(19) Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2004 051 846 B4** 2009.11.05

(12) # Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2004 051 846.7**
(22) Anmeldetag: **26.10.2004**
(43) Offenlegungstag: **02.03.2006**
(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: **05.11.2009**

(51) Int Cl.[8]: ***C03C 17/02*** (2006.01)
***C03B 20/00*** (2006.01)
***C03C 3/06*** (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten(§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(66) Innere Priorität:
**10 2004 040 833.5 23.08.2004**

(61) Zusatz in:
**10 2005 016 732.2**

(73) Patentinhaber:
**Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE**

(74) Vertreter:
**Staudt, A., Dipl.-Ing. Univ., Pat.-Anw., 63674 Altenstadt**

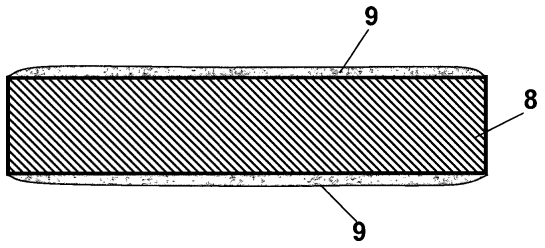
(72) Erfinder:
**Maul, Armin, 36355 Grebenhain, DE; Herbert, Thorsten, 63776 Mömbris, DE; Weber, Jürgen, 63801 Kleinostheim, DE; Linow, Sven, 64293 Darmstadt, DE; Fuchs, Stefan, 63843 Niedernberg, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

| | | |
|---|---|---|
| **DE** | **44 40 104** | **C2** |
| **DE** | **43 38 807** | **C1** |
| **DE** | **40 22 100** | **C1** |
| **DE** | **102 53 582** | **B3** |
| **DE** | **198 22 829** | **A1** |
| **DE** | **102 11 249** | **A1** |
| **DE** | **5 87 715** | **A** |
| **DE** | **698 06 628** | **T2** |
| **DE** | **690 27 590** | **T2** |
| **WO** | **01/46 079** | **A1** |

(54) Bezeichnung: **Bauteil mit einer Reflektorschicht sowie Verfahren für seine Herstellung**

(57) Hauptanspruch: Bauteil mit einer Reflektorschicht, umfassend einen Basiskörper aus Quarzglas, dessen Oberfläche mindestens teilweise mit einer Reflektorschicht belegt ist, dadurch gekennzeichnet, dass eine als diffuser Reflektor wirkende $SiO_2$-Deckschicht (7a; 9) aus mindestens teilweise opakem $SiO_2$ vorgesehen ist.



## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Bauteil mit einer Reflektorschicht, umfassend einen Basiskörper aus Quarzglas, dessen Oberfläche mindestens teilweise mit einer Reflektorschicht belegt ist.

**[0002]** Außerdem geht es in der Erfindung um ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen Bauteils mit Reflektorschicht, indem die Oberfläche eines Basiskörpers aus Quarzglas mindestens teilweise mit einer Reflektorschicht belegt wird, indem ein amorphe $SiO_2$-Teilchen enthaltender Schlicker erzeugt und auf der Oberfläche des Basiskörpers unter Bildung einer Schlicker-Schicht aufgebracht und die Schlicker-Schicht getrocknet wird.

**[0003]** Quarzglas zeichnet sich durch einen niedrigen Ausdehnungskoeffizienten, durch optische Transparenz über einen weiten Wellenlängenbereich und durch hohe chemische und thermische Beständigkeit aus. Bauteile aus Quarzglas werden für eine Vielzahl von Anwendungen eingesetzt, wie beispielsweise in der Lampenfertigung als Hüllrohre, Kolben, Abdeckplatten oder Reflektorträger für Lampen und Strahler im ultravioletten, infraroten und sichtbaren Spektralbereich. Zum Erzeugen besonderer Eigenschaften wird Quarzglas mit anderen Substanzen dotiert.

**[0004]** Bei der Lampenfertigung spielen häufig die zeitliche Konstanz und der Wirkungsgrad der abgegebenen Arbeitsstrahlung eine wichtige Rolle. Um Strahlungsverluste zu minimieren, werden optische Strahler mit einem Reflektor versehen. Der Reflektor ist mit dem Strahler fest verbunden oder es handelt es sich um ein separat vom Strahler angeordnetes Reflektorbauteil. Die Oberflächen hochwertiger Reflektoren, die in chemisch aggressiver Umgebung eingesetzt werden können, ohne dass das Reflektormaterial Schaden nimmt und der Reflexionsgrad merkbar nachlässt, bestehen aus Gold.

**[0005]** Ein gattungsgemäßes Bauteil in Form eines mit einem Goldreflektor ausgestatteter Infrarotstrahlers ist aus der DE 40 22 100 C1 bekannt. Der Infrarotstrahler dient als Flächenstrahler und ist aus mehreren nebeneinander angeordneten Lampenrohren aus Quarzglas zusammengesetzt, die auf einer gemeinsamen Trägerplatte aus Quarzglas montiert sind, und in denen jeweils eine Heizwendel verläuft. Die Oberseite dieser Lampenrohranordnung bildet die Abstrahlfläche des Infrarot-Flächenstrahlers. Die freie Unterseite der gegenüberliegend davon angeordneten Quarzglas-Trägerplatte ist mit einer Reflektorschicht aus Gold versehen.

**[0006]** In der DE 198 22 829 A1 ist ein kurzwelliger Infrarotstrahler beschrieben, bei dem das Lampenrohr in Form eines sogenannten Zwillingsrohres ausgeführt ist. Hierbei ist ein Quarzglas-Hüllrohr durch einen Längssteg in zwei parallel zueinander verlaufende Teilräume unterteilt, wobei in einem oder in beiden Teilräumen eine Heizwendel verläuft. Die der Hauptabstrahlrichtung der IR-Strahlung abgewandte Seite des Zwillingsrohres ist mit einer Goldschicht belegt, die als Reflektor dient.

**[0007]** Reflexionsschichten aus Gold sind jedoch teuer und nur eingeschränkt temperatur- und temperaturwechselbeständig.

**[0008]** Die DE 587 715 A beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines blendungsmindernden und lichtstreuenden Emailleüberzugs auf einem Lampengefäß für UV-Strahlung. Zur Herstellung des Überzugs wird eine wässrige Aufschlämmung aus einem Pulvergemisch auf der zu beschichtenden Oberfläche aufgetragen, getrocknet und eingebrannt. Das Pulvergemisch besteht aus einem ersten Glaspulver (Schwarz-Uviolgas oder Purpurrot-Corexglas), das für UV-Strahlung aber nicht für sichtbare Strahlung durchlässig ist, und aus einem zweiten Glaspulver (zum Beispiel aus Kieselsäure, Borsäure, Natriumoxid und Tonerde), das sowohl für UV-Strahlung als auch für sichtbare Strahlung durchlässig ist. Die Teilchen des ersten Glaspulvers schirmen einen Teil der sichtbaren Strahlung ab, wohingegen die UV-Strahlung als eigentliche Arbeitsstrahlung ungehindert durchgelassen wird. Die Schicht wirkt somit als optischer Filter.

**[0009]** Aus der DE 690 27 590 T2 ist ein Sputterverfahren zur Herstellung eines $SiO_2$ enthaltenden Films auf einem Glassubstrat bekannt. Der $SiO_2$ enthaltende Film dient beispielsweise als Hitzestrahlung reflektierender Schutzfilm oder als Reflektionsbeschichtungsfilm.

**[0010]** Die DE 698 06 628 T2 offenbart ein Verfahren zur Ausbildung einer Quarzglasschicht mit hoher Reinheit auf einem Glassubstrat mittels eines CVD-Abscheideverfahrens. Dabei wird einem Abscheidebrenner eine siliziumhaltige Ausgangssubstanz zugeführt und daraus durch Oxidation oder Flammenhydrolyse $SiO_2$-Partikel gebildet, die auf der Oberfläche des Glassubstrats abgeschieden und dabei direkt zu einer transparenten Quarzglasschicht verglast werden.

**[0011]** Die WO 01/46079 A1 beschreibt ein Rohr aus synthetisch erzeugtem Quarzglas, das mindestens teilweise opak ist und eine homogene Porenverteilung aufweist. Die Herstellung des Quarzglasrohres erfolgt über ein Einschmelzverfahren unter Einsatz von synthetisch erzeugtem $SiO_2$-Granulat, das sich durch einen inneren Hohlraum auszeichnet.

**[0012]** Die DE 43 38 807 C1 lehrt die Herstellung eines Bauteils aus opakem Quarzglas über ein Schli-

ckergießverfahren unter Einsatz eines amorphe $SiO_2$-Teilchen enthaltenden Schlickers.

**[0013]** Gemäß der DE 102 53 582 B3 wird ein Lampengefäß für einen Infrarotstrahler mit einer reflektierenden Schicht aus Edelmetall versehen. Die reflektierende Schicht wird mit einem Abdampfschutz in Form eines gasdichten Hüllrohres aus Quarzglas umgeben.

**[0014]** Ein Infrarotstrahler mit einer Reflektorschicht aus Edelmetall ist auch aus der DE 102 11 249 A1 bekannt. Die Reflektorschicht wird durch Einbrennen eines Glanzedelmetallpräparats auf einer Quarzglas-Oberfläche erzeugt, und sie kann mit einem anorganischen Schutzüberzug versehen sein.

**[0015]** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Bauteil, insbesondere für den Einsatz bei der Lampen- und Reflektorfertigung bereitzustellen, das mit einer wirkungsvollen, chemisch und thermisch beständigen und dennoch preisgünstigen Reflektorschicht ausgestattet ist.

**[0016]** Weiterhin liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen Bauteils anzugeben.

**[0017]** Hinsichtlich des Bauteils wird diese Aufgabe ausgehend von dem eingangs beschriebenen Quarzglas-Bauteil erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass eine als diffuser Reflektor wirkende $SiO_2$-Deckschicht aus mindestens teilweise opakem Quarzglas vorgesehen ist.

**[0018]** Beim erfindungsgemäßen Quarzglas-Bauteil besteht die Reflektorschicht aus mindestens teilweise opakem Quarzglas. Die $SiO_2$-Deckschicht bedeckt den Basiskörper ganz oder teilweise und sie wirkt als diffuser optischer Reflektor.

**[0019]** Das Quarzglas-Bauteil wird vorzugsweise in der Lampenfertigung eingesetzt, wobei es in Form eines Rohres, Kolbens, einer Kammer, Halbschale, Kugel- oder Ellipsoid-Segment, Platte oder dergleichen vorliegt. Das Quarzglas-Bauteil ist entweder Bestandteil eines optischen Strahlers mit integriertem Reflektor, wobei dieser von der $SiO_2$-Deckschicht gebildet wird, oder das Bauteil bildet einen separaten Reflektor zum Einsatz in Verbindung mit einem optischen Strahler.

**[0020]** Bei dem Basiskörper handelt es sich um einen Körper aus Quarzglas, das aus synthetisch hergestellten oder aus natürlich vorkommenden Rohstoffen erzeugt ist. Das Quarzglas des Basiskörpers ist in der Regel transparent.

**[0021]** Es hat sich gezeigt, dass eine Deckschicht aus mindestens teilweise opakem Quarzglas einen Reflexionsgrad aufweist, der für die meisten Anwendungen genügt. Die $SiO_2$-Deckschicht zeichnet sich durch eine hervorragende chemische und thermische Beständigkeit und mechanische Festigkeit aus. Besonders hervorzuheben ist die hohe Temperaturwechselbeständigkeit der $SiO_2$-Deckschicht auf dem Quarzglas-Basiskörper.

**[0022]** Weiterhin ist die $SiO_2$-Deckschicht preisgünstig herstellbar. Eine geeignete Verfahrensweise wird weiter unten noch näher erläutert. Dabei wird auf der als Reflektor vorgesehenen Oberfläche des Basiskörpers eine Schicht eines $SiO_2$-Teilchen enthaltenden Schlickers aufgebracht, aus der durch anschließendes Trocknen und Verglasen die $SiO_2$-Deckschicht erhalten wird. Beim Verglasen ist darauf zu achten, dass die $SiO_2$-Deckschicht mindestens teilweise opak bleibt, damit ein ausreichender Reflexionsgrad erhalten bleibt.

**[0023]** Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die $SiO_2$-Deckschicht in Bezug auf den Basiskörper aus arteigenem Material besteht.

**[0024]** Unter einem „arteigenen Material" wird hier verstanden, dass sich die $SiO_2$-Gehalte von Deckschicht und Basiskörpers um maximal 3 Gew.-% voneinander unterscheiden, und dass bei Anwesenheit von Dotierstoffen in der Deckschicht oder im Quarzglas des Basiskörpers diese den Ausdehnungskoeffizienten beiderseits in ähnlicher Weise beeinflussen. Dadurch wird eine besonders gute Haftung der Deckschicht auf dem Basiskörper, und insbesondere eine hohe Temperaturwechselbeständigkeit dieses Verbundes erreicht.

**[0025]** In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Quarzglas-Bauteils ist der Basiskörper als ein zur Aufnahme eines Leuchtmittels vorgesehener Quarzglas-Hüllkörper ausgebildet.

**[0026]** Der Quarzglas-Hüllkörper dient hierbei zur Aufnahme eines Leuchtmittels, wie beispielsweise einer Heizwendel, einem Carbonband oder einer Strahlung emittierenden Gasfüllung, und gleichzeitig ist ein Teil des Hüllkörpers mit der als Reflektor wirkenden $SiO_2$-Deckschicht versehen.

**[0027]** Bei einer ersten bevorzugten Ausführungsvariante des erfindungsgemäßen Bauteils ist die $SiO_2$-Deckschicht auf der dem Leuchtmittel abgewandten Außenseite des Hüllkörpers vorgesehen.

**[0028]** Dadurch werden Beeinträchtigungen des Leuchtmittels oder der Atmosphäre innerhalb des Hüllkörpers vermieden.

**[0029]** Bei einer zweiten, gleichermaßen bevorzugten Ausführungsvariante des erfindungsgemäßen Bauteils ist die $SiO_2$-Deckschicht auf der dem Leucht-

mittel zugewandten Innenseite des Hüllkörpers vorgesehen.

**[0030]** Die auf der Innenseite vorgesehene Reflektorschicht ist dem Leuchtmittel unmittelbar benachbart, so dass Absorptionsverluste durch das Material des Hüllkörpers vermieden werden. Die Deckschicht ist innen häufig leichter aufzubringen als auf der Außenseite, und insbesondere ist sie durch das Hüllrohr vor mechanischer Beschädigung geschützt.

**[0031]** Hinsichtlich des Verfahrens wird diese Aufgabe ausgehend von dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die $SiO_2$-Teilchen Teilchengrößen im Bereich bis maximal 500 µm aufweisen, wobei $SiO_2$-Teilchen mit Teilchengrößen im Bereich zwischen 1 µm und 50 µm den größten Volumenanteil ausmachen, und dass die Schlicker-Schicht unter Bildung der $SiO_2$-Deckschicht aus mindestens teilweise opakem Quarzglas verglast wird.

**[0032]** Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird der Quarzglas-Basiskörper mittels eines Schlickergießverfahrens mit einer Deckschicht aus aus mindestens teilweise opakem $SiO_2$ versehen. Eine besondere technische Herausforderung besteht darin, ein Reißen der Schlicker-Schicht beim Trocknen oder Verglasen zu vermeiden, obwohl das Volumen der Schicht schrumpft, ohne dass das Quarzglas des Basiskörpers entsprechend nachgeben kann.

**[0033]** Hierzu wird zunächst ein gießfähiger Schlicker erzeugt, der amorphe $SiO_2$-Teilchen enthält. Der Schlicker wird als „Schlicker-Schicht" auf dem Basiskörper aufgetragen und anschließend getrocknet und verglast. Infolge der beschriebenen Wechselwirkungen stabilisieren die amorphen $SiO_2$-Teilchen bereits die Schlicker-Schicht im pastösen und trockenen Zustand und sie fördern die Sinteraktivität, was das Sintern der getrockneten Schlicker-Schicht bei vergleichsweise niedriger Temperatur unter Ausbildung einer dichten, rissfreien $SiO_2$-Deckschicht ermöglicht.

**[0034]** Die $SiO_2$-Teilchen bestehen aus synthetisch hergestelltem $SiO_2$ oder aus gereinigtem natürlich vorkommendem Rohstoff, wie er beispielsweise in der DE 44 40 104 C2 beschrieben ist.

**[0035]** Für die Bildung der Deckschicht werden erfindungsgemäß $SiO_2$-Teilchen eingesetzt, die Teilchengrößen im Bereich bis maximal 500 µm aufweisen, wobei $SiO_2$-Teilchen mit Teilchengrößen im Bereich zwischen 1 µm und 50 µm den größten Volumenanteil ausmachen.

**[0036]** $SiO_2$-Teilchen in diesem Größenbereich zeigen ein vorteilhaftes Sinterverhalten und eine vergleichsweise geringe Trockenschwindung. Es hat sich gezeigt, dass bei einem derartigen Schlicker die Schlicker-Schicht besonders einfach ohne Rissbildung getrocknet und verglast werden kann. Das kann auf eine ausreichend geringe Trockenschwindung und auf Wechselwirkungen der $SiO_2$-Teilchen untereinander beruhen, die bis zur Ausbildung molekularer $SiO_2$-Bindungen führen können, und die das Trocknen und Sintern erleichtern.

**[0037]** Der Schlicker kann neben den amorphen $SiO_2$-Teilchen auch Precursorkomponenten für die Bildung von $SiO_2$-Partikeln enthalten. Dabei handelt es sich um hydrolysierbare Siliziumverbindungen, wie sie bei Sol-Gel-Verfahren zur Herstellung von $SiO_2$ eingesetzt werden. Derartige Precursorkomponenten bilden infolge ihrer Hydrolyse molekulare Bindungen in der Schlicker-Schicht, führen zu einer Verfestigung und erleichtern dadurch das Sintern. Andererseits führen sie in hoher Konzentration jedoch auch zu einer hohen Trockenschwindung und können zu einer Rissbildung beitragen, was den Anteil an derartigen Precursorkomponenten im Schlicker begrenzt.

**[0038]** Die Teilchengröße und -verteilung der $SiO_2$-Teilchen hat Auswirkungen auf die Trockenschwindung der Schlicker-Schicht. So kann durch Einsatz gröberer $SiO_2$-Teilchen die Trockenschwindung verringert werden.

**[0039]** Das Trocknen der Schlicker-Schicht erfolgt durch Entzug von Feuchtigkeit bei Raumtemperatur, durch Erwärmen oder durch Gefriertrocknen. Nach dem Trocknen wird die Schlicker-Schicht verglast, indem sie auf eine hohe Temperatur erhitzt wird, die zu einem Sintern der $SiO_2$-Teilchen und zur Ausbildung einer dichten, rissfreien Deckschicht aus opakem oder teils opakem Quarzglas führt, und die die gesamte Oberfläche des Basiskörpers oder einen Teil davon bedeckt.

**[0040]** Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens sind $SiO_2$-Deckschichten mit hoher Dichte herstellbar, so dass dieses Verfahren eine bevorzugte Möglichkeit zur Herstellung der Reflektorschicht aus mindestens teilweise opakem $SiO_2$ bietet.

**[0041]** Vorzugsweise werden für die Bildung der Deckschicht $SiO_2$-Teilchen eingesetzt, die Teilchengrößen im Bereich bis maximal 100 µm aufweisen.

**[0042]** $SiO_2$-Teilchen in diesem Größenbereich zeigen ein vorteilhaftes Sinterverhalten und eine vergleichsweise geringe Trockenschwindung. Das kann auf Wechselwirkungen der $SiO_2$-Teilchen untereinander beruhen, die bis zur Ausbildung molekularer $SiO_2$-Bindungen führen können, und die das Trocknen und Sintern erleichtern.

**[0043]** Hierzu trägt bei, wenn die $SiO_2$-Teilchen durch Nassmahlen von $SiO_2$-Ausgangskörnung her-

gestellt werden.

**[0044]** Hierbei wird die gewünschte Teilchengrößenverteilung durch den Homogenisierungsprozess des Schlickers eingestellt, wobei die $SiO_2$-Teilchen ausgehend von vergleichsweise groben Körnern mit Durchmessern zum Beispiel im Bereich zwischen 200 µm und 5000 µm beim Homogenisieren in Abhängigkeit von deren Verfestigungsgrad verkleinert werden. Beim Nassmahlen entstehen innerhalb des Schlickers $SiO_2$-Teilchen jeder Größe, auch solche, die durch Wechselwirkungen untereinander bereits im Schlicker die oben beschriebenen Bindungen ausbilden, was die Stabilität der Schlicker-Schicht verbessert.

**[0045]** Der Cristobalitanteil in der getrockneten $SiO_2$-Schlickerschicht sollte höchstens 1 Gew.-% betragen, da es andernfalls beim Verglasen der Schlicker-Schicht zu einer Kristallisation kommen kann, was zum Ausschuss des Bauteils führen kann.

**[0046]** Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Oberfläche des Basiskörpers vor dem Aufbringen des Schlickers aufzurauhen.

**[0047]** Das Aufrauhen bewirkt eine bessere Haftung sowohl der Schlicker-Schicht als auch der durch Verglasen daraus erzeugten dichten $SiO_2$-Deckschicht. Das Aufrauhen erfolgt mechanisch (zum Beispiel durch Schleifen oder Sandstrahlen) oder chemisch (durch Ätzen).

**[0048]** Im Hinblick darauf hat es sich besonders bewährt, wenn die Schlicker-Schicht auf einer Oberfläche mit einer mittleren Rauhtiefe $R_a$ von mindestens 0,5 µm aufgebracht wird.

**[0049]** Zum Auftragen der Schlicker-Schicht sind die an sich bekannten Verfahren geeignet, wie beispielsweise Sprühen, elektrostatisch unterstütztes Sprühen, Fluten, Schleudern oder Aufstreichen. Bevorzugt wird die Schlicker-Schicht jedoch durch Tauchen erzeugt.

**[0050]** Das Aufbringen der Schlicker-Schicht durch Tauchen ermöglicht die Einhaltung einer vorgegebenen Dicke der Schlicker-Schicht und damit auch der daraus resultierenden $SiO_2$-Deckschicht ohne großen konstruktiven oder regelungstechnischen Aufwand.

**[0051]** Bei einer alternativen jedoch gleichermaßen bevorzugten Verfahrensweise erfolgt das Aufbringen der Schlicker-Schicht durch Sprühen.

**[0052]** Es hat sich gezeigt, dass ein durch Aufsprühen erzeugte Schlicker-Schicht besonders gut haftet. Ein vorheriges Aufrauhen der Bauteil-Oberfläche ist daher entbehrlich.

**[0053]** Auch durch eine geeignete Temperaturführung kann die Gefahr einer Rissbildung beim Verglasen vermindert werden. Bevorzugt erfolgt das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht bei einer vergleichsweise niedrigen Maximaltemperatur im Bereich zwischen 1000°C und 1600°C, vorzugsweise zwischen 1100°C und 1400°C.

**[0054]** Die niedrige Maximaltemperatur verhindert ein rasches Verdichten der äußeren Oberflächenbereiche der Schlicker-Schicht beim Verglasen. Eine derartige Verdichtung würde infolge ihrer wärmeisolierenden Wirkung das weitere Fortschreiten einer Verglasungsfront behindern, und dadurch ein vollständiges Sintern dicker Schichten erschweren.

**[0055]** In einer besonders bevorzugten Verfahrensvariante erfolgt das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht in einer Wasserstoffatmosphäre.

**[0056]** Wegen seiner hohen Diffusionsrate in Quarzglas ist Wasserstoff für eine Wärmeübertragung besonders geeignet. Durch einen guten Wärmetransport wird erreicht, dass sich zwischen der an der Oberfläche herrschenden hohen Temperatur und der niedrigeren Temperatur im Inneren der $SiO_2$-Deckschicht bzw. dem noch nicht verglasten Bereich der porösen, getrockneten Schlicker-Schicht ein möglichst flacher Temperaturgradient ausbildet. Dadurch wird auch bei niedrigen Verglasungstemperaturen noch ein Fortschreiten der Schmelzfront von Außen nach Innen und damit ein Verglasen auch innerer Bereiche der Schlicker-Schicht gewährleistet. Ein Wasserstoffgehalt von mindestens 70% ist hierfür ausreichend. Außer Wasserstoff kann die Atmosphären beim Verglasen beispielsweise auch Stickstoff und vorzugsweise Helium enthalten

**[0057]** Im Hinblick auf notwendige Sicherheitsvorkehrungen ist ein Verglasungsprozess unter Wasserstoff jedoch verhältnismäßig aufwändig. Für viele Anwendungen hat es sich daher als günstig erwiesen, wenn das Verglasen der getrockneten Schlikker-Schicht unter Luft erfolgt.

**[0058]** Das Verglasen an Luft erfordert keine besonderen Sicherheitsvorkehrungen und ist kostengünstig und führt zu den gewünschten opaken $SiO_2$-Deckschichten.

**[0059]** Alternativ dazu hat es sich auch bewährt, wenn das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht mittels einer Brennerflamme erfolgt.

**[0060]** Diese Verfahrensvariante ergibt eine ebenfalls rissfreie, flammenpolierte Oberfläche, wobei die Hitzeeinwirkung zeitlich kurz ist und leicht auf die Bereiche beschränkt werden kann, die mit einer zu verglasenden $SiO_2$-Schlickerschicht belegt sind, so dass plastische Verformungen weitgehend vermieden

werden können.

**[0061]** Sofern eine besonders große Dicke der $SiO_2$-Deckschicht erforderlich ist, wird die Schicht vorteilhaft durch mehrmaliges Durchführen des erfindungsgemäßen Verfahrens sukzessive verstärkt.

**[0062]** Es hat sich außerdem bewährt, wenn dem Schlicker Dotierstoffe in Form von Aluminium, Stickstoff oder Kohlenstoff enthaltenden Verbindungen hinzugefügt werden.

**[0063]** Bei dieser Verfahrensvariante werden in die $SiO_2$-Deckschicht ein Dotierstoff oder mehrere Dotierstoffe eingebracht, die dem Quarzglas eine spezifische Eigenschaft verleihen, wie etwa eine Verminderung von Absorption und damit eine Verbesserung der Reflexion.

**[0064]** So bildet beispielsweise ein Zusatz von Aluminium im Quarzglas der Deckschicht $Al_2O_3$, welches sowohl zu einer Versteifung der Glasstruktur führt und damit die Temperaturbeständigkeit der Deckschicht erhöht, als auch die Brechzahl verändert. Geeignete Ausgangssubstanzen werden im Schlicker besonders gleichmäßig verteilt, woraus letztlich eine homogene Dotierung des Quarzglases der Deckschicht resultiert.

**[0065]** Die auf diese Art und Weise erzeugte $SiO_2$-Deckschicht zeichnet sich durch hohe Haftfestigkeit auf Quarzglas aus und ist in ihren Eigenschaften durch einfache Verfahrensänderungen- etwa der Verglasungstemperatur oder der Zugabe von Dotierstoffen leicht modifizierbar und an eine Vielzahl konkreter Anwendungen anpassbar.

**[0066]** Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen und einer Zeichnung näher erläutert. In der Zeichnung zeigen im Einzelnen

**[0067]** Fig. 1 in schematischer Darstellung einen Reflektorplatte aus Quarzglas mit einer Reflektorschicht in Form einer $SiO_2$-Deckschicht im Querschnitt,

**[0068]** Fig. 2 in schematischer Darstellung einen Infrarotstrahler in Form eines Zwillingsrohrstrahlers mit einem Hüllrohr, dessen Oberseite teilweise mit einer Schlickerschicht bzw. mit einer Reflektorschicht bedeckt ist,

**[0069]** Fig. 3 ein Heizprofil zum Verglasen einer Schlicker-Schicht auf einem Quarzglas-Basiskörper.

Beispiel 1

**[0070]** Es wird ein homogener Grundschlicker hergestellt. Für einen Ansatz von 10 kg Grundschlicker ($SiO_2$-Wasser-Schlicker) werden in einer mit Quarzglas ausgekleideten Trommelmühle mit ca. 20 Liter Volumeninhalt, 8,2 kg einer amorphen Quarzglaskörnung aus natürlichem Rohstoff mit Korngrößen im Bereich zwischen 250 µm und 650 µm mit 1,8 kg deionisiertem Wasser mit einer Leitfähigkeit von weniger als 3 µS vermischt. Die Quarzglaskörnung wurde vorab in einem Heißchlorierverfahren gereinigt; es wird darauf geachtet, dass kein Cristobalit enthalten ist.

**[0071]** Diese Mischung wird mittels Mahlkugeln aus Quarzglas auf einem Rollenbock bei 23 U/min während einer Dauer von 3 Tagen soweit vermahlen, dass sich ein homogener Grundschlicker mit einem Feststoffgehalt von 79% bildet. Im Verlauf des Vermahlens kommt es infolge des in Lösung gehenden $SiO_2$ zu einer Absenkung des pH-Werts auf etwa 4.

**[0072]** Dem so erhaltenen homogenen, stabilen Grundschlicker wird weitere amorphe $SiO_2$-Körnung mit einer Korngröße um 5 µm zugemischt, bis ein Feststoffgehalt von 84 Gew.-% erreicht ist. Die Mischung wird 12 Stunden lang in einer Trommelmühle bei einer Drehzahl von 25 U/min homogenisiert. Der so erhaltene Schlicker hat einen Feststoffgehalt von 84% und eine Dichte von etwa 2,0 g/cm$^3$. Die nach dem Vermahlen der Quarzglaskörnung erhaltenen $SiO_2$-Teilchen im Schlicker zeigen eine Teilchengrößenverteilung, die durch einen $D_{50}$-Wert von etwa 8 µm und durch einen $D_{90}$-Wert von etwa 40 µm gekennzeichnet ist. Dieser Schlicker ist dilatant. Die als „Dilatanz" bezeichnete rheologische Eigenschaft des Schlickers, zeigt sich darin, dass seine Viskosität mit der Schergeschwindigkeit zunimmt. Dies führt dazu, dass nach dem Wegfall der Scherkräfte – nach dem Auftragen des Schlickers als Schlicker-Schicht auf dem Quarzglas-Bauteil – die Viskosität zunimmt, was die Ausbildung einer gleichmäßigen Schlickerschicht erleichtert.

**[0073]** In den Schlicker wird einige Sekunden lang eine Quarzglas-Platte, aus der eine Reflektorplatte für einen IR-Strahler hergestellt werden soll, eingetaucht. Die Oberfläche der Quarzglas-Platte wurde vorab in Alkohol gereinigt und durch chemisches Ätzen (Frosten) auf eine mittlere Rautiefe $R_a$ von 2 µm eingestellt.

**[0074]** Auf der Quarzglas-Platte bildet sich dadurch eine gleichmäßige, geschlossene Schlicker-Schicht mit einer Dicke von etwa 0,35 mm. Diese Schlicker-Schicht wird zunächst ca. 5 Stunden bei Raumtemperatur und anschließend mittels eines IR-Strahlers an Luft getrocknet. Die getrocknete Schlicker-Schicht ist rissfrei, und sie hat eine mittlere Dicke von etwas weniger als 0,3 mm.

**[0075]** Die so hergestellte und getrocknete Schlicker-Schicht wird anschließend unter Luft in einem Sinterofen verglast. Das Heizprofil umfasst eine anfänglich steile Heizrampe, während der die Schli-

cker-Schicht von Raumtemperatur innerhalb von einer Stunde auf eine untere Heiztemperatur von 1000°C erhitzt wird. Auf der unteren Heiztemperatur wird die Schlicker-Schicht eine Stunde lang gehalten und anschließend über eine zweite, flache Heizrampe über vier Stunden auf eine obere Heiztemperatur von 1350°C erhitzt. Die Haltezeit bei der oberen Heiztemperatur beträgt im Ausführungsbeispiel zwei Stunden. Danach ist die Schlicker-Schicht vollständig gesintert, opak und – soweit mit bloßem Auge erkennbar – blasenfrei.

**[0076]** Das anschließende Abkühlen erfolgt im Ofen unter Luft bis auf eine Temperatur von 500°C mit einer geregelten Abkühlrate von 15°C/min und danach bei weiter geschlossenem Ofen durch freies Abkühlen.

**[0077]** Die so erhaltene Reflektorplatte ist in Fig. 1 schematisch dargestellt. Sie besteht aus der Quarzglas-Platte **8** mit den Abmessungen 300 mm × 300 mm × 2 mm, deren Flachseiten vollständig mit einer $SiO_2$-Deckschicht **9** bedeckt sind, die aus opakem Quarzglas besteht und die eine mittlere Schichtdicke um 0,2 mm aufweist, und die sich durch Rissfreiheit und eine hohe Dichte von etwa 2,15 g/cm$^3$ auszeichnet. Aus Darstellungsgründen ist die $SiO_2$-Deckschicht **9** in Fig. 1 übertrieben dick eingezeichnet.

**[0078]** Diese Reflektorplatte bis Temperaturen oberhalb von 1100°C thermisch beständig und beispielsweise als Ersatz für Reflektorplatten aus Molybdän geeignet, die ansonsten für derartige Hochtemperaturanwendungen eingesetzt werden.

**[0079]** Anstelle der beidseitigen Ausbildung einer opaken $SiO_2$-Deckschicht kann die Quarzglas-Platte auch einseitig mit einer derartigen Schicht versehen sein. Das Aufbringen der Schlickerschicht erfolgt dabei vorzugsweise durch Aufsprühen anstelle des oben beschriebenen Tauchens.

**[0080]** Die $SiO_2$-Deckschicht **9** bewirkt eine diffuse, ungerichtete Reflexion an Phasengrenzen. Durch eine gekrümmte oder gewölbte Geometrie des Bauteils, wie sie auch sonst bei Reflektoren üblich ist, kann der diffusen Reflexion ein gerichteter Anteil aufgeprägt werden.

Beispiel 2

**[0081]** Es wird ein Grundschlicker hergestellt, wie anhand Beispiel 1 beschrieben, der zur Herstellung einer Reflektorschicht auf einem Hüllrohr für einen Infrarotstrahler in Form eines sogenannten „Zwillingsrohres" aus Quarzglas eingesetzt wird.

**[0082]** Ein derartiges Zwillingsrohr ist in Fig. 2 schematisch dargestellt. Dieses besteht aus einem im Querschnitt 8-förmigen Hüllrohr **1** aus Quarzglas, das durch einen Mittelsteg **2** in zwei Teilräume **3**, **4** unterteilt ist. Die Teilräume **3**, **4** dienen zur Aufnahme jeweils einer Heizwendel, wobei die elektrischen Anschlüsse über endseitige Quetschungen aus dem Hüllrohr **1** herausgeführt sind (in Fig. 2 nicht dargestellt). Die Hauptabstrahlrichtung des Zwillingsrohres **1** zeigt im Ausführungsbeispiel nach unten und ist durch den Richtungspfeil **5** symbolisiert.

**[0083]** Auf der der Hauptabstrahlrichtung **5** abgewandten Oberseite **6** des Zwillingsrohres **1** soll ein Reflektor ausgebildet werden. Hierzu wird die Oberfläche des Zwillingsrohres **1** mittels Alkohol, und anschließend zur Beseitigung anderer Oberflächenverunreinigungen, insbesondere von Alkali- und Erdalkakali-Verbindungen, in 30%-iger Flusssäure gereinigt.

**[0084]** Danach wird der Grundschlicker auf der Oberseite **6** des Hüllrohres **1** aufgetragen. Hierzu wird das Hüllrohr **1** auf einer Haltevorrichtung montiert und auf der Oberseite **6** wird mittels einer Sprühdüse der leichtflüssige Schlicker aufgesprüht. Der Sprühvorgang wird beendet, sobald eine gleichmäßige Belegung erreicht ist. Der Schlicker trocknet an Luft sehr rasch. Die Schichtdicke der so erzeugten Schlicker-Schicht **7** liegt bei etwa 0,5 mm.

**[0085]** Die Schlicker-Schicht **7** wird daraufhin durch Ruhen an Luft über 6 Stunden langsam getrocknet. Die vollständige Trocknung erfolgt unter Einsatz eines IR-Strahlers an Luft. Die getrocknete Schlicker-Schicht **7** ist rissfrei, und sie hat eine maximale Dicke von etwa 0,4 mm.

**[0086]** Die getrocknete Schlicker-Schicht **7** wird anschließend in einem Sinterofen unter Luftatmosphäre verglast. Das Heizprofil zum Verglasen der Schlicker-Schicht **7** ist in Fig. 3 dargestellt. Es umfasst eine Heizrampe, während der die Schlicker-Schicht **7** von Raumtemperatur innerhalb von einer Stunde auf eine untere Heiztemperatur von 1000°C erhitzt wird. Auf dieser Heiztemperatur wird das Bauteil eine Stunde lang gehalten. Anschließend erfolgt ein langsames Aufheizen während 4 Stunden auf eine Endtemperatur von 1400°C, die zwei Stunden lang gehalten wird. Das Abkühlen erfolgt mit einer Abkühlrampe von 15°C/min auf eine Ofentemperatur von 500°C und danach ungeregelt bei geschlossenem Ofen.

**[0087]** Durch diese Temperaturbehandlung wird die Schlicker-Schicht vollständig gesintert und verfestigt, die resultierende $SiO_2$-Deckschicht **7a** zeigt eine hohe Dichte von etwa 2,15 g/cm$^3$, ist jedoch im Wesentlichen noch opak. Die Opazität zeigt sich dadurch, dass die direkte spektrale Transmission im Wellenlängenbereich zwischen 190 nm und 2650 nm unterhalb von 10% liegt. Dementsprechend ergibt sich ein hoher Reflexionsgrad um 80% im infraroten

Wellenlängenbereich. Das Zwillingsrohr **1** wird für die Herstellung eines Infrarotstrahlers verwendet, wobei sich die darauf erzeugte $SiO_2$-Deckschicht **7a** als Reflektorschicht auch für hohe Temperaturen über 1000°C eignet.

**[0088]** Der Einsatz von Quarzglas-Bauteilen, die mit einem derartigen diffusen Reflektor in Form einer $SiO_2$-Deckschicht versehen sind, ist nicht auf die Lampenherstellung beschränkt. Derartige Reflektoren werden auch als separate Bauteile eingesetzt, beispielsweise für Strahler in Analysesystemen oder für Heizeinrichtungen bei der Solarzellenfertigung.

## Patentansprüche

1. Bauteil mit einer Reflektorschicht, umfassend einen Basiskörper aus Quarzglas, dessen Oberfläche mindestens teilweise mit einer Reflektorschicht belegt ist, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine als diffuser Reflektor wirkende $SiO_2$-Deckschicht (**7a**; **9**) aus mindestens teilweise opakem $SiO_2$ vorgesehen ist.

2. Bauteil nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Deckschicht (**7a**; **9**) in Bezug auf den Basiskörper (**1**; **8**) aus arteigenem Material besteht.

3. Bauteil nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Basiskörper als ein zur Aufnahme eines Leuchtmittels vorgesehener Quarzglas-Hüllkörper (**1**) ausgebildet ist.

4. Bauteil nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Deckschicht (**7a**) auf der dem Leuchtmittel abgewandten Außenseite (**6**) des Quarzglas-Hüllkörpers (**1**) vorgesehen ist.

5. Bauteil nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Deckschicht (**7a**) auf der dem Leuchtmittel zugewandten Innenseite (**6**) des Quarzglas-Hüllkörpers (**1**) vorgesehen ist.

6. Verfahren zur Herstellung eines Quarzglas-Bauteils mit Reflektorschicht, wobei die Oberfläche eines Basiskörpers (**1**; **8**) aus Quarzglas mindestens teilweise mit einer Reflektorschicht (**7a**; **9**) belegt wird, indem ein amorphe $SiO_2$-Teilchen enthaltender Schlicker erzeugt und auf der Oberfläche des Basiskörpers (**1**; **8**) unter Bildung einer Schlicker-Schicht (**7**) aufgebracht und die Schlicker-Schicht (**7**) getrocknet wird, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Teilchen Teilchengrößen im Bereich bis maximal 500 µm aufweisen, wobei $SiO_2$-Teilchen mit Teilchengrößen im Bereich zwischen 1 µm und 50 µm den größten Volumenanteil ausmachen, und dass die Schlicker-Schicht (**7**) unter Bildung einer $SiO_2$-Deckschicht (**7a**, **9**) aus mindestens teilweise opakem Quarzglas verglast wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Teilchen Teilchengrößen im Bereich bis maximal 100 µm aufweisen

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Teilchen durch Nassmahlen von $SiO_2$-Ausgangskörnung hergestellt werden.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberfläche des Basiskörpers (**1**; **8**) vor dem Aufbringen des Schlickers aufgerauht wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Schlicker-Schicht (**7**) auf einer Oberfläche mit einer mittleren Rauhtiefe $R_a$ von mindestens 0,5 µm aufgebracht wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufbringen der Schlicker-Schicht (**7**) durch Tauchen erfolgt.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufbringen der Schlicker-Schicht (**7**) durch Sprühen erfolgt.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht (**7**) durch Erhitzen auf eine Temperatur im Bereich zwischen 1000°C und 1600°C, vorzugsweise zwischen 1100°C und maximal 1400°C, erfolgt.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht (**7**) in einer Wasserstoffatmosphäre erfolgt.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht (**7**) unter Luft erfolgt.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Verglasen der getrockneten Schlicker-Schicht (**7**) mittels einer Brennerflamme erfolgt.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die $SiO_2$-Deckschicht (**7a**, **9**) durch mehrmaliges Durchführen des Verfahrens nach Anspruch 6 sukzessive verstärkt wird.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass dem Schlicker Dotierstoffe in Form von Aluminium, Stickstoff oder Kohlenstoff enthaltenden Verbindungen hinzugefügt werden.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

**Anhängende Zeichnungen**

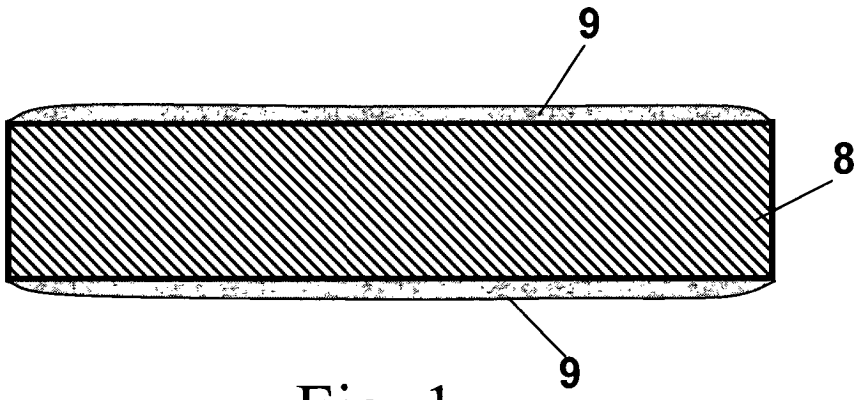



Fig. 1

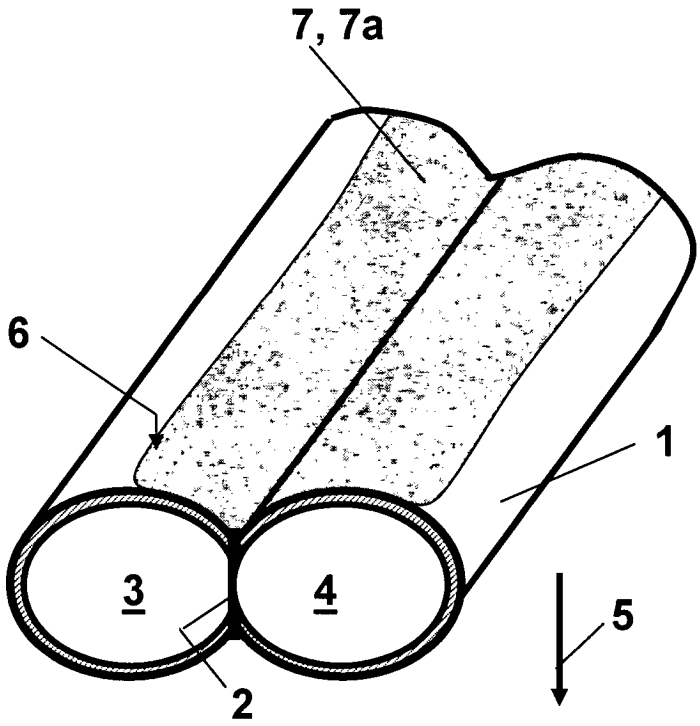



Fig. 2

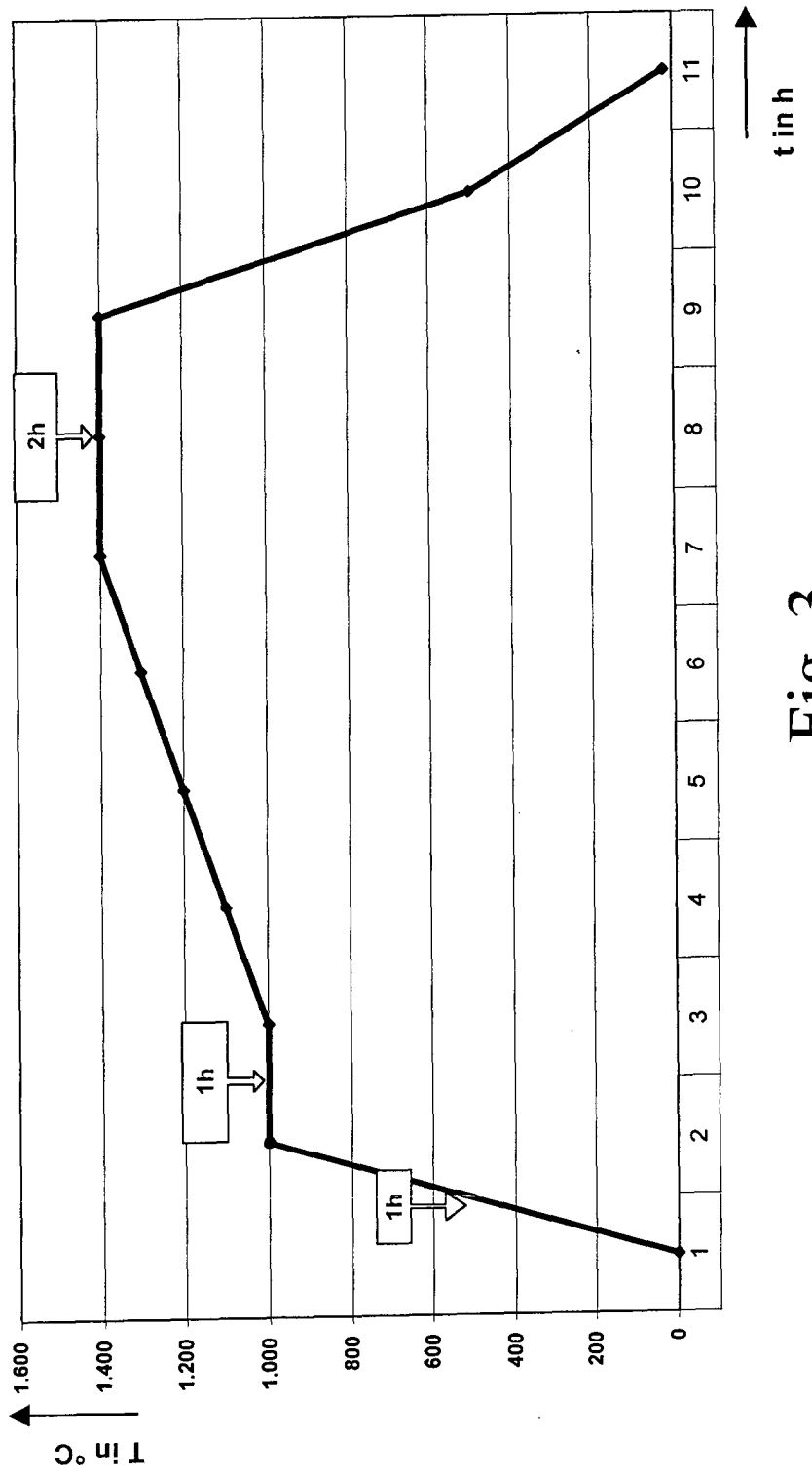

T in °C
1.600
1.400
1.200
1.000
800
600
400
200
0
t in h
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
2h
1h
1h

Fig. 3