圍內、尤其較佳120至200 μm 範圍內之粒度 D_{10} ；

[3] 150至550 μm 範圍內、尤其較佳200至350 μm 範圍內之粒度 D_{50} ；

[4] 300至650 μm 範圍內、尤其較佳400至500 μm 範圍內之粒度 D_{90} ；

[5] 0.8至1.6 g/cm^3 範圍內、尤其較佳1.0至1.4 g/cm^3 之容積密度；

[6] 1.0至1.4 g/cm^3 範圍內、尤其較佳1.15至1.35 g/cm^3 之夯實密度；

[7] 小於5 ppm、例如小於4.5 ppm、尤其較佳小於4 ppm之碳含量；

[8] 小於500 ppm、尤其較佳1 ppb至200 ppm之Cl含量；

[9] 小於200 ppb、尤其較佳1 ppb至100 ppb之Al含量；

[10] 小於1000 ppb、例如在1至400 ppb範圍內、尤其較佳在1至200 ppb範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

[11] 小於3重量%、例如在0.001重量%至2重量%範圍內、尤其較佳為0.01至1重量%之殘餘水分含量；

其中重量%、ppm及ppb各自以Si摻雜顆粒之總重量計。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，熔融能量係經由固體表面轉移至二氧化矽顆粒。

固體表面意謂不同於二氧化矽顆粒表面且在二氧化矽顆粒經加熱以便熔融的溫度下不熔融或崩塌之表面。適用於固體表面之材料為例如適用作坩堝材料之材料。

固體表面原則上可為熟練人員所已知且適用於此目的之任何表面。舉例而言，坩堝或不為坩堝之單獨組件可用作固體表面。

固體表面原則上可以熟練人員所已知且適用於此目的之任何方式加熱，以便將熔融能量轉移至二氧化矽顆粒。較佳地，固體表面係藉由電阻加熱或感應加熱來加熱。在感應加熱之情況下，能量係藉助於線圈直接耦合至固體表面中且自其傳遞至其內側。在電阻加熱之情況下，固體表面自外側升溫且將能量自其傳遞至其內側。就此而論，具有低熱容量之加熱室氣體(例如氬氣氛圍或含氬氣之氛圍)為有利的。舉例而言，固體表面可電加熱或藉由自外部用火焰焙燒固體表面來加熱。較佳地，固體表面經加熱至一溫度，該溫度可將足以熔融二氧化矽顆粒之量的能量轉移至二氧化矽顆粒及/或部分熔融之二氧化矽顆粒。

根據本發明之一較佳實施例，向燒結坩堝中之能量轉移並非藉由使用火焰(諸如定向至燒結坩堝中或至燒結坩堝上之爐頭火焰)使燒結坩堝或其中存在之散裝材料或兩者升溫來執行。

若單獨組件用作固體表面，則此可以任何方式與二氧化矽顆粒接

觸，該方式例如藉由將該組件佈置於二氧化矽顆粒上；或藉由在二氧化矽顆粒之細粒之間引入該組件；或藉由在坩堝與二氧化矽顆粒之間插入該組件；或藉由其兩者或多於兩者之組合。該組件可在熔融能量轉移之前或期間或之前及期間經加熱。

較佳地，熔融能量係經由坩堝之內側轉移至二氧化矽顆粒。在此情況下，坩堝經加熱得足以使得二氧化矽顆粒熔融。坩堝較佳係電阻或感應地加熱。溫暖係自坩堝之外側轉移至內側。坩堝內側之固體表面將熔融能量轉移至二氧化矽顆粒。

根據本發明之另一較佳實施例，熔融能量並非經由氣體隔室轉移至二氧化矽顆粒。此外，較佳地，熔融能量並非藉由用火焰焙燒二氧化矽顆粒而轉移至二氧化矽顆粒。此等排除的轉移能量之方式之實例為自上方引導一或多個爐頭火焰於熔融坩堝中或至二氧化矽上或兩者。

根據本發明之第一態樣的上文所描述之方法係關於石英玻璃體之製備。

較佳地，石英玻璃體具有以下特徵中之至少一者，例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

A] 小於500 ppm、例如小於400 ppm、尤其較佳小於300 ppm之OH含量；

B] 小於200 ppm、較佳小於100 ppm、例如小於80 ppm、尤其較佳小於60 ppm之氯含量；

C] 小於200 ppb、例如小於100 ppb、尤其較佳小於80 ppb之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 、例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內、尤其較佳

在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之ODC含量；

E] 小於1 ppm、例如小於0.5 ppm、尤其較佳小於0.1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之OH含量A]計，不大於10%、較佳不大於5%之OH含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之Cl含量B]計，不大於10%、較佳不大於5%之Cl含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之Al含量C]計，不大於10%、較佳不大於5%之Al含量標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於1000 ppb、例如小於500 ppb或小於300 ppb或小於100 ppb，或在1至500 ppb或1至300 ppb範圍內、尤其較佳在1至100 ppb範圍內之鎢含量；

M] 小於1000 ppb、例如小於500 ppb或小於300 ppb或小於100 ppb，或在1至500 ppb或1至300 ppb範圍內、尤其較佳在1至100 ppb範圍內之鉛含量，

其中ppb及ppm各自以該石英玻璃體之總重量計。

較佳地，石英玻璃體具有小於1000 ppb、例如小於500 ppb、尤其較

佳小於100 ppb之不同於鋁的金屬之金屬含量，在各情況下均以石英玻璃體之總重量計。然而通常，石英玻璃體具有至少1 ppb之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、鍺、銅、鉬、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

石英玻璃體可包含其他成分。較佳地，石英玻璃體包含少於500 ppm、例如少於450 ppm、尤其較佳少於400 ppm之其他成分，ppm在各情況下均以石英玻璃體之總重量計。可能的其他成分為例如碳、氟、碘、溴及磷。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子、離子或錯合物之一部分存在。然而通常，石英玻璃體具有至少1 ppb之其他成分之含量。

較佳地，石英玻璃體包含少於5 ppm、例如少於4.5 ppm、尤其較佳少於4 ppm碳，在各情況下均以石英玻璃體之總重量計。然而通常，石英玻璃體具有至少1 ppb之碳含量。

較佳地，石英玻璃體具有均質分佈之OH含量、Cl含量或Al含量。石英玻璃體之均質性之指示可以OH含量、Cl含量或Al含量之標準差表示。標準差為變數(此處為OH含量、氯含量或鋁含量)之值自其算術平均值之擴散的量度。為了量測標準差，樣品中所討論之組分(例如OH、氯或鋁)之含量係在至少七個量測位置量測。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/C]或A]/B]/D]或A]/B]/F]，更佳具有特徵組合A]/B]/C]/D]或A]/B]/C]/F]或A]/B]/D]/F]，更佳具有特徵組合A]/B]/C]/D]/F]。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/C]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，且鋁含量小於80 ppb。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/D]，OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，且ODC含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/F]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/C]/D]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，鋁含量小於80 ppb，且ODC含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/C]/F]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，鋁含量小於80 ppb，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/D]/F]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，ODC含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合A]/B]/C]/D]/F]，其中OH含量小於400 ppm，氯含量小於100 ppm，鋁含量小於80 ppb，且ODC含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

本發明之第二態樣為一種可藉由根據本發明之第一態樣之方法獲得的石英玻璃體。

較佳地，石英玻璃體具有以下特徵中之至少一者，例如至少兩種或

至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

A] 小於500 ppm、例如小於400 ppm、尤其較佳小於300 ppm之OH含量；

B] 小於200 ppm、較佳小於100 ppm、例如小於80 ppm、尤其較佳小於60 ppm之氯含量；

C] 小於200 ppb、例如小於100 ppb、尤其較佳小於80 ppb之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 、例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內、尤其較佳在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之ODC含量；

E] 小於1 ppm、例如小於0.5 ppm、尤其較佳小於0.1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之OH含量A]計，不大於10%、較佳不大於5%之OH含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之Cl含量B]計，不大於10%、較佳不大於5%之Cl含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之Al含量C]計，不大於10%、較佳不大於5%之Al含量標準差；

K] 圓柱形形式；

L] 小於1000 ppb、例如小於500 ppb或小於300 ppb或小於100

ppb，或在1至500 ppb或1至300 ppb範圍內、尤其較佳在1至100 ppb範圍內之鎢含量；

M] 小於1000 ppb、例如小於500 ppb或小於300 ppb或小於100 ppb，或在1至500 ppb或1至300 ppb範圍內、尤其較佳在1至100 ppb範圍內之鉬含量，

其中ppb及ppm各自以該石英玻璃體之總重量計。

本發明之第三態樣為一種製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 根據本發明之第二態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至該石英玻璃體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸來自步驟B/之該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套M1之光導。

步驟A/

步驟A/中提供之石英玻璃體為具有至少一個開口之中空體。步驟A/中提供之石英玻璃體較佳特徵在於根據本發明之第二態樣之特徵。步驟A/中提供之石英玻璃體較佳可藉由根據本發明之第一態樣的包含自該石英玻璃體製備中空體作為步驟iv.)之方法獲得。尤其較佳地，由此獲得之石英玻璃體具有根據本發明之第二態樣之特徵。

步驟B/

經由石英玻璃體之至少一個開口引入一或多個芯棒(步驟B/)。在本發明之情形下，芯棒意謂經設計以引入至夾套(例如夾套M1)中且經加工以獲得光導之物品。芯棒具有石英玻璃之芯。較佳地，芯棒包含石英玻璃之芯及包圍芯之夾套層M0。

各芯棒具有經選擇以使得其適合石英玻璃體之形式。較佳地，芯棒之外部形式對應於石英玻璃體之開口之形式。尤其較佳地，石英玻璃體為管子且芯棒為具有圓形截面之棒。

芯棒之直徑小於中空體之內徑。較佳地，芯棒之直徑比中空體之內徑小0.1至3 mm、例如小0.3至2.5 mm或小0.5至2 mm或小0.7至1.5 mm、尤其較佳小0.8至1.2 mm。

較佳地，石英玻璃體之內徑比芯棒之直徑的比率在2:1至1.0001:1範圍內，例如在1.8:1至1.01:1範圍內或在1.6:1至1.005:1範圍內或在1.4:1至1.01:1範圍內，尤其較佳在1.2:1至1.05:1範圍內。

較佳地，石英玻璃體內部未由芯棒填充之區域可填充有至少一種其他組分，例如二氧化矽粉末或二氧化矽顆粒。

亦有可能將已存在於另一石英玻璃體中之芯棒引入至一石英玻璃體中。在此情況下該另一石英玻璃體之外徑小於該石英玻璃體之內徑。引入至石英玻璃體中之芯棒亦可存在於兩個或多於兩個其他石英玻璃體中，例如存在於3或4或5或6個或多於6個其他石英玻璃體中。

以此方式可獲得的具有一或多個芯棒之石英玻璃體在下文中將稱為「前驅體」。

步驟C/

在溫暖處拉伸前驅體(步驟C/)。所獲得之產物為具有一或多個芯及至

少一個夾套M1之光導。

較佳地，前驅體之拉伸係以1至100 m/h範圍內之速度、例如以2至50 m/h或3至30 m/h範圍內之速度執行。尤其較佳地，石英玻璃體之拉伸係以5至25 m/h範圍內之速度執行。

較佳地，拉伸係在溫暖處在至多2500℃之溫度下、例如在1700至2400℃範圍內之溫度下、尤其較佳在2100至2300℃範圍內之溫度下執行。

較佳地，前驅體經傳送至烘爐，該烘爐自外部加熱前驅體。

較佳地，前驅體經拉伸直至達成光導之所要厚度。較佳地，前驅體經拉伸至1,000至6,000,000倍長度、例如至10,000至500,000倍長度或30,000至200,000倍長度，在各情況下均以步驟A/中提供之石英玻璃體之長度計。尤其較佳地，前驅體經拉伸至100,000至10,000,000倍長度、例如至150,000至5,800,000倍長度或160,000至640,000倍長度或1,440,000至5,760,000倍長度或1,440,000至2,560,000倍長度，在各情況下均以步驟A/中提供之石英玻璃體之長度計。

較佳地，前驅體之直徑藉由拉伸減小100至3,500範圍內、例如300至3,000或400至800或1,200至2,400或1,200至1,600範圍內之因數，在各情況下均以步驟A/中提供之石英玻璃體之直徑計。

亦稱為光波導之光導可包含適用於傳導或引導電磁輻射、尤其光之任何材料。

傳導或引導輻射意謂使輻射在光導之長度延伸上傳播而不顯著阻塞或衰減輻射之強度。為此，輻射係經由光導之一端耦合至光導中。較佳地，光導傳導170至5000 nm波長範圍內之電磁輻射。較佳地，所討論之

波長範圍內之輻射藉由光導的衰減在0.1至10 dB/km範圍內。較佳地，光導具有至多50 Tbit/s之傳遞速率。

光導較佳具有大於6 m之捲曲參數。在本發明之情形下，捲曲參數意謂以不受外力之自由移動之纖維形式存在的纖維(例如光導或夾套M1)之彎曲半徑。

光導較佳經製得為撓性的。在本發明之情形下，撓性的意謂光導之特徵在於20 mm或小於20 mm、例如10 mm或小於10 mm、尤其較佳小於5 mm或更小之彎曲半徑。彎曲半徑意謂在不使光導斷裂之情況下且在不削弱光導傳導輻射之能力之情況下可形成的最小半徑。在大於0.1 dB之光之衰減傳送至光導中之彎曲部時存在削弱。衰減較佳用於1550 nm之參考波長。

較佳地，石英由二氧化矽與少於1重量%其他物質、例如少於0.5重量%其他物質、尤其較佳少於0.3重量%其他物質構成，在各情況下均以石英之總重量計。此外，較佳地，以石英之總重量計，石英包含至少99重量%二氧化矽。

光導較佳具有細長形式。光導之形式由其長度延伸L及其截面Q界定。光導較佳沿著其長度延伸L具有圓形外壁。光導之截面Q始終確定於垂直於光導外壁之平面中。若光導在長度延伸L上為彎曲的，則截面Q確定為垂直於光導外壁上一點處之切線。光導較佳具有0.04至1.5 mm範圍內之直徑 d_L 。光導較佳具有1 m至100 km範圍內之長度。

根據本發明，光導包含一或多個芯，例如一個芯或兩個芯或三個芯或四個芯或五個芯或六個芯或七個芯或多於七個芯，尤其較佳一個芯。較佳地，經由光導傳導之電磁輻射之多於90%、例如多於95%、尤其較佳多

於98%係在芯中傳導。為了在芯中傳輸光，如已關於光導給出的較佳之波長範圍適用。較佳地，芯之材料係選自由以下組成之群：玻璃或石英玻璃或兩者之組合，尤其較佳為石英玻璃。芯可彼此獨立地由相同材料或不同材料製成。較佳地，所有芯均由相同材料、尤其較佳石英玻璃製成。

各芯具有較佳圓形之截面 Q_k 且具有長度為 L_k 之細長形式。芯之截面 Q_k 與各其他芯之截面 Q_k 無關。芯之截面 Q_k 可相同或不同。較佳地，所有芯之截面 Q_k 均相同。芯之截面 Q_k 始終係於垂直於芯外壁或光導外壁之平面中確定。若芯在長度延伸上為彎曲的，則截面 Q_k 將垂直於芯外壁上一點處之切線。芯之長度 L_k 獨立於各其他芯之長度 L_k 。芯之長度 L_k 可相同或不同。較佳地，所有芯之長度 L_k 均相同。各芯較佳具有1 m至100 km範圍內之長度 L_k 。各芯具有直徑 d_k 。芯之直徑 d_k 獨立於各其他芯之直徑 d_k 。芯之直徑 d_k 可相同或不同。較佳地，所有芯之直徑 d_k 均相同。較佳地，各芯之直徑 d_k 在0.1至1000 μm 、例如0.2至100 μm 或0.5至50 μm 、尤其較佳1至30 μm 範圍內。

各芯垂直於芯之最大延伸具有至少一個折射率分佈。「折射率分佈」意謂折射率在垂直於芯之最大延伸之方向上恆定或變化。較佳之折射率分佈對應於同心折射率分佈，例如同心折射率輪廓，其中具有最大折射率之第一區域存在於芯之中心中且其由具有較低折射率之另一區域包圍。較佳地，各芯在其長度 L_k 上僅具有一個折射率分佈。芯之折射率分佈獨立於各其他芯中之折射率分佈。芯之折射率分佈可相同或不同。較佳地，所有芯之折射率分佈均相同。原則上，芯亦有可能具有多個不同折射率分佈。

垂直於芯之最大延伸的各折射率分佈具有最大折射率 n_k 。垂直於芯之最大延伸的各折射率分佈亦可具有其他較低折射率。折射率分佈之最低

折射率較佳比折射率分佈之最大折射率 n_K 小不超過0.5。折射率分佈之最低折射率較佳比折射率分佈之最大折射率 n_K 小0.0001至0.15、例如0.0002至0.1、尤其較佳0.0003至0.05。

較佳地，芯具有1.40至1.60範圍內、例如1.41至1.59範圍內、尤其較佳1.42至1.58範圍內之折射率 n_K ，在各情況下均在 $\lambda_r = 589 \text{ nm}$ (鈉D線)之參考波長下、在20°C之溫度下且在正常壓力($p = 1013 \text{ hPa}$)下量測。關於就此而言之其他細節，參見測試方法章節。芯之折射率 n_K 獨立於各其他芯之折射率 n_K 。芯之折射率 n_K 可相同或不同。較佳地，所有芯之折射率 n_K 均相同。

較佳地，光導之各芯具有1.9至2.5 g/cm^3 範圍內、例如2.0至2.4 g/cm^3 範圍內、尤其較佳2.1至2.3 g/cm^3 範圍內之密度。較佳地，芯具有小於100 ppb、例如小於20 ppb或小於5 ppb、尤其較佳小於1 ppb之殘餘水分含量，在各情況下均以芯之總重量計。芯之密度獨立於各其他芯之密度。芯之密度可相同或不同。較佳地，所有芯之密度均相同。

較佳地，至少夾套M1由二氧化矽製成且具有至少一種、較佳若干或所有的以下特徵：

- a) 小於10 ppm、例如小於5 ppm、尤其較佳小於1 ppm之OH含量；
- b) 小於200 ppm、較佳小於100 ppm、例如小於80 ppm、尤其較佳小於60 ppm之氯含量；
- c) 小於200 ppb、較佳小於100 ppb、例如小於80 ppb、尤其較佳小於60 ppb之鋁含量；
- d) 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 、例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內、尤其較佳

在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之ODC含量；

e) 小於1 ppm、例如小於0.5 ppm、尤其較佳小於0.1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

f) $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

g) 大於6 m之捲曲參數；

h) 以夾套M1之OH含量a)計，不大於10%、較佳不大於5%之OH含量標準差；

i) 以夾套M1之Cl含量b)計，不大於10%、較佳不大於5%之Cl含量標準差；

j) 以夾套M1之Al含量c)計，不大於10%、較佳不大於5%之Al含量標準差；

k) 小於 $1 \cdot 10^{-4}$ 之折射率均質性；

l) 1150至1250°C 範圍內、尤其較佳1180至1220°C 範圍內之轉變點 T_g ，

其中ppb及ppm各自以夾套M1之總重量計。

較佳地，夾套具有小於 $1 \cdot 10^{-4}$ 之折射率均質性。折射率均質性指示以樣品中所量測之所有折射率之平均值計，樣品(例如夾套M1或石英玻璃體)之各位置處折射率之最大偏差。為了量測平均值，折射率係在至少七個量測位置量測。

較佳地，夾套M1具有小於1000 ppb、例如小於500 ppb、尤其較佳

小於100 ppb之不同於鋁的金屬之金屬含量，在各情況下均以夾套M1之總重量計。然而通常，夾套M1具有至少1 ppb之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、銻、銅、鉬、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

夾套M1可包含其他成分。較佳地，夾套包含少於500 ppm、例如少於450 ppm、尤其較佳少於400 ppm之其他成分，ppm在各情況下均以夾套M1之總重量計。可能的其他成分為例如碳、氟、碘、溴及磷。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子、離子或錯合物之一部分存在。然而通常，夾套M1具有至少1 ppb之其他成分之含量。

較佳地，夾套M1包含少於5 ppm、例如少於4 ppm或少於3 ppm、尤其較佳少於2 ppm碳，在各情況下均以夾套M1之總重量計。然而通常，夾套M1具有至少1 ppb之碳含量。

較佳地，夾套M1具有均質分佈之OH含量、Cl含量或Al含量。

在光導之一較佳實施例中，夾套M1以重量計貢獻至少80重量%、例如至少85重量%、尤其較佳至少90重量%，在各情況下均以夾套M1及芯之總重量計。較佳地，夾套M1以重量計貢獻至少80重量%、例如至少85重量%、尤其較佳至少90重量%，在各情況下均以夾套M1、芯及定位於夾套M1與芯之間的其他夾套之總重量計。較佳地，夾套M1以重量計貢獻至少80重量%、例如至少85重量%、尤其較佳至少90重量%，在各情況下均以光導之總重量計。

較佳地，夾套M1具有2.1至2.3 g/cm³範圍內、尤其較佳2.18至2.22 g/cm³範圍內之密度。

另一態樣係關於一種可藉由一種方法獲得之光導，該方法包含以下

步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 根據本發明之第二態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至該石英玻璃體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸步驟B/之該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套M1之光導。

步驟A/、B/及C/較佳特徵在於在本發明之第三態樣之情形下所描述的特徵。

光導較佳特徵在於在本發明之第三態樣之情形下所描述的特徵。

本發明之第四態樣係關於一種製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 根據本發明之第二態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

步驟(i)

在步驟(i)中，提供中空體。步驟(i)中提供之中空體包含至少一個開口，例如一個開口或兩個開口或三個開口或四個開口，尤其較佳一個開口或兩個開口。

較佳地，在步驟(i)中提供可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體(步驟(i-1))。較佳地，中空體具有在本發明之第一或第二態樣之情形下所描述的特徵。

較佳地，在步驟(i)中提供可獲自根據本發明之第二態樣的石英玻璃體之中空體(步驟(i-2))。關於加工根據本發明之第二態樣之石英玻璃體以獲得中空體，存在許多可能性。

較佳地，具有兩個開口之中空體可類似於本發明之第一態樣之步驟iv.)自石英玻璃體形成。

加工石英玻璃體以獲得具有開口之中空體原則上可藉助於熟練人員所已知且適用於製備具有開口之玻璃中空體之任何方法執行。舉例而言，包含壓製、吹製、抽吸或其組合之方法為適合的。亦有可能藉由封閉一開口(例如藉由熔融閉塞)自具有兩個開口之中空體形成具有一個開口之中空體。

所獲得之中空體較佳具有在本發明之第一及第二態樣之情形下所描述的特徵。

中空體由較佳以98至100重量%之範圍、例如99.9至100重量%之範圍、尤其較佳100重量%包含二氧化矽之材料製成，在各情況下均以中空體之總重量計。

製備中空體之材料較佳具有至少一種、較佳若干、例如兩種或較佳所有的以下特徵：

HK1. 以材料之總重量計，較佳大於95重量%、例如大於97重量%、尤其較佳大於99重量%之二氧化矽含量；

HK2. 2.1至2.3 g/cm³範圍內、尤其較佳2.18至2.22 g/cm³範圍內之密度；

HK3. 以中空體內部產生之光之量計，在350至750 nm可見光範圍內之至少一個波長下在10至100%範圍內、例如30至99.99%範圍內、尤其較佳50至99.9%範圍內之透光率；

HK4. 小於500 ppm、例如小於400 ppm、尤其較佳小於300 ppm之OH含量；

HK5. 小於200 ppm、較佳小於100 ppm、例如小於80 ppm、尤其較佳小於60 ppm之氯含量；

HK6. 小於200 ppb、例如小於100 ppb、尤其較佳小於80 ppb之鋁含量；

HK7. 小於5 ppm、例如小於4.5 ppm、尤其較佳小於4 ppm之碳含量；

HK8. 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 之ODC含量；

HK9. 小於1 ppm、例如小於0.5 ppm、尤其較佳小於0.1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

HK10. $\log_{10} \eta (1250^\circ\text{C}) = 11.4$ 至 $\log_{10} \eta (1250^\circ\text{C})=12.4$ 及/或 $\log_{10} \eta (1300^\circ\text{C}) = 11.1$ 至 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C})=11.7$ 及/或 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C}) = 10.5$ 至 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C})=11.1$ 範圍內之黏度(p=1013 hPa)；

HK11. 1150至1250°C範圍內、尤其較佳1180至1220°C範圍內之轉變點T_g；

其中ppm及ppb各自以中空體之總重量計。

步驟(ii)

較佳地，步驟(i)之中空體在用氣體填充之前用電極、較佳兩個電極裝配。較佳地，電極連接至電流之來源。較佳地，電極連接至施照體插口。

電極之材料較佳係選自金屬之群。原則上，電極材料可選自在施照體之操作條件下其形式或作為電極之電導率不會氧化、腐蝕、熔融或以其他方式變得受損害的任何金屬。電極材料較佳係選自由以下組成之群：鐵、鋁、銅、鎢、銻、金及鉑或選自其之至少兩者，鎢、鋁或銻較佳。

步驟(iii)

用氣體填充在步驟(i)中提供且在步驟(ii)中視情況用電極裝配之中空體。

填充可以熟練人員所已知且適用於填充之任何方法執行。較佳地，氣體係經由至少一個開口饋入至中空體中。

較佳地，中空體在用氣體填充之前經抽真空，較佳經抽真空至小於2毫巴之壓力。藉由隨後引入氣體，用氣體填充中空體。可重複此等步驟以便減少空氣雜質、尤其氧氣。較佳地，重複此等步驟至少兩次、例如至少三次或至少四次、尤其較佳至少五次直至其他氣體雜質(諸如空氣，尤其氧氣)之量足夠低。此程序對於填充具有一個開口之中空體而言尤其較佳。

在包含兩個或多於兩個開口之中空體中，中空體較佳係經由開口之一填充。在用氣體填充之前中空體中存在之空氣可經由至少一個其他開口離開。氣體經饋入至中空體直至其他氣體雜質(諸如空氣，尤其氧氣)之量

足夠低。

較佳地，中空體係用惰性氣體；或用兩種或多於兩種惰性氣體之組合；例如用氮氣、氬氣、氖氣、氫氣、氦氣、氙氣或其兩者或多於兩者之組合；尤其較佳用氮氣、氙氣或氮氣及氫氣之組合填充。用於施照體之中空體的更佳之填充材料為氖及汞。

較佳地，中空體在填充氣體之後經封閉，以使得在進一步加工期間氣體不會離開、在進一步加工期間無空氣自外部進入或兩種情況皆有。封閉可藉由熔融或置放帽蓋來執行。適合帽蓋為例如石英玻璃帽蓋(其例如熔融至中空體上)或施照體插口。較佳地，中空體係藉由熔融來封閉。

根據本發明之第四態樣之施照體包含中空體及視情況電極。施照體較佳具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤其較佳至少五種以下特徵：

I.) 0.1 cm^3 至 10 m^3 範圍內、例如 0.3 cm^3 至 8 m^3 範圍內、尤其較佳 0.5 cm^3 至 5 m^3 範圍內之體積；

II.) 1 mm 至 100 m 範圍內、例如 3 mm 至 80 m 範圍內、尤其較佳 5 mm 至 50 m 範圍內之長度；

III.) 2 至 360° 範圍內、例如 10 至 360° 範圍內、尤其較佳 30 至 360° 範圍內之輻射角；

IV.) 145 至 4000 nm 波長範圍內、例如 150 至 450 nm 或 800 至 4000 nm 範圍內、尤其較佳 160 至 280 nm 範圍內之光輻射；

V.) 1 mW 至 100 kW 範圍內、尤其較佳 1 kW 至 100 kW 範圍內或 1 至 100 W 範圍內之功率。

另一態樣係關於一種可藉由一種方法獲得之施照體，該方法包含以

下步驟：

(i) 提供：

(i-1) 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 根據本發明之第二態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

步驟(i)、(ii)及(iii)較佳特徵在於在第四態樣之情形下所描述的特徵。

施照體較佳特徵在於在第四態樣之情形下所描述的特徵。

本發明之第五態樣係關於一種製備成型體之方法，其包含以下步驟：

(1) 提供根據本發明之第一或第二態樣之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

步驟(1)中提供之石英玻璃體為根據本發明之第二態樣或可藉由根據本發明之第一態樣之方法獲得的石英玻璃體。較佳地，所提供之石英玻璃體具有本發明之第一或第二態樣之特徵。

步驟(2)

為了形成步驟(1)中提供之石英玻璃體，原則上熟練人員所已知且適用於形成石英玻璃之任何方法均為可能的。較佳地，石英玻璃體係如在本發明之第一、第三及第四態樣之情形下所描述形成以獲得成型體。此外，較佳地，成型體可藉助於玻璃吹製者所已知之技術成型。

成型體原則上可呈可自石英玻璃成型之任何形狀。較佳之成型體為例如：

- 具有至少一個開口之中空體，諸如圓底燒瓶及立式燒瓶，
- 用於該等中空體之夾具及帽蓋，
- 開放式製品，諸如碗及船(晶圓載體)，
- 開放式或可封閉配置之坩堝，
- 板片及窗，
- 比色管，
- 管子及中空圓柱，例如反應管、截面管、立方體腔室，
- 棒、桿及塊，例如呈圓形或角形、對稱或不對稱形式，
- 在一端或兩端封閉之管子及中空圓柱，
- 圓頂及鐘狀物，
- 凸緣，
- 透鏡及稜鏡，
- 彼此焊接之部件，
- 彎曲部件，例如凸面或凹面表面及板片，彎曲棒及管。

根據一較佳實施例，成型體可在成型之後經處理。為此，原則上結合本發明之第一態樣所描述的適用於後處理石英玻璃體之所有方法均為可能的。較佳地，成型體可例如藉由鑽探、搪磨、外部研磨、減小尺寸或拉伸而經機械加工。

另一態樣係關於一種可藉由一種方法獲得之成型體，該方法包含以下步驟：

- (1) 提供根據本發明之第一或第二態樣之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

步驟(1)及(2)較佳特徵在於在第五態樣之情形下所描述的特徵。

成型體較佳特徵在於在第五態樣之情形下所描述的特徵。

本發明之第六態樣為豎立式燒結坩堝用於製備選自由光導、施照體、燈及成型體組成之群的包含石英玻璃之產品之用途，其中在該豎立式燒結坩堝中加工具有以下特徵之二氧化矽顆粒具有：

- a. 20至50 m²/g範圍內之BET表面積，及
- b. 50至500 μm範圍內之平均粒度。

【圖式簡單說明】

圖1 流程圖(製備石英玻璃體之方法)

圖2 流程圖(製備二氧化矽顆粒I之方法)

圖3 流程圖(製備二氧化矽顆粒II之方法)

圖4 流程圖(製備光導之方法)

圖5 流程圖(製備施照體之方法)

圖6 烘爐中之豎立式坩堝之示意圖

圖7 噴霧塔之示意圖

圖8 光導之截面之示意圖

圖9 光導之視圖之示意圖

圖10 流程圖(製備成型體之方法)

【實施方式】

圖1展示根據本發明製備石英玻璃體之方法100之流程圖，其含有步驟101至104。在第一步驟101中，提供二氧化矽顆粒。在第二步驟102中，自二氧化矽顆粒製造玻璃熔體。

較佳地，可引入至烘爐中且自烘爐移出之模具用於熔融。該等模具通常由石墨製成。其向澆鑄物件提供陰性形式。在步驟103中使二氧化矽顆粒填充至模具中且首先於模具中熔融。隨後，藉由冷卻熔體在同一模具中形成石英玻璃體。隨後使其自模具釋放且例如在視情況選用之步驟104中進一步加工。此程序為不連續的。熔體之形成較佳係在減壓下、尤其在真空中執行。此外，在步驟103期間有可能間歇地向烘爐饋入還原性含氫氣氛圍。

在另一程序中，較佳利用懸掛式或豎立式坩堝。熔融較佳係在還原性含氫氣氛圍中執行。在第三步驟103中，形成石英玻璃體。石英玻璃體之形成較佳係藉由自坩堝移出至少一部分玻璃熔體且冷卻來執行。移出較佳係經由坩堝下端之噴嘴執行。在此情況下，石英玻璃體之形式可由噴嘴之設計確定。以此方式，舉例而言，可獲得實心體。舉例而言，若噴嘴另外具有心軸，則獲得中空體。製備石英玻璃體之方法之此實例及尤其步驟103較佳係連續地執行。在視情況選用之步驟104中，可自實心石英玻璃體形成中空體。

圖2展示製備二氧化矽顆粒I之方法200之流程圖，其含有步驟201、202及203。在第一步驟201中，提供二氧化矽粉末。二氧化矽粉末較佳係獲自含矽材料(例如矽氧烷、矽醇鹽或矽鹵化物)在熱解方法中轉化為二氧化矽之合成方法。在第二步驟202中，使二氧化矽粉末與液體、較佳與水混合以獲得漿液。在第三步驟203中，使漿液中所含有之二氧化矽轉變為二氧化矽顆粒。造粒係藉由噴霧造粒執行。為此，將漿液經由噴嘴噴霧至噴霧塔中且乾燥以獲得細粒，其中噴嘴與漿液之間的接觸表面包含玻璃或塑膠。

圖3展示製備二氧化矽顆粒II之方法300之流程圖，其含有步驟301、302、303及304。步驟301、302及303對應於根據圖2之步驟201、202及203進行。在步驟304中，加工在步驟303中獲得之二氧化矽顆粒I以獲得二氧化矽顆粒II。此較佳藉由使二氧化矽顆粒I在含氯氣氛圍中升溫來執行。

圖4展示製備光導之方法之流程圖，其含有步驟401、403及404以及視情況選用之步驟402。在第一步驟401中，提供石英玻璃體、較佳根據方法100製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空石英玻璃體。在第二步驟402中，對應於步驟104，自步驟401中提供之實心石英玻璃體形成中空石英玻璃體。在第三步驟403中，將一個或多於一個芯棒引入至中空中。在第四步驟404中，加工裝配有一個或多於一個芯棒之石英玻璃體以獲得光導。為此，裝配有一個或多於一個芯棒之石英玻璃體較佳藉由升溫而軟化且經拉伸直至達成光導之所要厚度。

圖5展示製備施照體之方法之流程圖，其含有步驟501、503及504以及視情況選用之步驟502。在第一步驟501中，提供石英玻璃體、較佳根據方法100製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空石英玻璃體。若步驟501中提供之石英玻璃體為實心的，則對應於步驟104，視情況在第二步驟502中形成其以獲得中空石英玻璃體。在視情況選用之第三步驟中，用電極裝配中空石英玻璃體。在第四步驟504中，用氣體、較佳氬氣、氮氣、氙氣或其組合填充中空石英玻璃體。較佳地，實心石英玻璃體係首先提供(501)、成型以獲得中空體(502)、用電極裝配(503)及用氣體填充(504)。

在圖6中，展示具有豎立式坩堝之烘爐900之較佳實施例。坩堝901係

豎立式配置於烘爐900中。坩堝901具有站立區域902、固體入口903及噴嘴904作為出口。坩堝901係經由入口903經二氧化矽顆粒905填充。在操作中，二氧化矽顆粒905存在於坩堝之上部區域中，而玻璃熔體906存在於坩堝之下部區域中。坩堝可藉由配置於坩堝壁910外側上之加熱元件907加熱。烘爐亦在加熱元件907與外壁908之間具有絕熱層909。絕熱層909與坩堝壁910中間的空間可經氣體填充且為此目的具有氣體入口911及氣體出口912。石英玻璃體913可經由噴嘴904自坩堝901移出。

圖7中展示用於對二氧化矽噴霧造粒之噴霧塔1100之較佳實施例。噴霧塔1100包含進料端1101，含有二氧化矽粉末及液體之加壓漿液經由該進料端饋入至噴霧塔中。在管線之末端為噴嘴1102，漿液經由該噴嘴以精細擴散之分佈形式引入至噴霧塔中。較佳地，噴嘴向上傾斜，以使得漿液沿噴嘴方向以精細液滴形式噴霧至噴霧塔中，且隨後在重力影響下以弧形落下。在噴霧塔之上端存在氣體入口1103。藉由經由氣體入口1103引入氣體，氣流沿與漿液自噴嘴1102之出口方向相反的方向產生。噴霧塔1100亦包含篩檢裝置1104及篩分裝置1105。小於規定粒度之粒子係藉由篩檢裝置1104提取且經由排出口1106移出。篩檢裝置1104之提取強度可經組態以對應於待提取之粒子之粒度。大於規定粒度之粒子係藉由篩分裝置1105篩分出且經由排出口1107移出。篩分裝置1105之篩透過率可經選擇以對應於待篩分出之粒度。剩餘粒子(具有所要粒度之二氧化矽顆粒)係經由出口1108移出。

圖8中展示根據本發明之光導1200之示意性截面，該光導具有芯1201及包圍芯1201之夾套M1 1202。

圖9示意性地展示具有電纜結構之光導1300之俯視圖。為了表示芯

1301及圍繞芯1301之夾套M1 1302之配置，一部分芯1301展示為不具有夾套M1 1302。然而典型地，芯1301在其整個長度上均由夾套M1 1302包覆。

圖10展示製備成型體之方法之流程圖，其含有步驟1601及1602。在第一步驟1601中，提供石英玻璃體、較佳根據方法100製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空體石英玻璃體。在第二步驟1602中，自步驟1601中提供之實心石英玻璃體形成成型體。

[測試方法]

a. 假定溫度

假定溫度係藉由拉曼光譜分析(Raman spectroscopy)使用約 606 cm^{-1} 下之拉曼散射強度來量測。*Pfleiderer*等人; 「The UV-induced 210 nm absorption band in fused Silica with different thermal history and stoichiometry」; *Journal of Non-Crystalline Solids*, 第159卷 (1993), 第145-153頁之稿件中所描述的程序及分析。

b. OH含量

玻璃之OH含量係藉由紅外光譜分析來量測。利用D. M. Dodd & D. M. Fraser 「Optical Determinations of OH in Fused Silica」 (*J.A.P.* 37, 3991 (1966))之方法。替代其中所提及之裝置，利用FTIR光譜儀(傅立葉變換(Fourier transform)紅外光譜儀，Perkin Elmer之現行System 2000)。對光譜之分析原則上可對約 3670 cm^{-1} 下之吸收帶或約 7200 cm^{-1} 下之吸收帶執行。帶之選擇係基於經由OH吸收之透射率損失在10與90%之間來進行。

c. 缺氧中心(ODC)

在定量偵測中，ODC(I)吸收係在165 nm下、藉助於傳輸量測、以粗度在1-2 mm之間的探針、使用McPherson, Inc. (USA)之型號VUVAS 2000真空UV光譜儀量測。

則：

$$N = \alpha / \sigma$$

其中

$$N = \text{缺陷濃度} [1/\text{cm}^3]$$

$$\alpha = \text{ODC(I)帶之光學吸收} [1/\text{cm}, \text{base e}]$$

$$\sigma = \text{有效截面} [\text{cm}^2]$$

其中有效截面設定為 $\sigma = 7.5 \cdot 10^{-17} \text{cm}^2$ (來自L. Skuja, 「Color Centers and Their Transformations in Glassy SiO₂」, Lectures of the summer school 「Photosensitivity in optical Waveguides and glasses」, 1998年7月13-18日, Vitznau, Switzerland)。

d. 元素分析

d-1) 將固體樣品碾碎。隨後，藉由以下方式清潔約20 g樣品：將其引入至耐HF之容器中，用HF完全覆蓋其，且在100°C下熱處理一小時。在冷卻之後，丟棄酸且用高純度水清潔樣品數次。隨後，在乾燥箱中乾燥容器及樣品。

隨後，將約2 g固體樣品(如上清潔之碾碎材料；無預處理之粉塵等)稱重至耐HF之萃取容器中且溶解於15 ml HF (50重量%)中。將萃取容器封閉且在100°C下熱處理直至樣品完全溶解。隨後，打開萃取容器且在100°C下進一步熱處理，直至溶液完全蒸發。同時，用15 ml高純度水填充萃取容器3次。引入1 ml HNO₃至萃取容器中，以便溶解分離之雜質且用

高純度水填充達至15 ml。樣品溶液隨後準備好。

d-2) ICP-MS / ICP-OES量測

視預期元素濃度而利用OES抑或MS。典型地，MS之量測值為1 ppb，且OES之量測值為10 ppb(在各情況下均以所稱重樣品計)。用量測裝置量測元素濃度係根據裝置製造商(ICP-MS：Agilent 7500ce；ICP-OES：Perkin Elmer 7300 DV)之規定且使用經認證之校準用參考液體來執行。隨後以探針之初始重量(2 g)計，轉化藉由裝置量測的溶液(15 ml)中之元素濃度。

注意：應記住，為了量測所討論之元素濃度，酸、容器、水及裝置必須足夠純。此藉由萃取不具有石英玻璃之空白樣品來檢查。

以下元素係以此方式量測：Li、Na、Mg、K、Ca、Fe、Ni、Cr、Hf、Zr、Ti、(Ta)、V、Nb、W、Mo、Al。

d-3) 以液體形式存在之樣品之量測係如上文所描述執行，其中省略根據步驟d-1)之樣品製備。引入15 ml液體樣品至萃取燒瓶中。無需進行以初始樣品重量計之轉化。

e. 測定液體之密度

為了量測液體之密度，將精確規定體積之液體稱重至對液體及其成分惰性之量測裝置中，其中量測容器之空重量及填充重量。密度以兩個重量量測值之間的差值除以所引入液體之體積給出。

f. 氟離子測定

將15 g石英玻璃樣品碾碎且藉由在70°C下於硝酸中處理來清潔。隨後將樣品用高純度水洗滌數次，且隨後乾燥。將2 g樣品稱重至鎳坩堝中且用10 g Na_2CO_3 及0.5 g ZnO 覆蓋。將坩堝用Ni蓋封閉且在1000°C下烘

烤一小時。隨後將鎳坩堝用水填充且使其沸騰直至熔體外皮完全溶解。將溶液轉移至200 ml量測燒瓶且用高純度水填充達至200 ml。在使未溶解成分沈降之後，取30 ml且轉移至100 ml量測燒瓶，添加0.75 ml冰乙酸及60 ml TISAB且用高純度水填滿。將樣品溶液轉移至150 ml玻璃燒杯。

樣品溶液中氟離子含量之量測係藉助於適用於預期濃度範圍之離子敏感(氟離子)電極及如製造商規定之顯示裝置(此處為氟離子選擇性電極及參考電極F-500與R503/D，連接至pMX 3000/pH/ION，來自Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH)執行。用溶液中之氟離子濃度、稀釋因數及樣品重量，計算石英玻璃中之氟離子濃度。

g. 測定氯(≥ 50 ppm)

將15 g石英玻璃樣品碾碎且藉由在約70°C下用硝酸處理來清潔。隨後，將樣品用高純度水沖洗數次，且隨後乾燥。隨後將2 g樣品填充至用於壓力容器之PTFE插入物中，用15 ml NaOH ($c=10$ mol/l)溶解，用PTFE蓋封閉且置放於壓力容器中。將其封閉且在約155°C下熱處理24小時。在冷卻之後，將PTFE插入物移出且將溶液完全轉移至100 ml量測燒瓶。添加10 ml HNO₃ (65重量%)及15 ml乙酸鹽緩衝液，使其冷卻且用高純度水填充至100 ml。將樣品溶液轉移至150 ml玻璃燒杯。樣品溶液具有5與7之間的範圍內之pH值。

樣品溶液中氯離子含量之量測係藉助於適用於預期濃度範圍之離子敏感(氯離子)電極及如製造商規定之顯示裝置(此處為型號Cl-500之電極及型號R-503/D之參考電極，連接至pMX 3000/pH/ION，來自Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH)執行。

h. 氯含量(< 50 ppm)

石英玻璃中 $< 50 \text{ ppm}$ 達至 0.1 ppm 之氯含量係藉由中子活化分析 (NAA) 來量測。為此，自所研究之石英玻璃體取 3 個各自具有 3 mm 直徑及 1 cm 長度之孔。將其送至分析之研究機構，在此情況下送至 Mainz, Germany 之 Johannes-Gutenberg University 的核化學研究所。為了排除樣品受氯污染，直接在量測之前的位置處配置在 HF 浴中對樣品之澈底清潔。各孔經量測數次。結果及孔隨後由研究機構送回。

i. 光學性質

石英玻璃樣品之透射率係用來自 Perkin Elmer 之商業光柵-或 FTIR-光譜儀 (Lambda 900 [190-3000 nm] 或 System 2000 [1000-5000 nm]) 量測。選擇係由所需量測範圍確定。

為了量測絕對透射率，在平行平面上對樣品拋光 (表面粗糙度 $\text{RMS} < 0.5 \text{ nm}$) 且藉由超音波處理清除掉表面之所有殘餘物。樣品厚度為 1 cm 。在歸因於雜質、摻雜劑等之預期強透射損失之情況下，可選擇更厚或更薄樣品以便保持在裝置之量測範圍內。選擇一樣品厚度 (量測長度)，在該樣品厚度下由於輻射通過樣品而僅產生輕微假像且同時量測到足夠偵測之效應。

量測不透明度，將樣品置放於積分球之前。不透明度係使用量測之透射率值 T 根據下式計算： $O = 1/T = I_0/I$ 。

j. 管或棒中之折射率及折射率分佈

管/棒之折射率分佈可藉助於 York Technology Ltd. Preform Profiler P102 或 P104 表徵。為此，將棒置放得位於量測腔室中，腔室緊密封閉。隨後將量測腔室用在 633 nm 測試波長下之折射率極類似於最外玻璃層在 633 nm 下之折射率的浸入油填充。雷射束隨後經過量測腔室。在量測腔

室後面(沿輻射之方向)安裝有量測(進入量測腔室之輻射與離開量測腔室之輻射相比的)偏向角之偵測器。在棒之折射率分佈具放射對稱性之假定下，可藉助於逆Abel變換重構徑向折射率分佈。此等計算係藉由裝置製造商York之軟體執行。

樣品之折射率係類似於上文描述用York Technology Ltd. Preform Profiler P104量測。在各向同性樣品之情況下，折射率分佈之量測僅給出一個值，折射率。

k. 碳含量

二氧化矽顆粒及二氧化矽粉末之表面碳含量之定量量測係用來自Leco Corporation, USA之碳分析儀RC612，藉由用氧氣使所有表面碳污染物(除SiC之外)完全氧化以獲得二氧化碳來執行。為此，將4.0 g樣品稱重且引入至石英玻璃盤中之碳分析儀中。將樣品浸潤於純氧氣中且加熱至900°C維持180秒。所形成之CO₂係藉由碳分析儀之紅外偵測器來量測。在此等量測條件下，偵測極限處於≤ 1 ppm (重量ppm)碳。

適用於使用以上所提及之碳分析儀的此分析之石英玻璃船可作為LECO分析儀之消耗品以LECO編號781-335於實驗室供應市場獲得，在本發明之情況下獲自Deslis Laborhandel, Flurstraße 21, D-40235 Dusseldorf (Germany), Deslis編號LQ-130XL。該種船具有約25 mm/60 mm/15 mm之寬度/長度/高度維度。石英玻璃船經樣品材料填充達至其高度的一半。對於二氧化矽粉末，可達至1.0 g樣品材料之樣品重量。偵測下限則為<1重量ppm碳。在相同船中，就相同填充高度而言，達至4 g二氧化矽顆粒之樣品重量(平均粒度在100至500 μm範圍內)。偵測下限則為約0.1重量ppm碳。當樣品之量測表面積分為空樣品(空樣品=以上方法但

用空石英玻璃船)之量測表面積分的不大於三倍時，達至偵測下限。

l. 捲曲參數

捲曲參數(亦稱為：「纖維捲曲」)係根據DIN EN 60793-1-34:2007-01 (德語版之標準IEC 60793-1-34:2006)量測。量測係根據附件A於章節A.2.1、A.3.2及A.4.1中描述之方法(「極值技術」)進行。

m. 衰減

衰減係根據DIN EN 60793-1-40:2001 (德語版之標準IEC 60793-1-40:2001)量測。量測係根據附件中描述之方法(「回切法」)在 $\lambda=1550\text{ nm}$ 之波長下進行。

n. 漿液之黏度

將漿液用脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 M Ω cm)設定為30重量%固體含量之濃度。黏度隨後係用來自Anton-Paar之MCR102量測。為此，黏度係在5 rpm下量測。量測係在23°C之溫度及1013 hPa之氣壓下進行。

o. 搖變性

將漿液之濃度用脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 M Ω cm)設定為30重量%固體之濃度。搖變性隨後係用來自Anton-Paar的具有錐與板配置之MCR102量測。黏度係在5 rpm及50 rpm下量測。第一與第二值之商給出搖變指數。量測係在23°C之溫度下進行。

p. 漿液之 ζ 電位

為了 ζ 電位量測，利用 ζ 電位單元(Flow Cell, Beckman Coulter)。將樣品溶解於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 M Ω cm)中以獲得具有1 g/L濃度之20 mL溶液。經由添加具有0.1 mol/L及1 mol/L

濃度之 HNO_3 溶液及具有 0.1 mol/L 濃度之 NaOH 溶液將 pH 設定為7。量測係在 23°C 之溫度下進行。

q. 漿液之等電點

等電點，利用 ζ 電位量測單元(Flow Cell, Beckman Coulter)及自動滴定儀(DelsaNano AT, Beckman Coulter)。將樣品溶解於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質： $18.2 \text{ M}\Omega\text{cm}$)中以獲得具有 1 g/L 濃度之 20 mL 溶液。藉由添加具有 0.1 mol/L 及 1 mol/L 濃度之 HNO_3 溶液及具有 0.1 mol/L 濃度之 NaOH 溶液改變 pH 。等電點為 ζ 電位等於0所處之 pH 值。量測係在 23°C 之溫度下進行。

r. 漿液之 pH 值

漿液之 pH 值係使用來自Wissenschaftlich-Technische-Werkstätten GmbH之WTW 3210量測。來自WTW之 pH 3210 Set 3用作電極。量測係在 23°C 之溫度下進行。

s. 固體含量

將稱重部分 m_1 之樣品加熱至 500°C 維持4小時，在冷卻之後再稱重(m_2)。固體含量 w 以 $m_2/m_1 * 100$ [重量%]給出。

t. 容積密度

容積密度係根據標準DIN ISO 697:1984-01用來自Powtec之SMG 697量測。散裝材料(二氧化矽粉末或顆粒)不會結塊。

u. 夯實密度(顆粒)

夯實密度係根據標準DIN ISO 787:1995-10量測。

v. 量測孔隙尺寸分佈

孔隙尺寸分佈係根據DIN 66133 (在 480 mN/m 之表面張力及 140° 之

接觸角下)量測。為了量測小於3.7 nm之孔隙尺寸，使用來自Porotec之Pascal 400。為了量測3.7 nm至100 μm 之孔隙尺寸，使用來自Porotec之Pascal 140。在量測之前使樣品經歷壓力處理。為此，使用手動液壓機(來自Specac Ltd., River House, 97 Cray Avenue, Orpington, Kent BR5 4HE, U.K.之訂單編號15011)。將250 mg樣品材料稱重至來自Specac Ltd.之具有13 mm內徑之糰粒螺模中且負載有1 t，根據顯示。維持此負載5 s且視需要再調節。隨後釋放樣品上之負載，且將樣品在再循環空氣乾燥箱中在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 下乾燥4 h。

將樣品稱重至精確度為0.001 g之型號10穿透計中，且為了得到良好量測再現性，其經選擇以使得所用之主幹體積(亦即用於填充穿透計可能使用的Hg體積之百分比)在總Hg體積之20%至40%之間的範圍內。隨後將穿透計緩慢抽真空至50 μm Hg且保持在此壓力下5 min。以下參數直接由量測裝置之軟體提供：總孔隙體積、總孔隙表面積(假定圓柱形孔隙)、平均孔隙半徑、峰孔隙半徑(最常出現之孔隙半徑)、峰值n. 2孔隙半徑(μm)。

w. 初始粒度

初始粒度係使用掃描電子顯微鏡(SEM)型號Zeiss Ultra 55量測。將樣品懸浮於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 $\text{M}\Omega\text{cm}$)中以獲得極稀懸浮液。將懸浮液用超音波探針(UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20 kHz)處理1 min，且隨後塗覆至碳黏合墊。

x. 懸浮液中平均粒度

懸浮液中平均粒度係使用雷射偏轉法，根據用戶手冊使用可獲自Malvern Instruments Ltd., UK之Mastersizer 2000量測。將樣品懸浮於脫

礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質: 18.2 MΩcm)中以獲得具有1 g/L濃度之20 mL懸浮液。將懸浮液用超音波探針(UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20 kHz)處理1 min。

y. 固體之粒度及芯尺寸

固體之粒度及芯尺寸係根據用戶手冊使用可獲自Retsch Technology GmbH, Deutschland之Camsizer XT量測。軟體給出樣品之D10、D50及D90值。

z. BET量測

為了量測比表面積，使用根據DIN ISO 9277:2010之靜態體積BET法。在BET量測中，使用「NOVA 3000」或「Quadrasorb」(可獲自Quantachrome)，其根據SMART法(「Sorption Method with Adaptive dosing Rate」)操作。微孔分析係使用t-曲線方法($p/p_0 = 0.1-0.3$)執行，且中孔分析係使用MBET方法($p/p_0 = 0.0-0.3$)執行。作為參考材料，使用可獲自Quantachrome之標準氧化鋁SARM-13及SARM-214。稱重量測單元(清潔且乾燥)之皮重。量測單元之類型經選擇，以使得引入之樣品材料及填料棒儘可能多地填充量測單元且死空間減至最小。將樣品材料引入至量測單元中。樣品材料之量經選擇以使得量測值之期望值對應於10-20 m²/g。將量測單元固定於BET量測裝置(無填料棒)之烘烤位置中且抽真空至<200毫巴。抽真空之速度經設定以使得無材料自量測單元滲漏。在此狀態下在200°C下執行烘烤1 h。在冷卻之後，對經樣品填充之量測單元稱重(原始值)。隨後自重量原始值減去皮重=淨重=樣品重量。隨後將填充棒引入至量測單元中，再次將其固定在BET量測裝置之量測位置處。在開始量測之前，將樣品鑑別及樣品重量輸入軟體中。開始量測。量測氮氣(N₂

4.0)之飽和壓力。將量測單元抽真空且使用氮氣浴冷卻至77 K。使用氮氣(He 4.6)量測死空間。再次將量測單元抽真空。執行具有至少5個量測點之多點分析。N₂ 4.0因具吸收性而使用。比表面積係以m²/g給出。

za. 玻璃體之黏度

玻璃之黏度係根據DIN ISO 7884-4:1998-02標準使用來自TA Instruments之型號401彎曲樑黏度計與製造商之軟體WinTA(當前版本9.0)在Windows 10中量測。支撐物之間的支撐寬度為45 mm。自均質材料之區域切割具有矩形截面之樣品棒(樣品之頂及底側具有至少1000呎之精飾)。在加工之後樣品表面具有晶粒尺寸= 9 μm與RA = 0.15 μm。樣品棒具有以下維度：長度= 50 mm，寬度= 5 mm與高度= 3 mm (定序：長度、寬度、高度，如同標準文件中一般)。量測三個樣品且計算平均值。樣品溫度係使用緊密抵靠樣品表面之熱電偶量測。使用以下參數：加熱速率= 25 K達至最大值1500°C，負載重量= 100 g，最大彎曲= 3000 μm (與標準文件之偏差)。

zb. 露點量測

露點係使用公司Michell Instruments GmbH, D-61381 Friedrichsdorf之稱為「Optidew」的露點鏡式濕度計量測。露點鏡式濕度計之量測單元經配置以距烘爐之氣體出口100 cm距離。為此，具有量測單元之量測裝置係經由T型件及軟管(Swagelok PFA，外徑：6 mm)與烘爐之氣體出口氣體連通地連接。量測單元處之過壓為10±2毫巴。氣體通過量測單元之通過流量為1-2標準公升/分鐘。量測單元處於具有25°C溫度、30%相對空氣濕度及1013 hPa平均壓力之室內。

zc. 殘餘水分(水含量)

二氧化矽顆粒樣品之殘餘水分之量測係使用來自Mettler Toledo之水分分析儀HX204執行。裝置使用熱解重量分析之原理運作。HX204配備有鹵素光源作為加熱元件。乾燥溫度為220°C。樣品之起始重量為10 g ± 10%。選擇「標準」量測方法。進行乾燥直至重量變化達至不大於1 mg/140 s。殘餘水分係以樣品初始重量與樣品最終重量之間的差值除以樣品初始重量之形式給出。

二氧化矽粉末之殘餘水分之量測係根據DIN EN ISO 787-2:1995(2 h, 105°C)執行。

[實例]

本發明在下文經由實例進一步說明。本發明不受實例限制。

A. 1.製備二氧化矽粉末(OMCTS途徑)

將藉由用空氣(A)使矽氧烷霧化形成之氣霧劑在壓力下引入至藉由點燃富氧空氣(B)與氫氣之混合物形成之火焰中。此外，引入包圍火焰之氣流(C)且隨後用處理氣體冷卻處理混合物。將產物在過濾器處分離出。方法參數給出於表1中，且所得產物之規格給出於表2中。此實例之實驗資料以**A1-x**表示。

2. 修改1：增加之碳含量

如A.1中所描述執行方法，但執行矽氧烷之燃燒，其方式為使得亦形成一定量之碳。此實例之實驗資料以**A2-x**表示。

表1

實例		A1-1	A2-1	A2-2
氣霧劑形成 矽氧烷		OMCTS*	OMCTS*	OMCTS*
饋入速率	kg/h (kmol/h)	10 (0.0337)	10 (0.0337)	10 (0.0337)
空氣(A)之饋入速率	Nm ³ /h	14	10	12
壓力	barO	1.2	1.2	1.2
爐頭進料				
富氧空氣(B)	Nm ³ /h	69	65	68
O ₂ 含量	體積%	32	30	32
總O ₂ 饋入速率	Nm ³ /h	25.3	21.6	24.3
	kmol/h	1.130	0.964	1.083
氫氣饋入速率	Nm ³ /h	27	27	12
	kmol/h	1.205	1.205	0.536
進料		--	--	
碳化合物	Nm ³ /h			甲烷
材料				5.5
量				
氣流(C)	Nm ³ /h	60	60	60
化學計量比				
V		2.099	1.789	2.011
X		0.938	0.80	2.023
Y		0.991	0.845	0.835

V =所用O₂/完成矽氧烷氧化所需之O₂的莫耳比；X = O₂/H₂莫耳比；
Y = (所用O₂/使OMCTS+燃料氣化學計量轉化所需之O₂的莫耳比)；barO
= 過壓；
* OMCTS = 八甲基環四矽氧烷。

表2

實例		A1-1	A2-1	A2-2
BET	m ² /g	30	33	34
容積密度	g/ml	0.114 +- 0.011	0.105 +- 0.011	0.103 +- 0.011
夯實密度	g/ml	0.192 +- 0.015	0.178 +- 0.015	0.175 +- 0.015
初始粒度	nm	94	82	78
粒度分佈D10	μm	3.978±0.380	5.137±0.520	4.973±0.455
粒度分佈D50	μm	9.383±0.686	9.561±0.690	9.423±0.662
粒度分佈D90	μm	25.622±1.387	17.362±0.921	18.722±1.218
C含量	ppm	34±4	73±6	80±6
Cl含量	ppm	< 60	< 60	< 60
Al含量	ppb	20	20	20
除Al外之金屬之總含量	ppb	< 700	< 700	< 700
殘餘水分含量	重量%	0.02-1.0	0.02-1.0	0.02-1.0
4%於水中之pH值(IEP)	-	4.8	4.6	4.5
在5 rpm，30重量%水性懸浮液，23℃下之黏度	mPas	753	1262	1380
鹼土金屬含量	ppb	538	487	472

B. 1. 製備二氧化矽粉末(矽源：SiCl₄)

使一部分四氯化矽(SiCl₄)在溫度T下蒸發且以壓力P引入至藉由點燃富氧空氣與氫氣之混合物形成之爐頭火焰中。使向出口之平均標準化氣流保持恆定。隨後用處理氣體冷卻處理混合物。將產物在過濾器處分離出。方法參數給出於表3中，且所得產物之規格給出於表4中。其以**B1-x**表示。

2. 修改1：增加之碳含量

如B.1中所描述執行方法，但執行四氯化矽之燃燒，以使得亦形成一定量之碳。此實例之實驗資料以**B2-x**表示。

表3

實例		B1-1	B2-1
氣霧劑形成 四氯化矽進料	kg/h (kmol)	50 (0.294)	50 (0.294)
溫度T	°C	90	90
壓力p	barO	1.2	1.2
爐頭進料 富氧空氣 其中之O ₂ 含量 進料 碳化合物 材料 量	Nm ³ /h 體積% Nm ³ /h	145 45 --	115 30 甲烷 2.0
氫氣進料	Nm ³ /h kmol/h	115 5.13	60 2.678
化學計量比 X Y		0.567 0.946	0.575 0.85

X = O₂/H₂莫耳比；Y =所用O₂/使SiCl₄+ H₂ + CH₄化學計量反應所需之O₂的莫耳比；barO =過壓。

表4

實例		B1-1	B2-1
BET	m ² /g	49	47
容積密度	g/ml	0.07 ± 0.01	0.06±0.01
夯實密度	g/ml	0.11 ± 0.01	0.10 ± 0.01
初始粒度	nm	48	43
粒度分佈D10	μm	5.0±0.5	4.5±0.5
粒度分佈D50	μm	9.3±0.6	8.7±0.6
粒度分佈D90	μm	16.4±0.5	15.8±0.7
C含量	ppm	< 4	76
Cl含量	ppm	280	330
Al含量	ppb	20	20

Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、 K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、 Ni、Ti、V、W、Zn、Zr之總濃度	ppb	< 1300	< 1300
殘餘水分含量	重量%	0.02-1.0	0.02-1.0
4%於水中之pH值(IEP)	pH	3.8	3.8
在5 rpm，30重量%水性懸浮液， 23℃下之黏度	mPas	5653	6012
鹼土金屬含量	ppb	550	342

C. 蒸汽處理

經由立式管柱頂部引入粒子流之二氧化矽粉末。經由管柱底部饋入溫度(A)下之蒸汽及空氣。藉由內部定位之加熱器將管柱在管柱頂部維持在溫度(B)下且在管柱底部維持在第二溫度(C)下。在離開管柱(保持時間(D))之後，二氧化矽粉末尤其具有表6中展示之性質。方法參數給出於表5中。

表5

實例		C-1	C-2
離析物：產物來自於		B1-1	B2-1
離析物進料	kg/h	100	100
蒸汽進料	kg/h	5	5
蒸汽溫度(A)	℃	120	120
空氣進料	Nm ³ /h	4.5	4.5
管柱			
高度	m	2	2
內徑	mm	600	600
T (B)	℃	260	260
T (C)	℃	425	425
二氧化矽粉末保持時間(D)	s	10	10

表6

實例		C-1	C-2
4%於水中之pH值(IEP)	-	4.6	4.6
Cl含量	ppm	< 60	< 60
C含量	ppm	< 4	36
在5 rpm，30重量%水性懸浮液，23℃下之黏度	mPas	1523	1478

實例C-1及C-2中獲得之二氧化矽粉末各自具有低氯含量以及懸浮液中中等pH值。實例C-2之碳含量高於C-1。

D. 用中和劑處理

經由立式管柱頂部引入粒子流之二氧化矽粉末。經由管柱底部饋入中和劑及空氣。藉由內部定位之加熱器將管柱在管柱頂部維持在溫度(B)下且在管柱底部維持在第二溫度(C)下。在離開管柱(保持時間(D))之後，二氧化矽粉末尤其具有表8中展示之性質。方法參數給出於表7中。

表7

實例		D-1
離析物：產物來自於		B1-1
離析物進料	kg/h	100
中和劑		氨
中和劑進料	kg/h	1.5
中和劑規格		可獲自 Air Liquide：氨 N38，純度≥ 99.98體積 %
空氣進料	Nm ³ /h	4.5
管柱		
高度	m	2
內徑	mm	600
T (B)	℃	200
T (C)	℃	250
二氧化矽粉末之保持時間(D)	s	10

表8

實例		D-1
4%於水中之pH值(IEP)	-	4.8
Cl含量	ppm	210
C含量	ppm	< 4
在5 rpm，30重量%水性懸浮液，23℃ 下之黏度	mPas	821

E. 1. 自二氧化矽粉末製備二氧化矽顆粒

將二氧化矽粉末分散於完全脫鹽之水中。為此，使用來自Gustav Eirich機器工廠之型號R強混合器。將所得懸浮液用膜泵泵送且從而加壓且藉由噴嘴轉化為液滴。將其於噴霧塔中乾燥且在塔底板上收集。方法參數給出於表9中，且所獲得顆粒之性質給出於表10中。此實例之實驗資料以**E1-x**表示。

2. 修改1：增加之碳含量

方法類似於E.1中描述之方法。另外，將碳粉末分散至懸浮液中。此等實例之實驗資料以**E2-x**表示。

3. 修改2：添加矽

方法類似於E.1中描述之方法。另外，將矽組分分散至懸浮液中。此等實例之實驗資料以**E3-1**鑑別。

表9

實例		E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2	E1-11
離析物=產物來自於		A1-1	A2-1	B1-1	C-1	C-2	A1-1	A1-1	A2-1	A1-1
離析物之量	Kg	10	10	10	10	10	10	10	10	10
碳粉末 材料 最大粒度 量		--	--	--	--	--	C** 75 μm 1 g	--	--	--
矽組分 材料		--	--	--	--	--	--	矽 粉 末***	--	--
晶粒尺寸(d50) 量 碳含量								8 μm 1000 ppm 0.5 ppm		
Ca、Co、Cr、Cu、 Fe、Ge、Hf、K、 Li、Mg、Mn、 Mo、Na、Nb、 Ni、Ti、V、W、 Zn、Zr之總濃度								5 ppm		
水	等級* 公升	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4
分散液 固體含量	重量%	65	65	65	65	65	65	65	65	65
噴嘴 直徑 溫度 壓力 安裝高度	mm °C 巴 m	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5	2.2 25 16 6.5
噴霧塔 高度 內徑	m m	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30	18.20 6.30
T (所引入氣體)	°C	380	380	380	380	380	380	380	380	380
T (排氣)	°C	110	110	110	110	110	110	110	110	110
氣流	m ³ /h	6500	6500	6500	6500	6500	6500	6500	6500	6500

安裝高度=噴嘴與噴霧塔內部沿重力方向之最低點之間的距離。

* FD =完全脫鹽的，電導≤ 0.1 μS；

** C 006011：石墨粉末，最大粒度：75 μm，高純度(可獲自 Goodfellow GmbH, Bad Nauheim (Germany))；

*** 可獲自 Wacker Chemie AG (Munich, Germany)。

表9 (續)

實例		E6-21	E5-21	E5-22	E5-23	E5-24
離析物=產物來自於		A1-1	A1-1	A2-1	B1-1	B1-1
離析物之量	kg	10	10	10	10	10
碳粉末		--	--	--	--	--
矽組分		--	--	--	--	--
材料						
水	等級*	VE	VE	VE	VE	VE
	公升	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4
分散液-固體含量	重量%	65	65	65	65	65
噴嘴						
直徑	Mm	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2
溫度	°C	25	25	25	25	25
壓力	巴	16	16	16	16	16
安裝高度	m	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
噴霧塔						
高度	m	18.2	18.2	18.2	18.2	18.2
內徑	m	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3
T (所引入氣體)	°C	380	380	380	380	380
T (排氣)	°C	110	110	110	110	110
氣流	m ³ /h	6500	6500	6500	6500	6500

安裝高度=噴嘴與噴霧塔內部沿重力方向之最低點之間的距離。

* FD =完全脫鹽的，電導≤ 0.1 μS；

** C 006011：石墨粉末，最大粒度：75 μm，高純度(可獲自 Goodfellow GmbH, Bad Nauheim (Germany))；

*** 可獲自Wacker Chemie AG (Munich, Germany)。

表10

實例		E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2	E1-11
BET	m ² /g	30	33	49	49	47	28	31	35	29
容積密度	g/ml	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1
夯實密度	g/ml	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1
平均粒度	μm	255	255	255	255	255	255	255	255	255
粒度分佈D10	μm	110	110	110	110	110	110	110	110	110
粒度分佈D50	μm	222	222	222	222	222	222	222	222	222
粒度分佈D90	μm	390	390	390	390	390	390	390	390	390
SPHT3	Dim-less	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98
縱橫比W/L (寬度比長度)	Dim-less	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94
C含量	ppm	< 4	39	< 4	< 4	32	100	< 4	39	< 4
Cl含量	ppm	< 60	< 60	280	< 60	< 60	< 60	< 60	< 60	< 60
Al含量	ppb	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、 Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、 Na、Nb、Ni、Ti、V、W、 Zn、Zr之總濃度	ppb	< 700	< 700	< 1300	< 1300	< 1300	< 700	< 700	< 700	< 700
殘餘水分含量	重量%	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
鹼土金屬含量	ppb	538	487	550	550	342	538	538	487	567
孔隙體積	ml/g	0.33	0.33	0.45	0.45	0.45	0.33	0.33	0.33	0.33
靜止角	°	26	26	26	26	26	26	26	26	26

顆粒均為開孔的，具有均勻且球形形狀(均藉由顯微研究)。其無黏在一起或黏合之傾向。

表10 (續)

實例		E6-21	E5-21	E5-22	E5-23	E5-24
BET	m ² /g	29	29	32	44	47
容積密度	m ² /g	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1	0.8±0.1
夯實密度	m ² /g	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1
平均粒度	μm	255	255	255	255	255
粒度分佈D10	μm	110	110	110	110	110
粒度分佈D50	μm	222	222	222	222	222
粒度分佈D90	μm	390	390	390	390	390
SPHT3	Dim. Less	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98
縱橫比W/L (寬度比長度)	Dim. Less	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94
C含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl含量	ppm	< 60	< 60	< 60	< 60	80
Al含量	ppb	20	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、Ti、V、W、Zn、Zr之總濃度	ppb	< 700	< 700	< 700	< 700	< 700
殘餘水分含量	重量%	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
鹼土金屬含量	ppb	555	543	494	538	574
孔隙體積	ml/g	0.33	0.33	0.33	0.45	0.45
靜止角	°	26	26	26	26	26

F. 清潔二氧化矽顆粒

將二氧化矽顆粒首先視情況在溫度T1下用氧氣或氮氣(參見表11)處理。隨後，將二氧化矽顆粒用含氯組分之同向流處理，其中將溫度升高至溫度T2。方法參數給出於表11中，且所獲得經處理顆粒之性質給出於表12中。

表11

實例	F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F2-1	F3-1	F3-2	F1-11
離析物=產物來自於旋轉窯 ¹⁾	E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2	E1-11
長度 cm	200		200	200	200		200	200	200
內徑 cm	10		10	10	10		10	10	10
處理量 kg/h	2		2	2	2		2	2	2
旋轉速度 rpm	2		2	2	2		2	2	2
T1 °C	1100	NA	1100	1100	1100	NA	1100	1100	1100
氛圍	純O2	NA	純O2	純O2	純O2	NA	N2	N2	純O2
反應物	O2	NA	O2	O2	O2	NA	無	無	O2
進料	300 l/h	NA	300 l/h	300 l/h	300 l/h	NA			300 l/h
殘餘水分含量									
T2 重量% °C	<1 1100	<3 1100	<1 1100	<1 1100	<1 1100	<3 1100	<1 NA	<1 NA	<1 1100
同向流									
組分1：HCl l/h	50	50	50	50	50	50	NA	NA	50
組分2：Cl2 l/h	0	15	0	0	0	15	NA	NA	0
組分3：N2 l/h	50	35	50	50	50	35	NA	NA	50
總同向流 l/h	100	100	100	100	100	100	NA	NA	100

¹⁾ 對於旋轉窯，選擇處理量作為控制變數。其意調在操作期間，對自旋轉窯離開之質量流稱重，且隨後相應地調適旋轉窯之旋轉速度及/或傾角。舉例而言，可藉由a)增加旋轉速度，或b)增加旋轉窯距水平之傾角，或a)與b)之組合來實現處理量之增加。

表11 (續)

實例		F6-21	F5-21	F5-22	F5-23	F5-24
離析物=產物來自於		E6-21	E5-21	E5-22	E5-23	E5-24
旋轉窯 ¹⁾						
長度	cm	200	200	200	200	200
內徑	cm	10	10	10	10	10
處理量	kg/h	2	2	2	2	2
旋轉速度	rpm	2	2	2	2	2
T1	°C	1100	1100	1100	1100	1100
氛圍		純O ₂	純O ₂	純O ₂	純O ₂	純O ₂
反應物		O ₂	O ₂	O ₂	O ₂	O ₂
進料		300 l/h	300 l/h	300 l/h	300 l/h	300 l/h
		無	無	無	無	無
殘餘水分	重量%	<1	<1	<1	<1	<1
T2	°C	1100	1100	1100	1100	1100
同向流						
組分1：HCl	l/h	50	50	50	50	50
組分2：Cl ₂	l/h	0	0	0	0	0
組分3：N ₂	l/h	50	50	50	50	50
總同向流	l/h	100	100	100	100	100

1) 對於旋轉窖，選擇處理量作為控制變數。其意謂在操作期間，對自旋轉窯離開之質量流稱重，且隨後相應地調適旋轉窯之旋轉速度及/或傾角。舉例而言，可藉由a)增加旋轉速度，或b)增加旋轉窯距水平之傾角，或a)與b)之組合來實現處理量之增加。

表12

實例		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F2-1	F3-1	F3-2	F1-11
BET	m ² /g	25	27	43	45	40	23	25	26	25
C含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl含量	ppm	100-200	100-200	300-400	100-200	100-200	100-200	<60	<60	100-200
Al含量	ppb	20	20	20	20	20	20	20	20	20
孔隙體積	mm ³ /g	650	650	650	650	650	650	650	650	650
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、 Ge、Hf、K、Li、Mg、 Mn、Mo、Na、Nb、Ni、 Ti、V、W、Zn、Zr之總濃 度	ppb	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<700	<700	<200
鹼土金屬含量	ppb	115	55	95	115	40	35	136	33	118
夯實密度	g/cm ³	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05

表12 (續)

實例		F6-21	F5-21	F5-22	F5-23	F5-24
BET	m ² /g	28	25	27	40	44
C含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl含量	ppm	100-200	100-200	100-200	100-200	300-400
Al含量	ppb	20	20	20	20	20
孔隙體積	mm ³ /g	650	650	650	650	650
Ca 、 Co 、 Cr 、 Cu 、 Fe 、 Ge 、 Hf 、 K 、 Li 、 Mg 、 Mn 、 Mo 、 Na 、 Nb 、 Ni 、 Ti 、 V 、 W 、 Zn 、 Zr 之總濃度	ppb	<200	<200	<200	<200	<200
鹼土金屬含量	ppb	115	118	59	99	119
夯實密度	g/cm ³	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05

在F1-2、F2-1及F3-2之情況下，在清潔步驟之後顆粒展示顯著減少之碳含量(如同低碳顆粒，例如F1)。詳言之，F1-2、F1-5、F2-1及F3-2展示顯著減少之鹼土金屬含量。未觀測到SiC形成。

G. 藉由升溫來處理二氧化矽顆粒

使二氧化矽顆粒於呈旋轉窯形式之預備腔室中經歷溫度處理，該預備腔室定位於熔融烘爐之上游且經由另一中間腔室與熔融烘爐以流動連接形式連接。旋轉窯特徵在於沿流動方向增加之溫度分佈。獲得另一經處理之二氧化矽顆粒。在實例G-4-2中，在混合期間未於旋轉窯中執行藉由升溫之處理。方法參數給出於表13中，且所獲得經處理顆粒之性質給出於表14中。

表13

實例	G1-1	G1-2	G1-3	G1-4	G1-5	G2-1	G3-1	G3-2	G4-1	G4-2	G1-11
離析物=產物來自於	F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F2-1	F3-1	F3-2	F1-1	F1-1	F1-11
矽組分	--	--	--	--	--	--	--	---	矽粉末 *** 0.01%	矽粉末 *** 0.1%	--
材料 量											
旋轉窯 ¹⁾										NA	
長度	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
內徑	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
處理量	8	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
旋轉速度	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
T1 (旋轉窯入口)	RT	RT	RT	RT	RT	RT	RT	RT	RT	RT	RT
T2 (旋轉窯出口)	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
氛圍											
氣體，流動方向	空氣，自 由對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ，呈 對流	O ₂ ， 呈對流	O ₂ ， 呈對流
總氣流處理量	Nm ³ /h	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6

*** 晶粒尺寸D₅₀=8 μm；碳含量≤ 5 ppm；總外來金屬≤ 5 ppm；0.5 ppm；可獲自Wacker Chemie AG (Munich, Germany)。

RT = 室溫(25°C)

1) 對於旋轉窯，選擇處理量作為控制變數。其意調在操作期間，對自旋轉窯離開之質量流稱重，且隨後相應地調適旋轉窯之旋轉速度及/或傾角。舉例而言，可藉由a)增加旋轉速度，或b)增加旋轉窯距水平之傾角，或a)與b)之組合來實現處理量之增加。

表13 (續)

實例		G6-21	G5-21	G5-22	G5-23	G5-24
離析物=產物來自於		F6-21	F5-21	F5-22	F5-23	F5-24
矽組分						
材料		--	--	--	--	--
量						
旋轉窯 ¹⁾						
長度	cm	200	200	200	200	200
內徑	cm	10	10	10	10	10
處理量	kg/h	5	5	5	5	5
旋轉速度	rpm	30	30	30	30	30
T1 (旋轉窯入口)	°C	RT	RT	RT	RT	RT
T2 (旋轉窯出口)	°C	500	500	500	500	500
氛圍						
氣體，流動方向		O ₂ ，呈對流	O ₂ ，呈對流	O ₂ ，呈對流	O ₂ ，呈對流	O ₂ ，呈對流
總氣流處理量	Nm ³ /h	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6

RT=室溫。

表14

實例		G1-1	G1-2	G1-3	G1-4	G1-5	G2-1	G3-1	G3-2	G4-1	G4-2	G1-11
BET	m ² /g	22	23	38	42	37	22	22	21	22	24	22
水含量(殘餘水分)	ppm	500	100	100	100	100	100	500	100	500	<10000	276
C含量	ppm	<4	<4	<4	<4	<4	<4	<4	<4	<4	<4	<4
Cl含量	ppm	100-200	100-200	300-400	100-200	100-200	100-200	<60	<60	100-200	100-200	84
Al含量	ppb	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、Ti、V、W、Zn、Zr之總濃度	ppb	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200
鹼土金屬含量	ppb	115	55	95	115	40	35	136	33	115	115	118
靜止角	°	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26
平均粒度	μm	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	無資料	314

表14 (續)

實例		G6-21	G5-21	G5-22	G5-23	G5-24
BET	m ² /g	24	22	23	36	40
水含量	ppm	305	286	294	472	529
C含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl含量	ppm	84	83	85	340	346
Al含量	ppb	20	20	20	20	20
Ca 、 Co 、 Cr 、 Cu 、 Fe 、 Ge 、 Hf 、 K 、 Li 、 Mg 、 Mn 、 Mo 、 Na 、 Nb 、 Ni 、 Ti 、 V 、 W 、 Zn 、 Zr之總濃 度	ppb	≤ 200	≤ 200	≤ 200	≤ 200	≤ 200
鹼土金屬含量	ppb	115	118	59	99	119
靜止角	°	26	26	26	26	26
平均粒度		116	494	364	226	125

歸因於此處理，與之前(分別為F3-1與F3-2)相比，G3-1及G3-2展現顯著減少之鹼土金屬含量。

H. 使顆粒熔融以獲得石英玻璃

將根據表15之行2之二氧化矽顆粒用於在豎直坩堝拉伸方法中製備石英玻璃管。包含豎立式熔融坩堝之豎立式烘爐(例如**H5-1**)之結構示意性地展示於圖6中。經由固體進料端引入二氧化矽顆粒，且用氣體混合物沖洗熔融坩堝之內部。在熔融坩堝中，玻璃熔體形成，在其上為二氧化矽顆粒之靜止錐。在熔融坩堝之下部區域中，將熔融玻璃經由螺模(視情況，用心軸)自玻璃熔體移出且以管狀螺紋形式豎直地往下牽拉。設備之輸出由玻璃熔體之重量、玻璃熔體穿過噴嘴之黏度及噴嘴所提供之孔洞之尺寸產生。藉由改變二氧化矽顆粒之饋入速率及溫度，可將輸出設定為所要求水準。方法參數給出於表15中，且成型石英玻璃體之性質給出於表16中。

表15

實例		H5-1	H1-I1	H6-21	H5-21	H5-22	H5-23	H5-24
離析物=產物來自於		G1-1	G1-I1	G6-21	G5-21	G5-22	G5-23	G5-24
熔融坩堝								
類型	cm	豎立式燒結坩堝	懸掛式金屬片坩堝	懸掛式燒結坩堝	豎立式燒結坩堝	豎立式燒結坩堝	豎立式燒結坩堝	豎立式燒結坩堝
金屬之類型	cm	鎢	鎢	鎢	鎢	鎢	鎢	鎢
長度		250	200	200	200	200	200	200
內徑		40	40	35	35	35	35	35
處理量	kg/h	40	40	45	50	45	45	45
T1 (熔融坩堝之氣體隔室)	°C	300	302	305	303	302	305	305
T2 (玻璃熔體)	°C	2100	2108	2107	2111	2115	2110	2105
T3 (噴嘴)	°C	1900	1905	1926	1900	1921	1901	1928
氛圍/沖洗氣體								
He								
濃度	體積%	30	30	30	30	30	30	30
H ₂								
濃度	體積%	70	70	70	70	70	70	70
總氣流處理量	Nm ³ /h	4	4	4	4	4	8	8
O ₂	ppm	<100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100

表16

實例		H5-1	H1-11	H6-21	H5-21	H5-22	H5-23	H5-24
C含量	ppm	< 4	< 4	<4	<4	<4	<4	<4
Cl含量	ppm	100-200	56	54	57	39	130	206
Al含量	ppb	20	18	19	16	24	38	38
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、 Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、 Ti、V、W、Zn、Zr之總濃度	ppb	<400	<900	<900	<900	<1200	<400	<1200
OH含量	ppm	400	316	323	321	215	426	432
鹼土金屬含量	ppb	115	115	115	118	59	99	119
ODC含量	1/cm ³	<4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	3*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵
W、Mo、Re、Ir、Os含量	ppb	<300ppb	312	1179	1345	1144	2313	2630
管狀螺紋/石英玻璃體外徑	cm	260	19.7	19.7	19.7	19.7	19.7	19.7
黏度								
在1250℃下	Lg(η/dPas)	11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.14	11.69±0.13	11.69±0.14	11.69±0.15	11.69±0.16
在1300℃下		11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.2	11.26±0.1	11.26±0.2	11.26±0.3	11.26±0.4
在1350℃下		10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.08	10.69±0.07	10.69±0.1	10.69±0.09	10.69±0.1

I. 後加工石英玻璃體

將在實例H5-1中獲得且已經拉伸之石英玻璃體(1000 kg，表面積= 110 m²；直徑= 1.65 cm，總長度2120 m)藉由劃刻及敲擊切成具有200 cm長度之片。藉由鋸割後加工端表面以獲得平整端表面。將所獲得之石英玻璃體批次(N-1)藉由浸漬於HF浴(V=2 m³)中30分鐘來清潔，且隨後用完全脫鹽之水沖洗(以獲得石英玻璃體(N-1'))。

J. 「用過之酸」(使用之後的HF浴)

在處理石英玻璃體(I-1')之後及在無進一步處理之情況下直接測試實例I中浸漬浴中之液體(V = 2 m³)。用於上文所描述之處理的液體在處理之前及之後由表17中給出之性質表徵。

表17

元素	單位	在處理石英玻璃體之前	在處理具有質量m = 1000 kg及面積110 m ² 之石英玻璃體之後
Al	ppm	0.04	0.8
耐火金屬 (W、Mo、...)	ppm	0	0.15
根據清單之其他金屬* 總計，其中	ppm	0.15	1
Ca	ppm	0.01	0.3
Mg	ppm	0.04	0.09
Na	ppm	0.04	0.1
Cr	ppm	0.01	0.01
Ni	ppm	0.001	0.01
Fe	ppm	0.01	0.05
Zr	ppm	0.01	0.05
Ti	ppm	0.01	0.05
HF	重量%	40	35
Si-F化合物之含量	重量%	4	6
密度	g/cm ³	1.14	1.123

【符號說明】

100	方法
101	第一步驟
102	第二步驟
103	第三步驟
104	視情況選用之步驟
200	方法
201	第一步驟
202	第二步驟
203	第三步驟
300	方法
301	步驟
302	步驟
303	步驟
304	步驟
400	方法
401	第一步驟
402	第二步驟/視情況選用之步驟
403	第三步驟
404	第四步驟
500	方法
501	第一步驟
502	第二步驟

503	視情況選用之第三步驟
504	第四步驟
900	烘爐
901	坩堝
902	站立區域
903	固體入口
904	噴嘴
905	二氧化矽顆粒
906	玻璃熔體
907	加熱元件
908	外壁
909	絕熱層
910	坩堝壁
911	氣體入口
912	氣體出口
913	石英玻璃體
1100	噴霧塔
1101	進料端
1102	噴嘴
1103	氣體入口
1104	篩檢裝置
1105	篩分裝置
1106	排出口

1107	排出口
1108	出口
1200	光導
1201	芯
1202	夾套M1
1300	光導
1301	芯
1302	夾套M1
1600	方法
1601	第一步驟
1602	第二步驟

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種製備石英玻璃體之方法，其包含以下方法步驟：

i) 提供二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒係自熱解二氧化矽製備，其中該二氧化矽顆粒具有以下特徵：

A) 20至50 m^2/g 範圍內之BET表面積，及

B) 50至500 μm 範圍內之平均粒度；

ii) 在烘爐中自該二氧化矽顆粒形成玻璃熔體；

iii) 自該玻璃熔體形成石英玻璃體；

其中該烘爐包含豎立式燒結坩堝。

【第2項】

如請求項1之方法，其中該燒結坩堝係由包含選自由以下組成之群的燒結金屬之燒結材料製成：鉬、鎢及其組合。

【第3項】

如前述請求項之方法，其中該燒結坩堝之該燒結金屬的密度為該燒結金屬之理論密度之85%或大於85%。

【第4項】

如前述請求項中任一項之方法，其中在步驟ii.)之前，該BET表面積不減小至小於5 m^2/g 。

【第5項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該豎立式燒結坩堝具有以下特徵中之至少一者：

(a) 經形成為豎立表面之區域；

- (b) 至少兩個密封環作為側部件；
- (c) 噴嘴；
- (d) 心軸；
- (e) 至少一個氣體入口；
- (f) 至少一個氣體出口；
- (g) 蓋。

【第6項】

如前述請求項中任一項之方法，其中熔融能量係經由固體表面轉移至該二氧化矽顆粒。

【第7項】

如前述請求項中任一項之方法，其中氫氣、氮氣、氬氣或其兩者或多於兩者之組合存在於該烘爐之氣體空間中。

【第8項】

如前述請求項中任一項之方法，其中提供該二氧化矽顆粒包含以下方法步驟：

I 提供二氧化矽粉末，其中該二氧化矽粉末具有以下特徵：

- a. 20至60 m²/g範圍內之BET表面積，及
- b. 0.01至0.3 g/cm³之容積密度；

II 加工該二氧化矽粉末為二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒之粒徑大於該二氧化矽粉末。

【第9項】

如請求項8之方法，其中步驟I.中之該二氧化矽粉末具有以下特徵中之至少一者：

- c. 小於50 ppm之碳含量；
- d. 小於200 ppm之氯含量；
- e. 小於200 ppb之鋁含量；
- f. 小於1 ppm之不同於鋁的金屬之總含量；
- g. 至少70重量%之該等粉末粒子具有10至100 nm範圍內之初始粒度；
- h. 0.001至0.3 g/cm³之夯實密度；
- i. 小於5重量%之殘餘水分含量；
- j. 1至7 μm範圍內之粒度分佈D₁₀；
- k. 6至15 μm範圍內之粒度分佈D₅₀；
- l. 10至40 μm範圍內之粒度分佈D₉₀；

其中重量%、ppm及ppb各自以該二氧化矽粉末之總質量計。

【第10項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該二氧化矽粉末可由選自包含矽氧烷、氧化矽及矽鹵化物之群的化合物來製備。

【第11項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該二氧化矽顆粒具有以下特徵中之至少一者：

- C. 0.5至1.2 g/cm³範圍內之容積密度；
- D. 小於50 ppm之碳含量；
- E. 小於200 ppb之鋁含量；
- F. 0.7至1.3 g/cm³範圍內之夯實密度；
- G. 0.1至2.5 mL/g範圍內之孔隙體積；

H. 23至26°範圍內之靜止角，

I. 50至150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

J. 150至300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

K. 250至620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ，

其中該ppm及ppb各自以該二氧化矽顆粒之總重量計。

【第12項】

如前述請求項中任一項之方法，其包含以下方法步驟：

iv) 由該石英玻璃體形成具有至少一個開口之中空體。

【第13項】

一種可藉由如請求項1至12中任一項之方法獲得之石英玻璃體。

【第14項】

如請求項13之石英玻璃體，其具有以下特徵中之至少一者：

A] 小於500 ppm之OH含量；

B] 小於200 ppm之氯含量；

C] 小於200 ppb之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 之ODC含量；

E] 小於1 ppm之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之OH含量A]計，不大於10%之OH含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之Cl含量B]計，不大於10%之Cl含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之Al含量C]計，不大於10%之Al含量標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於1000 ppb之鎢含量；

M] 小於1000 ppb之鉬含量，

其中ppb及ppm各自以該石英玻璃體之總重量計。

【第15項】

一種製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供：

A1/ 可藉由如請求項12之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 如請求項13或14中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至步驟A/之該中空體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套M1之光導。

【第16項】

一種製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由如請求項12之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 如請求項13或14中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

【第17項】

一種製備成型體之方法，其包含以下步驟：

(1) 提供如請求項13或14中任一項或可藉由如請求項1至12中任一項之方法獲得之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

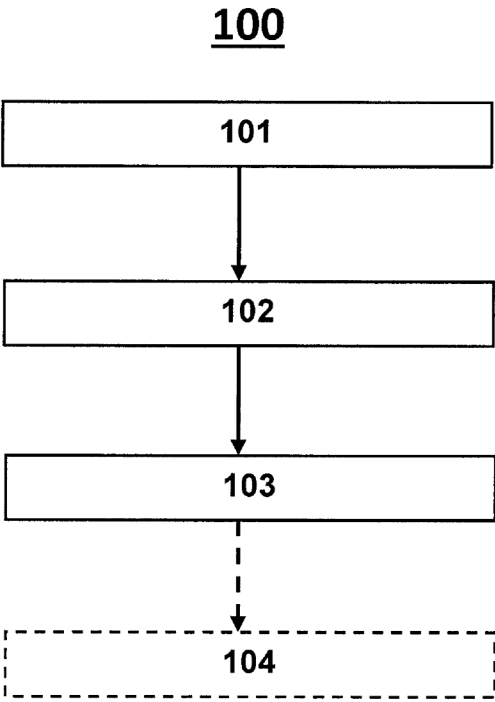
【第18項】

一種豎立式燒結坩堝之用途，其用於製備包含選自由光導、施照體及成型體組成之群的石英玻璃的產物，其中在該豎立式燒結坩堝中加工具有以下特徵之二氧化矽顆粒：

a. 20至50 m²/g範圍內之BET表面積；

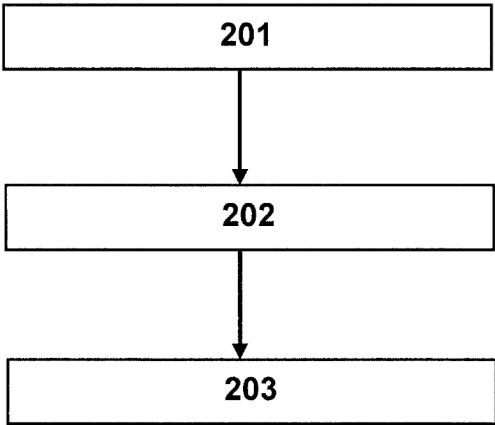
b. 50至500 μm範圍內之平均粒度。

【發明圖式】

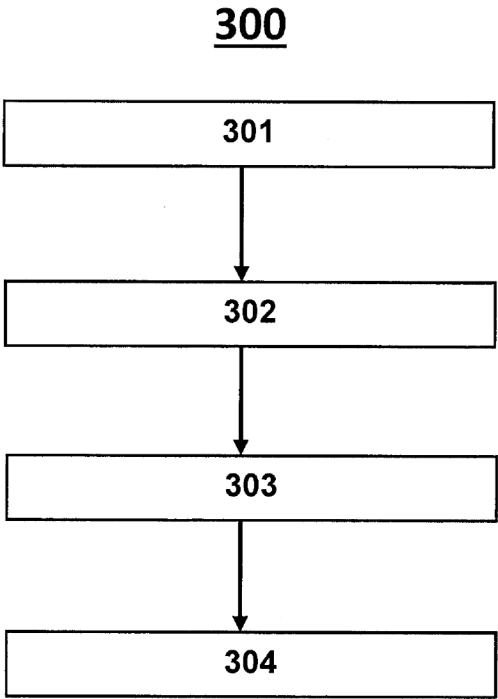


【圖1】

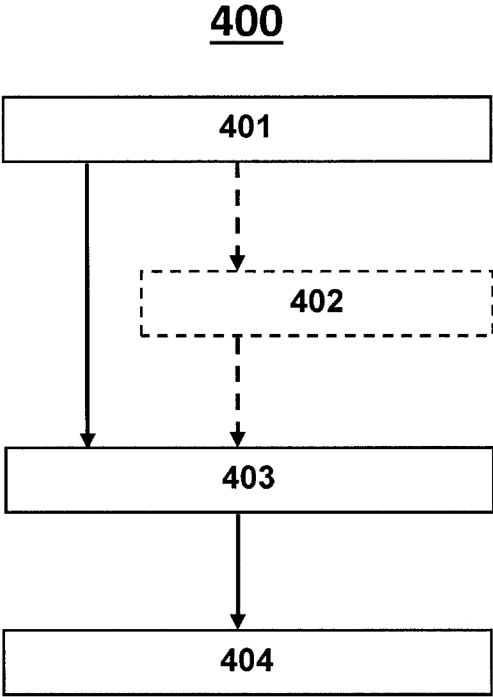
200



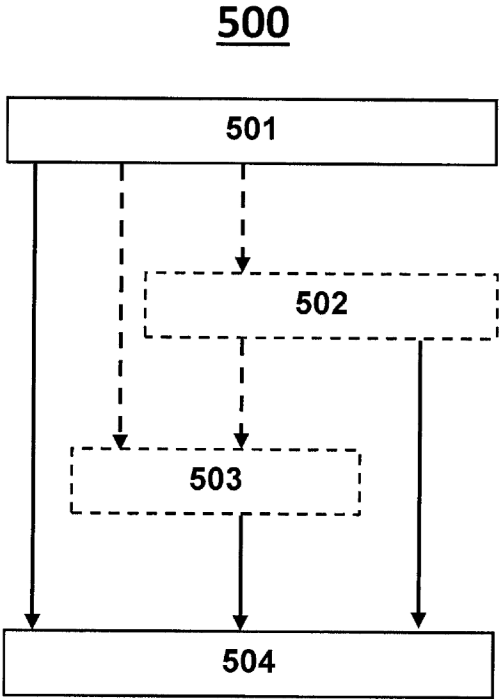
【圖2】



【圖3】

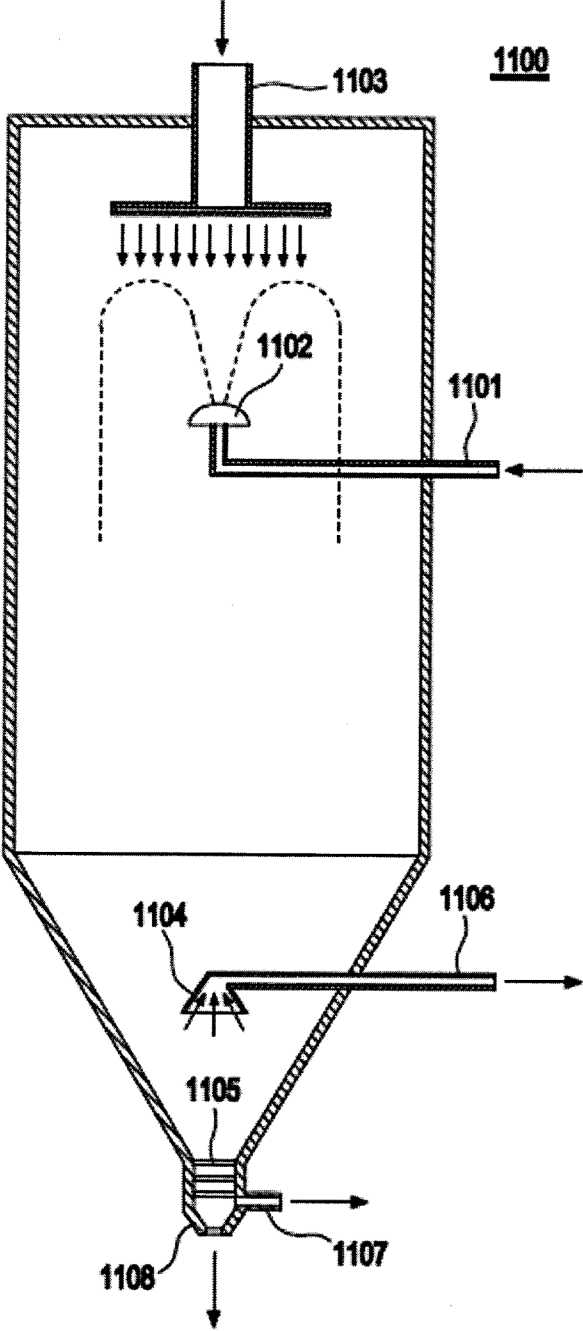


【圖4】

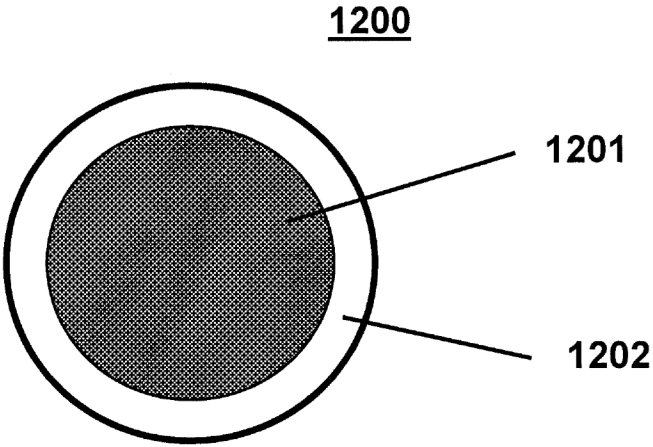


【圖5】

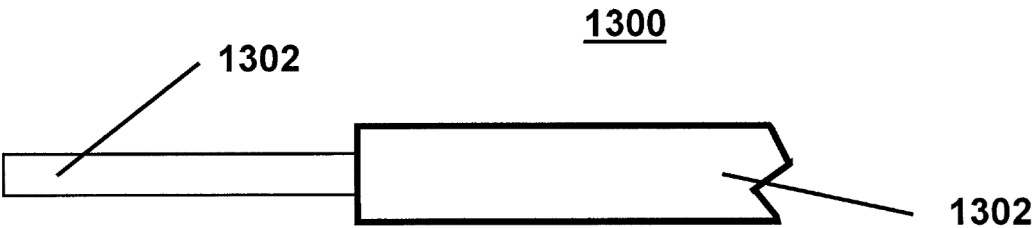




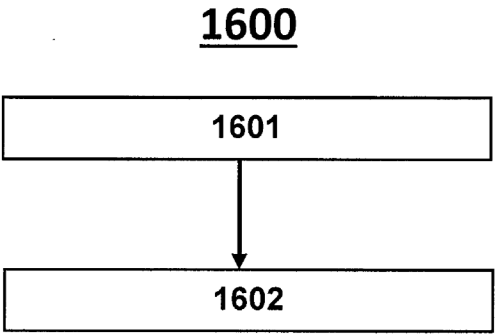
【圖7】



【圖8】



【圖9】



【圖10】