

申請日期	89 年 12 月 22 日
案 號	89127771
類 別	C03C 3/06, C03C 3/08 , C03B 19/10

A4
C4

548246

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	製備不透明石英玻璃的方法、適用於該方法的 SiO ₂ 顆粒以及不透明石英玻璃的物件
	英 文	Process for producing opaque quartz glass, SiO ₂ granulate suitable for the process, and an article of opaque quartz glass
二、發明 人	姓 名	(1) 渥查德·維德克 Werdecker, Waltraud (2) 漢茲·費比恩 Fabian, Heinz (3) 烏多·傑帝格 Gertig, Udo
	國 籍	(1) 德國 (2) 德國 (3) 德國
	住、居所	(1) 德國漢諾史亨伯街八〇b Schonbornstrasse 80 b, 63456 Hanau, Germany (2) 德國弗瑞傑屈特林登街三十三號 Lindenstrasse 33, 63579 Freigericht, Germany (3) 德國約翰尼斯堡溫吉特路五十號 Am Wingert 50, 63867 Johannesberg, Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 信越石英股份有限公司 信越石英株式會社 (2) 赫里斯果斯克來斯有限兩合公司 Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG
三、申請人	國 籍	(1) 日本 (2) 德國
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都新宿區西新宿一丁目二二番二號 (2) 德國漢諾果爾斯街 Quarzstrasse, D-63450 Hanau, Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 松崎浩 (2) 傑哈德·維斯米爾 Vilsmeier, Gerhart

裝

訂

線

申請日期	89 年 12 月 22 日
案 號	89127771
類 別	

A4

C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(4) 約翰·雷斯特 Leist, Johann (5) 羅夫·高貝爾 Gobel, Rolf
	國 籍	(4) 德國 (5) 德國 (4) 德國阿特史達特布雷特路一三號 Breite Schneise 13, 63674 Altenstadt Germany
三、申請人	住、居所	(5) 德國傑倫浩森席隆四號 Siedlung 4, 63571 Gelnhausen, Germany
	姓 名 (名稱)	
三、申請人	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
三、申請人	代 表 人 姓 名	

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

德國 1999 年 12 月 22 日 199 62 451.8 ☒有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

本發明係關於一種製造不透明石英玻璃的方法，係藉著自合成的 SiO_2 顆粒形成起初物體且在玻璃化溫度下加熱該物體以得到不透明石英玻璃的雛形。

再者，本發明係關於一種適用於此方法之合成的顆粒，該顆粒自 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性的附聚物製備。

不透明石英玻璃主要是用在熱技術應用中，其中良好的熱絕緣和高溫安定性是重要的。在這些領域中，對於此種石英玻璃物體的純度有愈來愈高的要求。在半導體工業中，可以提及以下應用實例：反應器，擴散管，熱罩，鐘或凸緣。主要地，在這些應用中需要在 I R 光譜中之不透明性。在本文中不透明性意指在可見光譜（約 350 至 800 nm）及 I R 光譜（約 750 至 4,800）中之低的透射比（小於 1 百分比）。在低純度之石英玻璃中，所要之不透明性因其中所含之雜質而獨自發生。另一方面，當使用純的原料時，得到透明石英玻璃以致不透明性必須藉人工引入之孔來產生。本發明之主題是自純的原料產製不透明石英玻璃。

此種自純的原料產製不透明石英玻璃的方法描述於 E P A 1 8 1 6 , 2 9 7 中。在此建議藉製作及熔化具有 300 μm 平均粒子尺寸的合成產生的 SiO_2 粒子和粉狀硝化矽形之添加劑材料的混合物，而在石英玻璃中產生不透明性。氣態成份如氮在粉末熔化期間因 Si_3N_4 粉末之熱分解而釋出。氣態成份使泡泡在軟化的石英玻璃中

（請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (2)

形成，因此產生物體所要之不透明性。襯有石墨氈之石墨模被填充以此粉末混合物且在電爐中在 1800℃ 溫度，真空下加熱。在加熱期間，軟化且熔化之石英玻璃的前區以“熔化前部 (melt front)”形成，自模壁放射狀地往前。

石英玻璃之反玻璃化因雜質而發生，導致脆化及對溫度改變之減低的抵抗性。添加劑材料之殘留物也可能在此方面減低石英玻璃之品質。在玻璃化期間也可能發生孔成長，而大孔成長會耗損較小的孔。然而，大孔對不透明性幾乎無貢獻，導致不透明石英玻璃之較小的密度且減低石英玻璃物體之機械強度。

此種 SiO_2 顆粒自 DE A 1 44 24 044 中是已知的。其中建議在熱解方法中製造之矽粉末的水性懸浮液藉轉動的攪拌機，在一混合容器中處理。在第一混合相中轉動速度是在 15 及 30 m / s 間，在第二混合相中則是 30 m / s 以上。懸浮液之固體含量在第一混合期間是至少 75 wt %。具有少於 4 mm 之平均顆粒直徑的顆粒物質得自第一混合相。顆粒物質藉不定形砂塵之添加而進一步結合且顆粒物質在第二混合相中藉強烈混合及擊打而減低尺寸。水自顆粒物質之表面冒出且藉添加更多砂塵而吸收以防上顆粒之結塊。已知方法提供高粉末密度之可傾倒的 SiO_2 顆粒，其適於作為牙科之填料或作為觸媒載體。

本發明之目的是要提供一種製備純的不透明石英玻璃

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (3)

的方法，該玻璃具有均勻的孔分佈，且具有高密度，高粘度及低的反玻璃化傾向。本發明之目的也要提供適於實施此方法之 SiO_2 顆粒。

關於方法，此目的依本發明，在起初所提及之方法的基礎上達成，因所用之 SiO_2 顆粒形成自 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性附聚物，具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度。

由 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性之附聚物所形成之起始物體（其具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度的玻璃化產生不透明石英玻璃，其顯出均勻的孔分佈及高密度，高粘度和低的反玻璃化傾向。由此不透明石英玻璃所產生之物件特徵在於良好的熱絕緣性和在高溫下之長的使用期。

SiO_2 顆粒是以 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性附聚物形式存在。此種一級粒子藉例如矽石化合物之火焰水解或氧化，或藉著在所謂溶膠－凝膠方法中有機矽石化合物之水解或藉著在液體中無機矽石化合物之水解而得到。即使此種一級粒子因此高純度而突出，但它們因其低的粉末密度而難以處置。因此常使用粒化方法壓緊。具有較大直徑之附聚物因與細的一級粒子之結塊而形成。這些附聚物具有很多開孔渠，形成相對大體積的孔。依本發明方法中所用之 SiO_2 顆粒的個別粒子自此種附聚物所形成。因大的孔體積，顆粒特徵在於 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積。此表面積因此顯然並不是外部表面積，

（請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (4)

但主要是孔渠型之內部表面積。在起始物體之玻璃化期間，大部分的孔體積因燒結和崩潰而封閉。然而，很多數量的細的封閉孔留由此種原先開放之孔渠而殘留。入射光因封閉的孔而漫射，導致不透明或低的透射比。大的表面積對在玻璃化期間（其反射小孔之收縮），氣態氧化矽（ SiO_2 ）之形成有利，因為氣體留在封密的孔中而不再能逃逸。

因此不需要添加劑材料在玻璃化期間揮發，以達成不透明性，如在最初所述之已知方法中的情況。結果，可以避免因為此種添加劑之使用所伴同之污染物。

依本發明，所用之合成製造的 SiO_2 顆粒特徵在於 1.5 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之比表面積，同時亦在於高的表觀密度。至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之密度主要是確保起始物體可以自此顆粒形成，同時石英玻璃之不透明性實質是大的比表面積的結果，如以上所說明的。

SiO_2 顆粒之比表面積依 BET 方法（DIN 66132）來決定，且表觀密度依 DIN / ISO 787，11 部來測定。

自 SiO_2 顆粒，起始物體以鬆充填物形式或以熱或機械預先壓緊物體形式形成。

已顯示：用於依本發明之方法中之特別適合的 SiO_2 顆粒具有 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積。關於石英玻璃之不透明性或低的透射比（特別是在 IR 光譜中），並高密度及低的反玻璃化傾向方面達成良好的結果

（請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (5)

。關於傾倒性和顆粒之處置容易性，則在 $0.9 \text{ g} / \text{cm}^3$ 至 $1.4 \text{ g} / \text{cm}^3$ 之表觀密度時會達到特別良好的結果。

在此方法之合適變體中， SiO_2 一級粒子具有 $0.5 \mu\text{m}$ 至 $5 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。此種一級粒子在所謂“溶膠－凝膠”方法中藉有機矽化物之水解而得到。在一可選擇及同樣合適之變體中， SiO_2 一級粒子具有少於 $0.2 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。此種熱解粒子藉無機矽化物之火焰水解或氧化而得到。鑑於在玻璃化期間有低的反玻璃化傾向，一級粒子合適地是不定形的。

在二方法變體中，一級粒子特徵在於大的自由表面積。在本發明之意義中，顆粒藉很多此種一級粒子之附聚作用（因物理或化學結合力）而形成。使用已知的粒化方法，特別是含一級粒子之物質的溼粒化或擠出作用。依溶膠－凝膠方法所特別產製之一級粒子當存在於顆粒中時會被稠密地壓緊，因為它們壓倒性地且合適地是球形。自由表面積因接鄰一級粒子之接觸表面積而減低，然而，如上所說明的，在玻璃化期間，在個別一級粒子間可以發展封閉的孔。因一級粒子具有少於 $5 \mu\text{m}$ 之平均尺寸，所得之孔分佈相當地好。平均一級粒子尺寸依 ASTM C 1070 測定為所謂之 D 50 值。

已顯示：在特別適用於依本發明之方法中的顆粒中，個別的 SiO_2 粒子具有非均一之密度分佈且較小密度之內部區至少剖分地被較高密度之外部區封閉。因此可能在內

（請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (6)

部區中封入氣體，其而後在玻璃化期間不能逃逸或僅部分逃逸且有助於石英玻璃之孔和不透明（低透射比）之發展。

在此方法之合適實施中，使用顆粒，其中內部區封入中空空間。中空空間至少部分地被較高密度之外部區所封閉。

孔性顆粒之外部區有利地藉熱處理（包括在 800°C 至 $1,350^{\circ}\text{C}$ 之溫度下之燒結）而預先壓緊。熱處理使外部區有一密度，其高於孔性或中空之內部區之密度，以致在內部區中之孔及孔渠合適地收縮且封閉。為達成此事，熱處理在外部及內部區間之起初建立的溫度梯度的相等化前被停止或中斷。這可以用簡單方式藉例如連續移動顆粒經一加熱區而實現。

包括在含氯之氣氛中加熱的熱處理已顯示是有用的。在含氯之氣氛中之處理除去了在處理溫度下形成氯化物揮發物的污染物及 OH 化合物。此改良不透明石英玻璃的純度，增加粘度及進一步減低反玻璃化傾向。含氯之氣氛含有氯及／或氯化物。在石英玻璃純度中，在本發明意義中，Li，Na，K，Mg，Ca，Fe，Cu，Cr，Mn，Ti 及 Zr 之總污染按重計少於 250 ppb 。就此而言，不認為摻雜物是污染物。

在一合適的方法中，熱處理包括在 $1,000^{\circ}\text{C}$ 至 $1,300^{\circ}\text{C}$ 溫度下，在含氮氣氛中及在碳存在下，加熱孔性附聚物。藉此方法，下文中，得到“碳熱氮化”粒子

（請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (7)

，其全部自由表面積因氮而豐富。氮固定藉碳存在而促進，但後者會揮發。已顯示：石英玻璃的粘度因氮含量而增加。高粘度也可用一包括 SiO_2 粒子（摻以按重計 5 至 20 ppm 程度上之鋁）的顆粒來達成。鋁摻雜有利地藉良好分散之 10^{-9} 級的 Al_2O_3 粒子來實現，確保摻雜物之均質分佈。因此特別適合者是熱解產生之 Al_2O_3 粒子，因其高的比表面積。

在第一合適的實體中，顆粒包括圓的 SiO_2 粒子。此種顆粒特徵於好的傾倒性，高的表觀密度及在玻璃化期間低的收縮且藉例如溼粒化方法來得到。

在第二之同樣適合的方法中，顆粒是擠出物。此種粒子藉擠出作用，能不昂貴地製成。其特徵在於延長之 SiO_2 粒子，其也可以含有延長的中空空間。

依本發明之顆粒特別適於產製不透明石英玻璃，如熱罩，反應容器及玻璃罩。

此一物件特徵在於它具有一不透明石英玻璃區，此形成自一具有 $0.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度且形成自至少部分孔性之一級粒子的合成 SiO_2 顆粒。

不透明區藉玻璃化填充物之合適區而得到。其特徵在於 IR 光譜中高的不透明性，此實質上藉著自 SiO_2 一級粒子之部分孔性附聚物之 SiO_2 顆粒形成此區，且具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積而達成。此種 SiO_2 顆粒之玻璃化得到具有均勻粒子分佈及高密度之

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

五、發明說明 (8)

不透明石英玻璃。此使得一特別高的熱絕緣性可達成，當此物件照所企圖地被使用時。在粒化期間，細的一級粒子結合在一起，形成具有大的直徑的附聚物。這些附聚物具有很多開放的孔渠，形成相對大的孔體積。所用之 SiO_2 顆粒的個別粒子形成自此附聚物。在玻璃化期間，大部分的孔體積因燒結和崩潰而封閉。然而，源自先前開放的孔渠，大多數的細的封閉的孔仍殘留且 IR 輻射因它們而漫射，導致在 IR 光譜中之不透明性。

本發明藉實例和圖式將在以下更詳細地說明。圖式概略地闡明於

圖 1 中，中空圓柱體製造中所例示之玻璃化的方法步驟，於

圖 2 中，依本發明之 SiO_2 顆粒之第一實體，藉由通過個別 SiO_2 粒子之截面，且於

圖 3 中，噴霧顆粒型之依本發明之 SiO_2 顆粒的第二實體，藉由個別噴霧粒子之截面視圖。

主要元件對照表

1	起初孔性中空圓柱體
2	管狀金屬模
4	轉動方向
5	金屬模之內壁
6	穿孔
7	電弧

(請先閱讀背面之注意事項，填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (9)

- 8 電極對
- 9 內孔之內壁
- 1 0 玻璃化之前部
- 1 1 開放區
- 1 2 已部分熔化之不透明區
- 1 3 移動方向
- 1 4 方向箭頭
- 1 5 內面層
- 2 1 圓形粒子
- 2 2 低密度中央區
- 2 3 高密度外部區
- 3 1 個別噴霧粒子
- 3 2 中空空間
- 3 3 外層
- 3 4 窄通道

圖 1 概略地顯示不透明物體型式之依本發明的不透明石英玻璃的產製方法，該不透明物體藉起初孔性中空圓柱體 1 之玻璃化來產製。首先，中空圓柱體之產製的更詳細說明示於下。

具有 $34 \text{ m}^2 / \text{g}$ 之比表面積及 $1.1 \text{ g} / \text{cm}^3$ 之表觀密度的 SiO_2 顆粒被填入管狀金屬模 2 中，其繞著其長軸轉動。轉動方向由圖 1 中之箭頭 4 所說明。因離心力之效應，且伴同樣板 (template) 之助，轉動對稱的中空圓柱

(請先閱讀背面之注意事項
填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

體 1 自金屬模 2 之內壁 5 上的填充物而形成。填充物狀之中空圓柱體 1 具有約 1 0 0 m m 之厚度及具有約 7 3 m m 內徑之穿孔 6 型式之內穿孔 5。此填充物容易地藉離心力，而在隨後方法步驟前壓緊。

在其下步驟中，機械性預先壓緊之中空圓柱體 1 藉電弧 7 區，從中空圓柱體 1 之內孔 6 之區處熔化。電極對 8 引入內穿孔 6 之一端且以 5 5 m m / m i n 之速率，沿著內壁 9 連續移動向中空圓柱體 1 之相反端。中空圓柱體 1 藉電弧 7 之熱而玻璃化。在圓柱體 1 之內壁處達到超過 2, 1 0 0 °C 之最大溫度。

在中空圓柱體 1 內，玻璃化之前部 1 0 產生，該前部以金屬模 2 之方向前進至外部且形成開放區 1 1 至已部分熔化之不透明區 1 2 的界限。在圖 1 中方向箭頭 1 4 概略地說明玻璃化之前部 1 0 的移動方向（與電極對 8 之速度重疊），其實質上自內穿孔 6 之內壁 9 放射狀地引導向外。在 S i O₂ 顆粒中截留之氣體使孔產生於不透明區 1 2 中，因此產生物件之不透明性。中空圓柱體之密度是 2 . 1 0 g / c m³，內徑是 1 4 0 m m 且壁厚是 2 2 m m。

在此方法中，內穿孔 6 之內壁 9 的區域因弧 7 之高溫而高度壓緊。熔化的物體 1 2 因此提供有一包括高密度透明石英玻璃之內面層 1 5 0 以此方式製造之管狀不透明石英玻璃物體加工成耐高溫玻璃罩。

在所述方法中所用之 S i O₂ 顆粒經由圖 2（其概略地

（請先閱讀背面之注意事項
填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

顯示典型的個別粒子)而在以下更詳細地說明。在孔性石英玻璃之圓形粒子 2 1 中，低密度中央區 2 2 被較高密度之外部區 2 3 所封閉。內部區之密度約為透明石英玻璃密度之 4 0 %，且外部區約為後者之 6 0 %。中央區 2 2 和外層 2 3 間所圍之區域是流體。粒子直徑是 $420\ \mu\text{m}$ ，外層 2 3 之厚度約 $100\ \mu\text{m}$ 。

顆粒藉使用混合器之溼粒化方法來產生。水性懸浮液用不定形、 10^{-9} 級、熱解的 SiO_2 粒子 (具有 $60\ \text{m}^2/\text{g}$ 之 B E T 比表面積，藉 SiCl_4 之火焰水解產生) 來產製。在恒定的混合下，水份自該懸浮液中移出直至分離，形成粒狀物質。乾燥後，所得之顆粒的 B E T 比表面積是 $50\ \text{m}^2/\text{g}$ 且圓形之顆粒粒子具有 $160\ \mu\text{m}$ 至 $1,000\ \mu\text{m}$ 之直徑。在一連續方法中， SiO_2 顆粒而後在約 $1,200\ ^\circ\text{C}$ 溫度下，於含氯之氣氛中熱預先壓緊。此也純化了顆粒；藉氯之純化特別有效，因為 SiO_2 粒子之表面藉由孔區而使純化氣體可以接近且使氣態污染物可以容易地除去。在個別粒子中產生溫度梯度，導致中央區 2 2 和外層 2 3 之不同密度。

在此種預先加工後所得之 SiO_2 顆粒具有 $34\ \text{m}^2/\text{g}$ 之 B E T 比表面積及 $1.1\ \text{g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度。平均粒子直徑約 $420\ \mu\text{m}$ 且在使用於不透明石英玻璃之製造中之前需注意去除少於 $100\ \mu\text{m}$ 之細粒子；在此例子中，然而，此種粒子因產製方法並不存在。Li, Na, K, Mg, Ca, Fe, Cu, Cr, Mn, Ti 及 Zr

(請先閱讀背面之注意事項
填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

之總污染體積按重計小於 2 0 0 p p b 。

以此方式產生之不定形、 10^{-9} 級 SiO_2 粒子的顆粒，如圖 1 中所述地，可以用來產製不透明石英玻璃。因為顆粒之個別粒子藉很多極小的一級粒子的附聚而產生，使得相對細且均勻之孔分佈成為可能，如以上所更詳細描述的。

個別噴霧粒子 3 1 概略地說明於圖 3 中。它是典型噴霧顆粒，適用於上述圖 1 中之例示方法的實施。此典型的噴霧顆粒是 SiO_2 一級粒子之附聚物。它具有被外層 3 3 所圍繞之中空空間 3 2。在外層 3 3 中形成輸入漏斗，其經由窄通道 3 4 開放入中空空間 3 2。噴霧粒子之外徑約 $300\ \mu\text{m}$ 且外層具有約 $100\ \mu\text{m}$ 之厚度。

此噴霧粒子之產製更詳細地描述於下。

具有 $70\ \text{m}^2/\text{g}$ B E T 比表面積之高純度、 10^{-9} 級 SiO_2 一級粒子被分散於去離子水中。熱解 Al_2O_3 型之鋁以按重計 1 2 p p m 之量來添加。懸浮液調至 1, 3 8 0 g / l 之升 / 重量比例。磨光粘度 (slick viscosity) 是 4 5 0 m P A S。使用商業上可得到之噴霧乾燥機 (Dorst Model D400)，懸浮液在 380°C 熱空氣溫度下及 1 0 . 5 巴之磨光壓力下被噴霧。所得之噴霧顆粒具有 $330\ \mu\text{m}$ 之平均粒子直徑及 0 . 3 % 之殘餘水分含量。B E T 比表面積是 $54\ \text{m}^2/\text{g}$ 且粉末重量是 0 . 6 g / cm^3 。顆粒而後被純化且藉著在 6 . 1 kg / h 速率及 1, 2 0 0 $^\circ\text{C}$ 溫度下通過 HCl / Cl_2 氣體混合物而熱壓

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

緊。

在處理後，比表面積是 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ ，粉末重量是 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，且表觀密度是 $0.92 \text{ 克}/\text{cm}^3$ 。由於處理方法，小於 $100 \mu\text{m}$ 之細粒子在噴霧粒化期間被旋風器所分離。Li、Na、K、Mg、Ca、Fe、Cu、Cr、Mn、Ti 及 Zr 之總污染體積按重計少於 200 ppb 。

由此所製之不定形， 10^{-9} 級 SiO_2 粒子的噴霧顆粒如圖 1 所述地可以用來製造不透明石英玻璃。因為個別的噴霧粒子藉很多極小一級粒子之附聚而產生，使得相對細及均勻孔分佈在玻璃化期間成為可能。這有額外地促進，因中空空間產生另外近乎封密閉的氣體體積，此在玻璃化期間仍至少部分緊密，因為封閉的氣體在玻璃化期間僅部分地逃逸，且結果有助於孔產生，及因此石英玻璃不透明性之產生。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 製備不透明石英玻璃的方法、適用) 於該方法的 SiO_2 顆粒以及不透明石英玻璃的物件

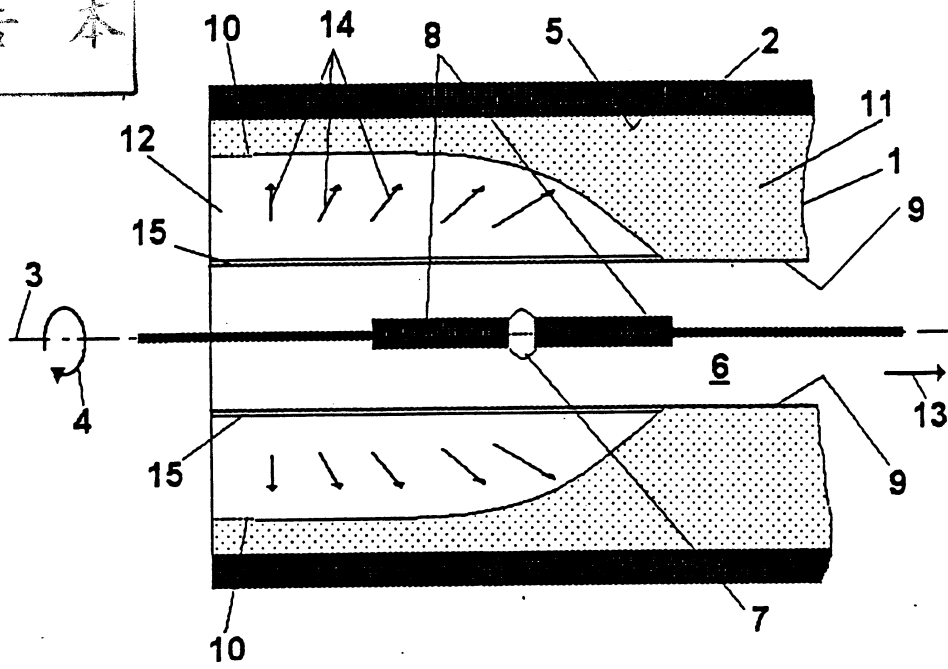
在一種製備不透明石英玻璃的已知方法中，一坯料自合成的 SiO_2 顆粒形成且在玻璃化溫度下加熱以形成不透明石英玻璃物體。為要在此基礎下提供一種製備具有均勻孔分佈，高密度及低的反玻璃化傾向的純的不透明石英玻璃的方法，依本發明建議：所使用之 SiO_2 顆粒是一種包括 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性之附聚物的 SiO_2 顆粒 (21; 31)，其具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{m}^3$ 之表觀密度。適合實施此方法之 SiO_2 顆粒是有特色的，因它是由 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性的附聚物所形成且因它具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 的 BET 比表面積及至少 $0.6 \text{ g}/\text{m}^3$ 之表觀密度。

英文發明摘要(發明之名稱：Process for producing opaque glass, SiO_2 granulate suitable for the process, and an article of opaque quartz glass.

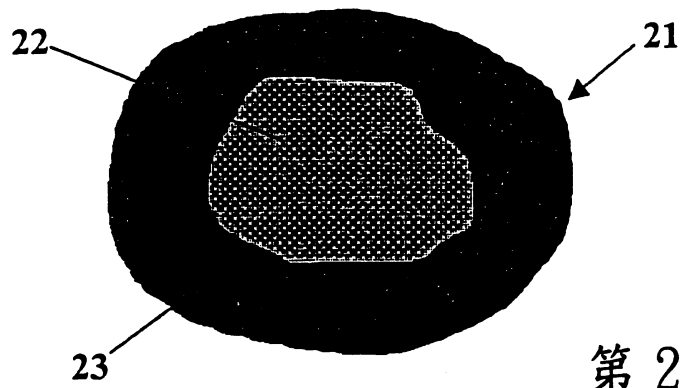
In a known process for the production of opaque quartz glass a blank is formed from synthetic SiO_2 granulate and is heated at a vitrification temperature to form a body of opaque quartz glass. In order to provide on this basis a process for the production of pure opaque quartz glass with a homogenous pore distribution, high density, high viscosity and a low tendency to devitrify, it is proposed according to the invention that the SiO_2 granulate to be used is a SiO_2 granulate (21; 31) composed of at least partially porous agglomerates of SiO_2 primary particles, with a specific BET surface ranging from $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ to $40 \text{ m}^2/\text{g}$ and an apparent density of at least $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$. A SiO_2 granulate (21; 31) suitable for the implementation of the process is distinguished in that it is formed from at least partially porous agglomerates of SiO_2 primary particles and in that it has a specific BET surface ranging from $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ to $40 \text{ m}^2/\text{g}$ and an apparent density of at least $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$.

(Fig. 2).

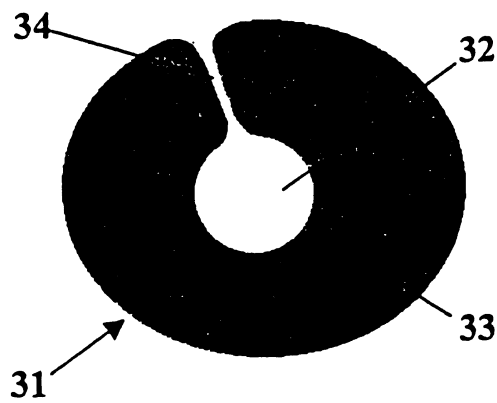
公告本



第 1 圖



第 2 圖



第 3 圖

六、申請專利範圍

第 89127771 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 92 年 4 月 16 日修正

1 . 一種製備不透明石英玻璃的方法，係藉從合成的 SiO_2 粒子形成一坯料且在玻璃化溫度下加熱該型式以產生石英玻璃粒子，其特徵在於所用之 SiO_2 粒子是包括至少部分孔性 SiO_2 一級粒子之附聚物的 SiO_2 顆粒（21，31），其具有 1.5 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度。

2 . 如申請專利範圍第 1 項之方法，其特徵在於 SiO_2 顆粒（21，31）具有 10 至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 之比表面積。

3 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於表觀密度是 $0.9 \text{ g}/\text{cm}^3$ 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

4 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於 SiO_2 一級粒子具有 $0.5 \mu\text{m}$ 至 $5 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。

5 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於 SiO_2 一級粒子具有少於 $0.2 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。

6 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於 SiO_2 一級粒子是不定形的。

7 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於使用一種顆粒（21；31），此顆粒包括具有不均勻密

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

六、申請專利範圍

度分佈及至少部分被較高密度之外部區 (2 3 , 3 3) 所包封之較小密度之內部區 (2 2 ; 3 2) 。

8 . 如申請專利範圍第 7 項之方法，其特徵在於外部區 (2 3 ; 3 3) 藉著熱處理 (包括在 8 0 0 °C 至 1 , 4 5 0 °C 間燒結) 而壓緊。

9 . 如申請專利範圍第 8 項之方法，其特徵在於熱處理包括在含氮之氣氛中加熱。

1 0 . 如申請專利範圍第 8 項之方法，其特徵在熱處理包括在 1 , 0 0 0 °C 至 1 , 3 0 0 °C 之溫度下，於含氮之氣氛中且在碳之存在下加熱。

1 1 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於應用一種 SiO_2 顆粒，此顆粒由平均粒子尺寸為 1 5 0 μm 至 2 , 0 0 0 μm 之粒子製成，避免 1 0 0 μm 以下之粒子。

1 2 . 如申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其特徵在於形成一種坯料 (1)，其具有沿著轉動軸 (3) 延伸之內面 (9) 且此坯料 (1) 被加熱，此方式是玻璃化前部 (1 0) 自內面 (9) 前進至外部。

1 3 . 如申請專利範圍第 1 2 項之方法，其特徵在於坯料 (1) 繞著轉動軸 (3) 轉動且一區一區地藉來自內面 (9) 之電弧 (7) 加熱至超過 1 , 9 0 0 °C 之玻璃化溫度。

1 4 . 一種用來實施如申請專利範圍第 1 項之方法的 SiO_2 顆粒，其形成自 SiO_2 一級粒子之至少部分孔性

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

封

六、申請專利範圍

附聚物，其特徵在於該顆粒具有 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 B E T 比表面積及至少 $0.8 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之表觀密度。

15. 如申請專利範圍第14項之顆粒，其特徵在於具有 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 B E T 比表面積。

16. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵為表觀密度為 $0.9 \text{ g}/\text{cm}^3$ 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

17. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於 SiO_2 一級粒子具有 $0.5 \mu\text{m}$ 至 $5 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。

18. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於 SiO_2 一級粒子具有少於 $0.2 \mu\text{m}$ 之平均粒子尺寸。

19. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於附聚物具有不均勻密度分佈以致較小密度之內部區 (22; 32) 被較高密度之外部區 (23; 33) 來至少部分地包封。

20. 如申請專利範圍第19項之顆粒，其特徵在於內部區 (32) 包括中空空間。

21. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於 SiO_2 顆粒之比表面積及表觀密度藉熱處理 (包括在 800°C 至 $1,350^\circ\text{C}$ 溫度下燒結) 而設定。

22. 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於一級粒子具有含氮之表層。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紮

六、申請專利範圍

23 . 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於它包括 SiO_2 粒子，其摻有按重計5至20 ppm 濃度的鋁。

24 . 如申請專利範圍第23項之顆粒，其特徵在於鋁摻雜物以細分佈之 10^{-9} 級 Al_2O_3 粒子形式存在。

25 . 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於顆粒 (21 ; 22) 包括圓的 SiO_2 粒子。

26 . 如申請專利範圍第14或15項之顆粒，其特徵在於顆粒是擠出物。

27 . 一種不透明石英玻璃物件，其係藉由使用如申請專利範圍第14或15項之 SiO_2 顆粒製得。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紉