(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0094087
(43) 공개일자 2018년08월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03B 20/00 (2006.01) *C03B 19/10* (2006.01)
C03B 37/012 (2006.01) *C03C 1/02* (2006.01)
C03C 3/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C03B 20/00 (2013.01)
C03B 19/1085 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7020257
(22) 출원일자(국제) 2016년12월16일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2018년07월13일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2016/081512
(87) 국제공개번호 WO 2017/103160
국제공개일자 2017년06월22일
(30) 우선권주장
15201093.0 2015년12월18일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
헤레우스 크바르츠글라스 게엠베하 & 컴파니 케이지
독일, 63450 하나우, 크바르츠슈트라쎄 8
(72) 발명자
오터, 마티아스
독일, 59075 함, 레니-슐츠-에버딩-플라츠 2
레흐만, 발터
독일, 04155 라이프치히, 마그데부르크 스트라쎄 25
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
청운특허법인

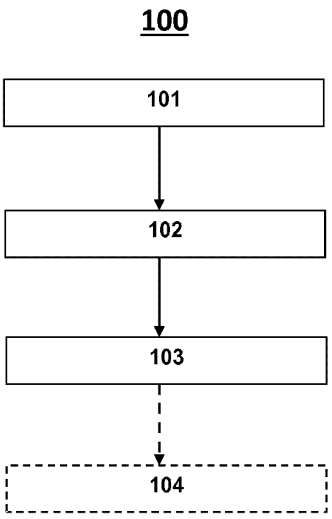
전체 청구항 수 : 총 28 항

(54) 발명의 명칭 **실리카 과립으로부터 실리카 유리 제품의 제조**

(57) 요 약

본 발명은, 공정 단계 i.) 이산화규소 분말로부터 얻을 수 있는 이산화규소 과립을 제공하는 단계, 여기서, 상기 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 큰 입자 크기를 가지며; ii.) 이산화규소 과립으로부터 유리 용융물을 제조하는 단계 및 iii.) 상기 유리 용융물의 적어도 일부로부터 석영 유리체를 제조하는 단계를 포함하며; 여기서, 상기 용융 도가니는, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 가지며; 여기서, 상기 유리 용융물의 적어도 일부는, 용융 도가니의 배출구를 통해 제거되는, 석영 유리체의 제조 공정에 관한 것이다. 본 발명은 이 공정으로 얻을 수 있는 석영 유리체에 더욱 관한 것이다. 본 발명은 석영 유리체의 추가 가공에 의해 각각 얻어질 수 있는 광 가이드, 발광체 및 성형체에 더욱 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C03B 37/01211 (2013.01)
C03C 1/026 (2013.01)
C03C 3/06 (2013.01)
C03B 2201/07 (2013.01)
C03C 2201/02 (2013.01)
C03C 2201/11 (2013.01)
C03C 2201/23 (2013.01)
C03C 2201/32 (2013.01)
Y02P 40/57 (2015.11)
(72) 발명자
휘너만, 마이클
독일, 63755 알체나우, 드로셀베그 19
닐슨, 닐스 크리스티앙
독일, 67307 괼하임, 합스부르크 링 14
위트린, 미르코
독일, 06794 잔더스도르프-브레나, 잔더스도르퍼 스트라쎄 9
빌데, 마르커스
독일, 04849 배드 뒤벤, 비텐베르크 스트라쎄 66 씨

명 세 서

청구범위

청구항 1

i.) 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립을 제공하는 단계:

I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

Ⅱ. 상기 이산화규소 분말을 가공하여 이산화규소 과립을 얻는, 가공 단계, 여기서, 상기 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 큰 입자 크기를 가지며;

ii.) 용융 도가니를 포함하는 오븐에서 이산화규소 과립으로부터 유리 용융물을 제조하는 단계; 및

iii.) 상기 유리 용융물의 적어도 일부로부터 석영 유리체를 제조하는 단계를 포함하며;

여기서, 상기 용융 도가니는, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 포함하며; 및 상기 유리 용융물의 적어도 일부는, 용융 도가니의 배출구로부터 제거되는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 이산화규소 과립은, 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 3

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

단계 Ⅱ.는:

Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

Ⅱ.2. 이산화규소 분말과 액체를 혼합하여, 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 분무-건조하는 단계를 포함하는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 4

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

단계 Ⅱ.3에서 분무-건조하는 단계는, 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 노즐을 통해 분무탑으로 분무시켜 수행되고 및 하기 특색 중 적어도 하나를 특징으로 하는, 석영 유리체의 제조 공정:

a] 분무탑에서 분무 과립화;

b] 노즐에서 40 bar 이하, 예를 들어, 1.3 내지 20 bar, 1.5 내지 18 bar 또는 2 내지 15 bar 또는 4 내지 13 bar, 또는 특히 바람직하게는 5 bar 내지 12 bar의 범위에서 슬러리에 대한 압력의 존재, 여기서, 명시된 압력은 (p = 0 hPa에 대하여) 절대치임;

c] 분무탑에 유입시 10 내지 50℃, 바람직하게는 15 내지 30℃, 특히 바람직하게는 18 내지 25℃의 범위에서 액적의 온도;

d] 100 내지 450℃의 범위, 예를 들어, 250 내지 440℃, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃의 범위에서 분무탑을 향하는 노즐 측의 온도;

e] 0.05 내지 1㎥/h의 범위, 예를 들어, 0.1 내지 0.7㎥/h 또는 0.2 내지 0.5㎥/h의 범위, 특히 바람직하게는 0.25 내지 0.4㎥/h의 범위에서 노즐을 통한 슬러리의 처리량;

f] 슬러리의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.% 범위 또는 55 내지 75 wt.% 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.%의 슬러리의 고체 함량;

g] 10 내지 100kg/min의 범위, 예를 들어, 20 내지 80kg/min 또는 30 내지 70kg/min, 특히 바람직하게는 40 내지 60kg/min의 범위에서 분무탑으로의 가스 유입량;

h] 100 내지 450℃ 범위, 예를 들어, 250 내지 440℃, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃의 범위에서 분무탑에 유입시 가스 흐름의 온도;

i] 170℃ 미만의 분무탑을 배출시 가스 흐름의 온도;

j] 공기, 질소 및 헬륨으로 이루어진 군으로부터 선택되거나, 또는 이들 중 둘 이상의 조합인 가스; 바람직하게는 공기인 가스;

k] 분무 건조에서 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 5 wt.% 미만, 예를 들어, 3 wt.% 미만 또는 1 wt.% 미만 또는 0.01 내지 0.5 wt.%의 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.3 wt.% 범위의 분무탑에서 제거시 과립의 잔류 수분 함량;

l] 1 내지 100초의 범위, 예를 들어, 10 내지 80초, 특히 바람직하게는 25 내지 70초의 기간에 걸친 비행시간을 완성하는, 분무 건조에서 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

m] 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과 또는 50m 초과 또는 70m 초과, 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과 또는 20 내지 200m 또는 10 내지 150m 또는 20 내지 100m, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 비행경로를 커버하는, 분무 건조에서 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

n] 원통형 기하학을 갖는 분무탑;

o] 10m 초과, 예를 들어, 15m 초과 또는 20m 초과 또는 25m 초과 또는 30m 초과 또는 10 내지 25m의 범위, 특히 바람직하게는 15 내지 20m 범위의 분무탑의 높이;

p] 분무탑으로부터 과립을 제거하기 전에 90㎛ 미만의 크기로 입자를 스크리닝;

q] 분무탑으로부터, 바람직하게는 진동 활송장치에서 과립을 제거한 후, 500㎛ 초과의 크기로 입자를 체가름;

r] 수직으로부터 30 내지 60도의 각도에서, 특히 바람직하게는 수직으로부터 45도의 각도에서, 노즐의 슬러리의 액적 출구.

청구항 5

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 분무-건조 단계로부터 얻어진 이산화규소 과립은:

P1. 50 내지 150㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

P2. 150 내지 300㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

P3. 250 내지 620㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90}을 갖는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 6

청구항 1 또는 2에 있어서,

단계 Ⅱ.는:

Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

Ⅱ.2. 이산화규소 분말과 액체를 혼합하여, 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 롤 과립화하는 단계를 포함하는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 7

청구항 6에 있어서,

단계 Ⅱ.3에서 롤 과립화는, 하기 특색 중 적어도 하나를 특징으로 하는, 석영 유리체의 제조 공정:

[a] 과립화는 회전하는 교반 용기에서 수행되고;

[b] 과립화는, 시간에 대하여 슬러리 1kg당 10 내지 150kg의 가스 흐름에서 수행되며;

[c] 주입구 가스 온도는, 40 내지 200℃이고;

[d] 100㎛ 미만 및 500㎛ 초과의 입자 크기를 갖는 과립은 체가름되며;

[e] 형성된 과립은 15 - 30 wt.%의 잔류 수분 함량을 가지며;

[f] 형성된 과립은. 80 내지 250℃로, 바람직하게는 연속 건조 관에서, 특히 바람직하게는 1 wt.% 미만의 잔류 수분 함량으로 건조되다.

청구항 8

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 이산화규소 과립은 하기 특색을 갖는, 석영 유리체의 제조 공정:

A) 23 내지 26° 의 안식각.

청구항 9

청구항 8에 있어서,

상기 이산화규소 과립은 또한 하기 특색 중 적어도 하나를 갖는, 석영 유리체의 제조 공정:

B) 5 초과 내지 50㎡/g의 범위의 BET 표면;

C) 50 내지 500㎛ 범위의 평균 입자 크기;

D) 0.5 내지 1.2 g/㎤ 범위의 벌크 밀도;

E) 50ppm 미만의 탄소 함량;

F) 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

G) 0.7 내지 1.3g/㎤ 범위의 다짐 밀도;

H) 0.1 내지 2.5 mL/g 범위의 기공 부피;

I) 50 내지 150㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

J) 150 내지 300㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

K) 250 내지 620㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90};

여기서, ppm은, 각 경우에서 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한다.

청구항 10

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 슬러리는 하기 특색 중 적어도 하나를 갖는, 석영 유리체의 제조 공정:

a.) 슬러리는 플라스틱 표면과 접촉하여 운반되고;

b.) 슬러리는 전단되며;

c.) 슬러리의 온도는 0℃ 초과이고;

d.) 슬러리는, 7의 pH 값에서, 0 내지 -100 mA 범위, 예를 들어, -20 내지 -60 mA 범위, 특히 바람직하게는 -30 내지 -45 mA의 범위에서 제타 전위를 가지며;

e.) 슬러리는 7 이상의 pH 값, 예를 들어, 7 초과, 또는 7.5 내지 13 또는 8 내지 11의 pH 값, 특히 바람직하게는 8.5 내지 10의 pH 값을 갖고;

f.) 슬러리는 7 미만, 예를 들어, 1 내지 5 범위 또는 2 내지 4 범위, 특히 바람직하게는 3 내지 3.5 범위의 등전점을 가지며;

g.) 슬러리는, 각 경우에서 슬러리의 총 중량에 기초하여, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.% 범위, 또는 55 내지 75 wt.%의 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.%의 고체 함량을 갖고;

h.) 슬러리는, 500 내지 1000 mPas의 범위, 예를 들어, 600 내지 900 mPas의 범위 또는 650 내지 850 mPas 범위, 특히 바람직하게는 700 내지 800 mPas의 범위에서 DIN 53019-1 (5 rpm, 30 wt.%)에 따른 점도를 가지며;

i.) 슬러리는, 3 내지 6의 범위, 예를 들어, 3.5 내지 3.5의 범위, 특히 바람직하게는 4.0 내지 4.5의 범위에서 DIN SPEC 91143-2 (물 내에 30wt.%, 23℃, 5rpm/50rpm)에 따른 요변성을 갖고;

j.) 4 wt.%의 슬러리에서, 슬러리 내에 이산화규소 과립은, 100 내지 500nm의 범위, 예를 들어, 200 내지 300nm의 범위에서 DIN ISO 13320-1에 따라 현탁액에서 평균 입자 크기 갖는다.

청구항 11

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 이산화규소 분말은, 실록산, 실리콘 알콕사이드 및 실리콘 할라이드로 이루어진 군으로부터 선택된 화합물로부터 제조될 수 있는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 12

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 이산화규소 분말은 하기 특색들 중 적어도 하나를 갖는, 석영 유리체의 제조 공정:

a. 20 내지 60㎡/g 범위의 BET 표면적;

b. 0.01 내지 0.3 g/㎤ 범위의 벌크 밀도;

c. 50ppm 미만의 탄소 함량;

d. 200ppm 미만의 염소 함량;

e. 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

f. 5ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 총 함량;

g. 10 내지 100nm 범위에서 일차 입자 크기를 갖는 적어도 70 wt.%의 분말 입자;

h. 0.001 내지 0.3 g/㎤ 범위의 다짐 밀도;

i. 5 wt.% 미만의 잔류 수분 함량;

j. 1 내지 7㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

k. 6 내지 15㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

l. 10 내지 40㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90};

여기서, ppm 및 ppb는, 이산화규소 분말의 총 질량에 각각 기초한다.

청구항 13

전술한 청구항 중 어느 한 항에 있어서,

iv) 석영 유리체로부터 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 제조하는 단계를 포함하는, 석영 유리체의 제조 공정.

청구항 14

[A] 200ppm 미만의 염소 함량;

[B] 200ppb 미만의 알루미늄 함량을 특징으로 하며;

여기서, ppb 및 ppm은 이산화규소 과립 I의 총 중량에 각각 기초하는, 이산화규소 과립 I.

청구항 15

청구항 14에 있어서,

상기 이산화규소 과립 I는, 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는, 이산화규소 과립 I.

청구항 16

I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

Ⅱ.2. 상기 이산화규소 분말을 액체와 혼합하여 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 과립화하여 이산화규소 과립 I을 얻는, 과립화 단계를 포함하는, 이산화규소 과립 I의 제조 공정.

청구항 17

청구항 16에 있어서,

상기 이산화규소 과립 I는, 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는, 이산화규소 과립 I의 제조 공정.

청구항 18

(A) 500ppm 미만의 염소 함량; 및

(B) 200ppb 미만의 알루미늄 함량을 특징으로 하며,

여기서, ppb 및 ppm은, 각 경우에서 이산화규소 과립 Ⅱ의 총 중량에 기초하는, 이산화규소 과립 Ⅱ.

청구항 19

(I) 청구항 13에 따른 이산화규소 과립 I 또는 청구항 14에 따른 공정에 따라 얻을 수 있는 이산화규소 과립 I를 제공하는 단계; 및

(Ⅱ) 단계 (I) 유래의 이산화규소 과립 I을 가공하여 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는, 가공 단계를 포함하는, 이산화규소 과립 Ⅱ의 제조 공정.

청구항 20

청구항 1 내지 13중 어느 한 항에 따른 공정으로 얻을 수 있는 석영 유리체.

청구항 21

청구항 20에 있어서,

A] 500ppm 미만의 OH 함량;

B] 200ppm 미만의 염소 함량; 및

C] 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

D] $5 \cdot 10^{15}/㎤$ 미만의 ODC 함량;

E] 1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

F] $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9 또는 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 12.2 또는 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) =

11.5 범위의 점도 (p=1013 hPa);

G] 석영 유리체의 OH 함량 A]에 기초하여, 10% 이하의 OH 함량의 표준 편차;

H] 석영 유리체의 Cl 함량 B]에 기초하여, 10% 이하의 Cl 함량의 표준 편차;

I] 석영 유리체의 Al 함량 C]에 기초하여, 10% 이하의 Al 함량의 표준 편차;

J] 10^{-4} 미만의 굴절률 균질성;

K] 원통형 형태;

L] 1000ppb 미만의 텅스텐 함량;

M] 1000ppb 미만의 몰리브덴 함량을 적어도 가지며,

여기서, ppb 및 ppm은 석영 유리체의 총 중량에 각각 기초하는, 석영 유리체.

청구항 22

A/ 다음을 제공하는 단계,

A1/ 청구항 13에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체, 또는

A2/ 청구항 20 또는 21중 어느 한 항에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

B/ 상기 적어도 하나의 개구부를 통해 하나 또는 다수의 코어 막대를 단계 A/의 중공체로 도입하여, 전구체를 얻는, 도입 단계;

C/ 상기 전구체를 가온하에 인발하여 하나 이상의 코어 및 재킷 (M1)을 갖는 광 가이드를 얻는, 인발 단계를 포함하는, 광 가이드의 제조 공정.

청구항 23

청구항 22에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 광 가이드.

청구항 24

(i) 다음을 제공하는 단계,

(i-1) 청구항 13에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 중공체; 또는

(i-2) 청구항 20 또는 21중 어느 한 항에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

(ii) 선택적으로 상기 중공체에 전극을 설비하는 단계;

(iii) 단계 (i) 유래의 중공체를 가스로 충전하는 단계를 포함하는, 발광체의 제조 공정.

청구항 25

청구항 24에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 발광체.

청구항 26

(1) 청구항 20 또는 21중 한 항에 따른 석영 유리체를 제공하는 단계; 및

(2) 상기 석영 유리체를 형성하여 성형체를 얻는, 형성 단계를 포함하는, 성형체의 제조 공정.

청구항 27

청구항 26에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 성형체.

청구항 28

광 가이드, 발광체 및 성형체로 이루어진 군으로부터 선택된 생산물 및 석영 유리의 제조에 이산화규소 과립을 사용하는 방법으로서, 여기서, 상기 이산화규소 과립은, 하기 특색을 갖는, 이산화규소 과립의 사용 방법:

A) 200ppm 미만의 염소 함량; 및

B) 200ppb 미만의 알루미늄 함량.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 공정 단계 i.) 이산화규소 분말로부터 얻을 수 있는, 이산화규소 과립 (granulate)을 제공하는 단계, 여기서 상기 이산화규소 과립은, 이산화규소 분말보다 더 큰 입자 크기를 가지며, ii.) 상기 이산화규소 과립으로부터 유리 용융물 (glass melt)을 제조하는 단계, 및 iii.) 상기 유리 용융물의 적어도 일부에서 석영 유리체 (quartz glass body)를 제조하는 단계를 포함하고, 여기서, 용융 도가니는, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 가지며, 여기서, 유리 용융물의 적어도 일부는, 용융 도가니 배출구를 통해 제거되는, 석영 유리체의 제조를 위한 공정에 관한 것이다. 더군다나, 본 발명은 상기 공정에 의해 얻을 수 있는 석영 유리체에 관한 것이다. 더군다나, 본 발명은, 광 가이드 (light guide), 발광체 (illuminant) 및 성형체 (formed body)에 관한 것으로, 이들 각각은 상기 석영 유리체의 추가 가공 단계에 의해 얻을 수 있다.

배 경 기 술

[0002] 석영 유리, 석영 유리 제품 및 석영 유리를 함유하는 제품은, 알려져 있다. 유사하게, 석영 유리 및 석영 유리체의 다양한 제조 공정은 이미 알려져 있다. 그럼에도 불구하고, 더 고순도, 즉, 불순물이 없는 석영 유리를 제조할 수 있는 제조 공정을 찾기 위해 상당한 노력이 여전히 이루어지고 있다. 석영 유리 및 이의 가공된 제품의 많은 적용의 분야에서, 예를 들어, 균질성 및 순도의 관점에서 많은 수요가 있다. 이것은, 그 중에서, 광 가이드 또는 발광체로 가공되는 석영 유리의 경우이다. 여기서, 불순물은 흡수를 일으킬 수 있다. 이는, 방출된 광의 색 변화 및 감쇠를 초래하기 때문에 유해하다. 고순도 석영 유리의 적용의 또 다른 예로는, 반도체의 제작에서 생산 단계이다. 여기서, 유리체의 모든 불순물은, 잠재적으로 반도체에서 결함을 초래할 수 있으며, 및 따라서 제작 공정에서 불량품을 초래할 수 있다. 이들 공정에 사용되는 고순도 석영 유리의 보통의 합성 다양성은, 제조하는 것을 힘들게 한다. 이들은 가치가 있다.

[0003] 더군다나, 전술된 고순도 합성 석영 유리 및 이로부터 유래된 저가의 제품에 대하여, 시장에서 요구가 있다. 따라서, 이전보다 저렴한 가격으로 고순도의 석영 유리를 제공하기 위한 열망이 있다. 이와 관련하여, 원료의 저렴한 공급원뿐만 아니라 더 비용 효율적인 제조 공정 모두는 추구되고 있다.

[0004] 석영 유리체를 제조하기 위한 공지된 공정은, 이산화규소를 용융시키는 단계 및 용융물로부터 석영 유리체를 제조하는 단계를 포함한다. 예를 들어, 기포의 형태로 가스의 함유를 통한, 유리체에서 불규칙성은, 특히 고온에서, 하중하에 유리체의 파손을 초래할 수 있거나, 또는 특정 목적을 위한 이의 사용을 불가능하게 할 수 있다. 석영 유리에 대한 원료에서 불순물은, 석영 유리에서 균열, 기포, 줄무늬 및 변색을 초래할 수 있다.

[0005] 반도체의 제조 및 가공을 위한 공정에 사용되는 경우, 유리체에서 불순물은 또한 처리된 반도체 구성요소로 방출 및 전달될 수 있다. 이것은, 예를 들어, 에칭 공정의 경우이고, 및 반도체 빌릿 (semi-conductor billets)에서 불량을 일으킨다. 알려진 제조 공정과 연관된 흔한 문제는, 따라서, 부적절한 품질의 석영 유리체이다.

[0006] 또 다른 관점은 원료 효율과 관련된다. 부산물로서 다른 곳에서 축적되는, 석영 유리 및 원료를, 예를 들어, 구조물에 충전제로서 이들 부산물을 사용하거나 또는 비용을 들여 쓰레기로 버리는 것보다, 석영 유리 제품을 위한 적합한 산업 공정에 투입하는 것이 유리한 것으로 보인다. 이들 부산물은, 필터에서 미세 먼지 (fine dust)로 종종 분리된다. 미세 먼지는, 특히 건강, 작업 안전 및 취급과 관련하여 더 많은 문제를 야기한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은 현재의 기술 수준에 존재하는 하나 이상의 단점을 적어도 부분적으로 극복하는 데 있다.

[0008] 본 발명의 또 다른 목적은, 긴 수명을 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 특히 상기 용어 구성요소는, 화학적 및/또는 물리적 처리 단계를 위해 반응기에서 사용될 수 있는 장치를 포함하는 것으로

이해되어야 한다.

[0009] 본 발명의 다른 목적은, 기포가 없거나 또는 저 함량의 기포를 갖는 광 가이드, 발광체 및 유리 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은, 높은 투명도를 갖는 광 가이드 및 유리 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0011] 본 발명의 또 다른 목적은, 낮은 불투명도를 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0012] 본 발명의 다른 목적은, 저 감쇠 (attenuation)를 갖는 광 가이드를 제공하는 데 있다.

[0013] 본 발명의 다른 목적은 높은 윤곽 정확도 (contour accuracy)를 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 특히, 본 발명의 목적은, 고온에서 변형되지 않는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 특히, 본 발명의 목적은, 대형 크기로 형성되는 경우에도, 안정한 형태의 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0014] 본 발명의 또 다른 목적은, 내인열성 (tear-proof) 및 내파괴성 (break-proof)인 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0015] 본 발명의 또 다른 목적은 제조에 효율적인 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0016] 본 발명의 다른 목적은 제조에 비용-효율적인 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0017] 본 발명의 또 다른 목적은, 제조시, 예를 들어, 템퍼링 (tempering)과 같은, 긴 추가 공정 단계를 요구하지 않는, 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0018] 본 발명의 다른 목적은, 높은 내열충격성 (high thermal shock resistance)을 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 특히, 본 발명의 목적은, 큰 열적 변동에서 오직 작은 열 팽창을 나타내는 광 가이드, 발광체, 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0019] 본 발명의 다른 목적은, 고경도를 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0020] 본 발명의 또 다른 목적은 고순도 및 이종 원자 (foreign atoms)로의 낮은 오염을 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 용어 이종 원자는, 의도적으로 도입되지 않는 구성분을 의미하는 것으로 사용된다.

[0021] 본 발명의 또 다른 목적은, 저 함량의 도펀트 물질 (dopant materials)을 함유하는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다.

[0022] 본 발명의 다른 목적은 높은 균질성 (homogeneity)를 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 특성 또는 물질의 균질성은, 샘플에서 이 특성 또는 물질의 분포의 균일성 (uniformity)의 척도이다.

[0023] 특히, 본 발명의 목적은, 높은 물질 균질성을 갖는 광 가이드, 발광체 및 구성요소를 제공하는 데 있다. 물질 균질성은, 광 가이드, 발광체 또는 반-도체 장치에 함유된, 원소 및 화합물, 특히 OH, 염소, 금속, 특히 알루미늄, 알칼리 토금속, 내화성 금속 (refractory metals) 및 도펀트 물질의 분포의 균일성의 척도이다.

[0024] 본 발명의 또 다른 목적은, 광 가이드, 발광체 및 석영 유리 구성요소에 사용하기에 적절하고 및 전술된 목적들 중 적어도 하나, 바람직하게는 몇 개를 적어도 부분적으로 해결하는 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0025] 본 발명의 또 다른 목적은, 선형 형태 (linear form)를 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 있다. 특히, 높은 굽힘 반경 (bending radius)을 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 목적이 있다. 특히, 높은 섬유 컬 (fibre curl)을 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 또 다른 목적이 있다.

[0026] 또 다른 목적은, 양이온의 이주 (migration)가 가능한 한 적은 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0027] 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체의 총 길이에 걸쳐 높은 균질성을 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0028] 특히, 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체의 총 길이에 걸쳐 높은 균질성의 굴절률을 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0029] 특히, 본 발명의 또 다른 목적은, 석영 유리체의 총 길이에 걸쳐 높은 균질성의 점도를 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0030] 특히, 본 발명의 또 다른 목적은, 석영 유리체의 총 길이에 걸쳐 높은 물질 균질성을 갖는 석영 유리체를 제공

하는 데 있다.

[0031] 특히, 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체의 총 길이에 걸쳐 높은 광학적 균질성을 갖는 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0032] 본 발명의 또 다른 목적은, 매우 단단한 석영 유리체를 제공하는 데 있다.

[0033] 본 발명의 다른 목적은, 우수한 취급성을 갖는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0034] 본 발명의 다른 목적은, 저 함량의 미세 먼지를 갖는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0035] 본 발명의 또 다른 목적은, 쉽게 저장, 수송 및 운반될 수 있는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0036] 본 발명의 다른 목적은, 기포가 없는 석영 유리체를 형성할 수 있는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다. 본 발명의 또 다른 목적은, 벌크 물질로서 가능한 한 적은 가스 부피를 포함하는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0037] 본 발명의 또 다른 목적은, 개방-기공 (open-pored) 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0038] 본 발명의 또 다른 목적은, 쉽게 취급되는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0039] 본 발명의 또 다른 목적은, 과립 결정립 (grains)이 서로 부착되거나 또는 구워지지 않는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0040] 본 발명의 목적은, 특히, 쉽게 흐르는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0041] 본 발명의 또 다른 목적은, 쉽게 수송될 수 있는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0042] 본 발명의 목적은, 특히, 일정하고 구형인 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0043] 본 발명의 또 다른 목적은, 저장이 쉬운 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0044] 본 발명의 또 다른 목적은, 세정이 쉬운 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0045] 본 발명의 또 다른 목적은, 평형상태로 (isostatically) 가압 및 주조될 수 있는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0046] 본 발명의 또 다른 목적은, 큰 입경을 갖는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0047] 본 발명의 또 다른 목적은, 투명하게 윤이 나는 이산화규소 과립을 제공하는 데 있다.

[0048] 본 발명의 또 다른 목적은, 전술된 목적의 적어도 일부가 적어도 부분적으로 해결되는 석영 유리체를 제조할 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0049] 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체가 좀 더 간단하게 제조될 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0050] 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체가 연속적으로 제조될 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0051] 본 발명의 다른 목적은, 연속 용융 및 형성 공정 (forming process)에 의해 석영 유리체가 제조될 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0052] 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체가 고속으로 형성될 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0053] 본 발명의 다른 목적은, 낮은 불량률로 석영 유리체를 제조할 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0054] 본 발명의 또 다른 목적은, 조립 가능한 (assemblable) 석영 유리체를 제조할 수 있는 공정을 제공하는 데 있다.

[0055] 본 발명의 다른 목적은, 석영 유리체를 제조할 수 있는 자동화된 공정을 제공하는 데 있다.

[0056] 본 발명의 또 다른 목적은, 이산화규소 과립이, 예를 들어, 1000℃ 초과의 온도 처리에 의해, 의도적인 조밀화 단계 (compacting step)에 사전에 적용될 필요 없이 용융 오븐에서 가공될 수 있는 석영 유리체의 제조 공정을 제공하는 데 있다.

[0057] 특히, 본 발명의 목적은, 20㎡/g 이상의 BET 값을 갖는 이산화규소 과립이 용융 오븐에 도입되어, 용융 및 가공되어 석영 유리체를 얻을 수 있는 석영 유리체의 제조 공정을 제공하는 데 있다.

[0058] 또 다른 목적은, 석영 유리체의 가공성 (processability)을 개선하는 데 있다.

[0059] 또 다른 목적은, 석영 유리체의 조립성 (assemblability)을 개선하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0060] 전술한 목적 중 적어도 하나를 적어도 부분적으로 충족시키는 기여는, 독립 청구항에 의해 이루어진다. 종속항은 상기 목적들 중 적어도 하나를 적어도 부분적으로 충족시키는 데 기여하는 바람직한 구체 예를 제공한다.

[0061] |1| 하기 공정 단계를 포함하는 석영 유리체의 제조 공정:

[0062] i.) 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립을 제공하는 단계:

[0063] I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

[0064] Ⅱ. 상기 이산화규소 분말을 가공하여 이산화규소 과립을 얻는, 가공 단계, 여기서, 상기 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 큰 입자 크기를 가지며;

[0065] ii.) 용융 도가니를 포함하는 오븐에서 이산화규소 과립으로부터 유리 용융물을 제조하는 단계; 및

[0066] iii.) 상기 유리 용융물의 적어도 일부로부터 석영 유리체를 제조하는 단계;

[0067] 여기서, 상기 용융 도가니는, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 포함하며; 및 상기 유리 용융물의 적어도 일부는, 용융 도가니의 배출구를 통해 제거된다.

[0068] |2| 구체 예 |1|에 따른 공정에서, 이산화규소 과립은, 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는다.

[0069] |3| 전술된 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 단계 Ⅱ.는 하기 단계를 포함한다:

[0070] Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

[0071] Ⅱ.2. 이산화규소 분말과 액체를 혼합하여, 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

[0072] Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 분무-건조 (spray drying)하는 단계를 포함한다.

[0073] |4| 구체 예 |2|에 따른 공정에서, 단계 Ⅱ.3에서 분무-건조하는 단계는, 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 노즐을 통해 분무탑으로 분무시켜 수행되고 및 하기 특색 중 적어도 하나를 특징으로 한다:

[0074] a] 분무탑 (spray tower)에서의 분무 과립화;

[0075] b] 노즐에서 40 bar 이하, 예를 들어, 1.3 내지 20 bar, 1.5 내지 18 bar 또는 2 내지 15 bar 또는 4 내지 13 bar, 또는 특히 바람직하게는 5 bar 내지 12 bar의 범위에서 슬러리에 대한 압력의 존재, 여기서, 명시된 압력은 (p = 0 hPa에 대하여) 절대치임;

[0076] c] 상기 분무탑에 유입시 10 내지 50℃, 바람직하게는 15 내지 30℃, 특히 바람직하게는 18 내지 25℃ 범위의 액적 (droplets)의 온도;

[0077] d] 100 내지 450℃, 예를 들어, 250 내지 440℃, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃ 범위의 분무탑으로 향하는 노즐 측의 온도;

[0078] e] 0.05 내지 1㎥/h의 범위, 예를 들어, 0.1 내지 0.7㎥/h 또는 0.2 내지 0.5 ㎥/h의 범위, 특히 바람직하게는 0.25 내지 0.4 범위 ㎥/h 범위의 노즐을 통한 슬러리의 처리량;

[0079] f] 슬러리의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.%의 범위 또는 55 내지 75 wt.% 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.% 범위의 슬러리의 고체 함량;

[0080] g] 10 내지 100kg/min의 범위, 예를 들어, 20 내지 80kg/min 또는 30 내지 70kg/min의 범위, 특히 바람직하게는 40 내지 60kg/min의 범위에서 분무탑으로의 가스 유입량 (gas inflow);

[0081] h] 100 내지 450℃의 범위, 예를 들어, 250 내지 440℃의 범위, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃의 범위에서 분무탑으로 유입시 가스 흐름의 온도;

[0082] i] 170℃ 미만의 분무탑의 배출구에서 가스 흐름 온도;

[0083] j] 공기, 질소 및 헬륨으로 이루어진 군으로부터 선택되거나, 또는 이들 중 둘 이상의 조합인 가스; 바람직하게는 공기인 가스;

[0084] k] 각각 경우에서 분무 건조로 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 5 wt.% 미만, 예를 들어, 3 wt.% 미만 또는 1 wt.% 미만 또는 0.01 내지 0.5 wt.%의 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.3 wt.% 범위의 분무탑에서 제거시 과립의 잔류 수분 함량;

[0085] l] 1 내지 100초의 범위, 예를 들어, 10 내지 80초, 특히 바람직하게는 25 내지 70초의 기간에 걸친 비행시간(flight time)을 완성하는, 분무 건조에서 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

[0086] m] 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과 또는 50m 초과 또는 70m 초과, 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과 또는 20 내지 200m 또는 10 내지 150m 또는 20 내지 100m, 특히 바람직하게는 30 내지 80m 범위의 비행경로를 커버하는, 분무 건조에서 얻어진 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

[0087] n] 원통형 기하학을 갖는 분무탑;

[0088] o] 10m 초과, 예를 들어, 15m 초과 또는 20m 초과 또는 25m 초과 또는 30m 초과 또는 10 내지 25m의 범위, 특히 바람직하게는 15 내지 20m 범위의 분무탑의 높이;

[0089] p] 분무탑으로부터 과립을 제거하기 전에 90㎛ 미만의 크기로 입자를 스크리닝 (screening);

[0090] q] 분무탑으로부터, 바람직하게는 진동 활송장치 (vibrating chute)에서 과립을 제거한 후, 500㎛ 초과의 크기로 입자를 체가름 (sieving);

[0091] r] 수직으로부터 30 내지 60도의 각도에서, 특히 바람직하게는 수직으로부터 45도의 각도에서, 노즐의 슬러리의 액적 출구 (exit).

[0092] |5| 전술한 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 상기 분무 건조 단계로부터 얻어진 이산화규소 과립은:

[0093] P1. 50 내지 150㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10}; 및

[0094] P2. 150 내지 300㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50}; 및

[0095] P3. 250 내지 620㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90}을 갖는다.

[0096] |6| 구체 예 |1| 또는 |2| 중 하나에 따른 공정에서, 단계 Ⅱ.는 하기 단계를 포함한다:

[0097] Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

[0098] Ⅱ.2. 이산화규소 분말과 액체를 혼합하여, 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

[0099] Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 롤 과립화 (roll granulating)하는 단계.

[0100] |7| 구체 예 |6|에 따른 공정에서, 단계 Ⅱ.3에서 롤 과립화는, 하기 특색 중 적어도 하나를 특징으로 한다:

[0101] [a] 과립화는 회전하는 교반 용기에서 수행되고;

[0102] [b] 과립화는, 시간에 대하여 슬러리 1kg당 10 내지 150kg의 가스 흐름에서 수행되며;

[0103] [c] 주입구 가스 온도는, 40 내지 200℃이고;

[0104] [d] 100㎛ 미만 및 500㎛ 초과의 입자 크기를 갖는 과립은 체가름되며;

[0105] [e] 형성된 과립은 15 - 30 wt.%의 잔류 수분 함량을 가지며;

[0106] [f] 형성된 과립은. 80 내지 250℃로, 바람직하게는 연속 건조 관에서, 특히 바람직하게는 1 wt.% 미만의 잔류 수분 함량으로 건조되다.

[0107] |8| 전술된 구체 예 중 어느 항에 따른 공정에서, 상기 이산화규소 과립은 하기 특색을 갖는다: A) 23 내지 26° 범위의 안식각 (angle of repose).

[0108] |9| 구체 예 |8|에 따른 공정에서, 상기 이산화규소 과립은 또한 하기의 특색 중 적어도 하나를 갖는다:

[0109] B) 5 초과 내지 50㎡/g 범위의 BET 표면적,

[0110] C) 50 내지 500㎛ 범위의 평균 입자 크기;

[0111] D) 0.5 내지 1.2 g/㎤ 범위의 벌크 밀도;

[0112] E) 50ppm 미만의 탄소 함량;

[0113] F) 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0114] G) 0.7 내지 1.3g/㎤ 범위의 다짐 밀도;

[0115] H) 0.1 내지 2.5 mL/g 범위의 기공 부피;

[0116] I) 50 내지 150㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

[0117] J) 150 내지 300㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

[0118] K) 250 내지 620㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90};

[0119] 여기서, ppm은, 각 경우에서 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한다.

[0120] |10| 전술된 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 상기 슬러리는 하기 특색 중 적어도 하나를 갖는다:

[0121] a.) 슬러리는 플라스틱 표면과 접촉하여 운반되고;

[0122] b.) 슬러리는 전단되며 (sheared);

[0123] c.) 슬러리의 온도는 0℃ 초과이고;

[0124] d.) 슬러리는, 7의 pH 값에서, 0 내지 -100 mA 범위, 예를 들어, -20 내지 -60 mA 범위, 특히 바람직하게는 -30 내지 -45 mA의 범위에서 제타 전위를 가지며;

[0125] e.) 슬러리는 7 이상의 pH 값, 예를 들어, 7 초과, 또는 7.5 내지 13 또는 8 내지 11의 pH 값, 특히 바람직하게는 8.5 내지 10의 pH 값을 갖고;

[0126] f.) 슬러리는 7 미만, 예를 들어, 1 내지 5 범위 또는 2 내지 4 범위, 특히 바람직하게는 3 내지 3.5 범위의 등전점을 가지며;

[0127] g.) 슬러리는, 각 경우에서 슬러리의 총 중량에 기초하여, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.% 범위, 또는 55 내지 75 wt.%의 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.%의 고체 함량을 갖고;

[0128] h.) 슬러리는, 500 내지 1000 mPas의 범위, 예를 들어, 600 내지 900 mPas의 범위 또는 650 내지 850 mPas 범위, 특히 바람직하게는 700 내지 800 mPas의 범위에서 DIN 53019-1 (5 rpm, 30 wt.%)에 따른 점도를 가지며;

[0129] i.) 슬러리는, 3 내지 6의 범위, 예를 들어, 3.5 내지 3.5의 범위, 특히 바람직하게는 4.0 내지 4.5의 범위에서 DIN SPEC 91143-2 (물 내에 30wt.%, 23℃, 5rpm/50rpm)에 따른 요변성을 갖고;

[0130] j.) 4 wt.%의 슬러리에서, 슬러리 내에 이산화규소 과립은, 100 내지 500nm의 범위, 예를 들어, 200 내지 300nm의 범위에서 DIN ISO 13320-1에 따라 현탁액에서 평균 입자 크기 갖는다.

[0131] |11| 전술된 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 상기 이산화규소 분말은, 실록산, 실리콘 알콕사이드 및 실리콘 할라이드로 이루어진 군으로부터 선택된 화합물로부터 제조될 수 있다.

[0132] |12| 전술된 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 상기 이산화규소 분말은, 하기 특색 중 적어도 하나를 갖는다:

[0133] c. 20 내지 60㎡/g 범위의 BET 표면적;

[0134] d. 0.01 내지 0.3 g/㎤ 범위의 벌크 밀도;

[0135] e. 200ppm 미만의 염소 함량;

[0136] f. 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0137] g. 5ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 총 함량;

[0138] h. 10 내지 100nm 범위의 일차 입자 크기를 갖는 분말 입자의 적어도 70 wt.%;

[0139] i. 0.001 내지 0.3 g/㎤ 범위의 다짐 밀도;

[0140] j. 5 wt.% 미만의 잔류 수분 함량;

[0141] k. 1 내지 7㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

[0142] l. 6 내지 15㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

[0143] m. 10 내지 40㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90};

[0144] 여기서, ppm 및 ppb는, 이산화규소 분말의 총 중량에 각각 기초한다.

[0145] |13| 전술된 구체 예 중 어느 하나에 따른 공정에서, 상기 공정은:

[0146] iv.) 석영 유리체에서 적어도 하나의 개구부 (opening)를 갖는 중공체 (hollow body)를 제조하는 단계를 포함한다.

[0147] |14| 하기 특색을 특징으로 하는 이산화규소 과립 I:

[0148] [A] 200ppm 미만의 염소 함량;

[0149] [B] 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0150] 여기서, ppb 및 ppm은 이산화규소 과립 I의 총 중량에 각각 기초한다.

[0151] |15| 구체 예 |14|에 따른 이산화규소 과립 I에서, 상기 이산화규소 과립 I은 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}를 갖는다.

[0152] |16| 하기 공정 단계를 포함하는, 이산화규소 과립 I을 제조하기 위한 공정:

[0153] I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

[0154] Ⅱ.1. 액체를 제공하는 단계;

[0155] Ⅱ.2. 상기 이산화규소 분말을 액체와 혼합하여 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

[0156] Ⅱ.3. 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 과립화하여 이산화규소 과립 I을 얻는, 과립화 단계.

[0157] |17| 구체 예 |16|에 따른 공정에서, 상기 이산화규소 과립 I은, 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}를 갖는다.

[0158] |18| 하기 특색을 특징으로 하는 이산화규소 과립 Ⅱ:

[0159] (A) 500ppm 미만의 염소 함량; 및

[0160] (B) 200ppb 미만의 알루미늄 함량,

[0161] 여기서, ppb 및 ppm은, 각 경우에서 이산화규소 과립 Ⅱ의 총 중량에 기초한다.

[0162] |19| 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립 Ⅱ를 제조하기 위한 공정:

[0163] (I) 구체 예 |13|에 따른 이산화규소 과립 I 또는 구체 예 |14|에 따른 공정에 따라 얻을 수 있는 이산화규소 과립 I를 제공하는 단계; 및

[0164] (Ⅱ) 단계 (I) 유래의 이산화규소 과립 I을 가공하여 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는, 가공 단계.

[0165] |20| 구체 예 |1| 내지 |13| 중 하나에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 석영 유리체.

[0166] |21| 구체 예 |20|에 따른 석영 유리체에서, 상기 석영 유리체는 하기 특색 중 적어도 하나를 갖는다:

[0167] A] 500ppm 미만의 OH 함량;

[0168] B] 200ppm 미만의 염소 함량;

[0169] C] 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0170] D] $5 \cdot 10^{15}$/㎤ 미만의 ODC 함량;

[0171] E] 1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0172] F] $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9 또는 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 12.2 또는 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 11.5 범위의 점도 (p=1013 hPa);

[0173] G] 석영 유리체의 OH 함량 A]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 OH 함량의 표준 편차;

[0174] H] 석영 유리체의 Cl 함량 B]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 Cl 함량의 표준 편차;

[0175] I] 석영 유리체의 Al 함량 C]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 Al 함량의 표준 편차;

[0176] J] 10^{-4} 미만의 굴절률 균질성;

[0177] K] 원통형 형태;

[0178] L] 1000ppb 미만의 텅스텐 함량;

[0179] M] 1000ppb 미만의 몰리브덴 함량,

[0180] 여기서, ppb 및 ppm은 석영 유리체의 총 중량에 각각 기초한다.

[0181] |22| 하기 단계들을 포함하는, 광 가이드의 제조 공정:

[0182] A/ 다음을 제공하는 단계,

[0183] A1/ 구체 예 |13|에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체, 또는

[0184] A2/ 구체 예 |20| 또는 |21| 중 어느 한 항에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

[0185] B/ 상기 적어도 하나의 개구부를 통해 하나 또는 다수의 코어 막대 (core rods)를 단계 A/의 중공체로 도입하여, 전구체를 얻는, 도입 단계;

[0186] C/ 상기 전구체를 가온하에 인발하여 하나 이상의 코어 및 재킷 (jacket) (M1)을 갖는 광 가이드를 얻는, 인발 단계.

[0187] |23| 구체 예 |22|에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 광 가이드.

[0188] |24| 하기 단계를 포함하는 발광체의 제조 공정:

[0189] (i) 다음을 제공하는 단계,

[0190] (i-1) 구체 예 |13|에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 중공체; 또는

[0191] (i-2) 구체 예 |20| 또는 |21| 중 어느 한 항에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

[0192] (ii) 선택적으로 상기 중공체에 전극을 설비하는 단계;

[0193] (iii) 단계 (i) 유래의 중공체를 가스로 충전하는 단계.

[0194] |25| 구체 예 |24|에 따fms 공정에 의해 얻을 수 있는 발광체.

[0195] |26| 하기 단계를 포함하는 성형체의 제조 공정:

[0196] (1) 구체 예 |20| 또는 |21| 중 어느 하나에 따른 석영 유리체를 제공하는 단계;

[0197] (2) 상기 석영 유리체를 형성하여 성형체를 얻는, 형성 단계.

[0198] |27| 구체 예 |26|에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 성형체.

[0199] |28| 석영 유리체 및 이들로부터 제조될 수 있는 생산물의 순도, 투명성 및 균질성을 개선하기 위해 이산화규소 분말을 사용하는 방법으로서, 여기서 상기 이산화규소 과립은 하기 특색을 갖는다:

[0200] a. 200ppm 미만의 염소 함량,

[0201] b. 200ppb 미만의 알루미늄 함량, 여기서 ppb 및 ppm은 각 경우에 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한다.

[0202] |29| 광 가이드, 발광체, 램프 및 성형체로 이루어진 군으로부터 선택된 생산물의 제조를 위해 이산화규소 과립을 사용하는 방법으로서, 여기서 상기 이산화규소 과립은, 하기 특색을 갖는다:

[0203] P1. 200ppm 미만의 염소 함량; 및

[0204] P2. 200ppb 미만의 알루미늄 함량, 여기서, ppb 및 ppm은 각 경우에 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한다.

[0205] 본 명세서에서, 개시된 범위는 또한 경계 값을 포함한다. 따라서, 파라미터 A와 관련하여 "X 내지 Y의 범위의" 형식의 개시는, A가 값 X, Y 및 X 내지 Y의 값을 취할 수 있는 것으로 의미한다. 파라미터 A에 대해 형식 "최대 Y"의 일 측에 한정된 범위는, 값 Y 및 Y보다 작은 값에 상응하는 것을 의미한다.

도면의 간단한 설명

[0206] 도 1은, (석영 유리체의 제조 공정) 흐름도이다.

도 2는, (이산화규소 과립 I의 제조 공정) 흐름도이다.

도 3은, (이산화규소 과립 Ⅱ의 제조 공정) 흐름도이다.

도 4는, (광 가이드의 제조 공정) 흐름도이다.

도 5는, (발광체의 제조 공정) 흐름도이다.

도 6은, 오븐 내에 행잉 도가니 (hanging crucible)의 개략도에다.

도 7은, 오븐 내에 스탠딩 도가니 (standing crucible)의 개략도이다.

도 8은, 플러싱 링 (flushing ring)을 갖는 도가니의 개략도이다.

도 9는, 분무탑의 개략도이다.

도 10은, 광 가이드의 단면의 개략도이다.

도 11은, 광 가이드의 개략도이다.

도 12는, 이슬점 (dew point) 측정 장치를 갖는 도가니의 개략도이다.

도 13은, 가스압 소결 오븐 (GDS 오븐)의 개략도이다.

도 14는, (성형체의 제조 공정) 흐름도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0207] 본 발명의 제1 관점은, 하기 공정 단계를 포함하는, 석영 유리체의 제조 공정이다:

[0208] i.) 하기 공정 단계를 포함하는, 이산화규소 과립을 제공하는 단계:

[0209] I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

[0210] Ⅱ. 상기 이산화규소 분말을 가공하여 이산화규소 과립을 얻는, 가공 단계, 여기서, 상기 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 큰 입경을 가지며;

[0211] ii.) 용융 도가니를 함유하는 오븐에서 이산화규소 과립으로부터 유리 용융물을 제조하는 단계; 및

[0212] iii.) 유리 용융물의 적어도 일부로부터 석영 유리체를 제조하는 단계;

[0213] 여기서, 용융 도가니는, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 함유하고, 및 여기서, 유리 용융물의 적어도 일부는, 용융 도가니의 배출구로부터 취해진다.

[0214] 바람직한 구현 예에 따르면, 이산화규소 과립은 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는다.

[0215] 전술된 입자 크기 분포의 이산화규소 과립은, 본 발명에 따르면, 석영 유리를 특히 산업적 규모로 얻도록 가공될 수 있다. 특히 작은 입자 크기를 갖는 다량의 과립을 갖는 이산화규소 과립은, 질적으로 가치 있는 석영 유리의 생산에서 단점이 있다. 이러한 과립은, 정전하가 일어나기 쉽고 및 컨베이어 벨트 (conveyer belt) 또는

로터리 킬른 (rotary kiln)의 벽에 붙어있어, 과립 수송을 방해하거나 또는 심지어 스톨링 (stalling)으로 이어질 수 있다. 부가적으로, 이러한 과립은 더 많은 수분을 운반한다. 용융 오븐에서, 작은 입자 크기를 갖는 이산화규소 과립은, 더 큰 입자보다 더 높은 소결 활동도 (sinter activity)를 갖는다. 용융 오븐에서 작은 입자 크기를 갖는 이산화규소 과립의 높은 비율로 이산화규소 과립의 용융에서, 유리 용융물에 대해 크러스트 (crusts)의 형성은 관찰된다.

[0216] 특별히 큰 입자 크기를 갖는 과립의 큰 비율로 이산화규소 과립은, 또한 용융 도가니에서 불균일하게 용융된다. 더욱이, 이러한 과립으로부터 형성된 석영 유리에서, 불순물은, 성공적으로 추출되지 않고 및 더 많은 함유물 (inclusions) 및 큰 기포가 형성되는 경향이 있다. 부가적으로, 분무 과립화의 경우에서, 생산 공정은, 특별히 높은 분무탑이 특별히 큰 입자 크기에 대해 요구되기 때문에 비경제적이다.

[0217] 단계 i)

[0218] 본 발명에 따르면, 본 발명의 제1 관점은, 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립을 제공하는 단계를 포함한다:

[0219] I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계; 및

[0220] Ⅱ. 상기 이산화규소 분말을 가공하여 이산화규소 과립을 얻는, 가공 단계, 여기서, 상기 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 큰 입경을 갖는다.

[0221] 분말은 1 내지 100㎚ 미만의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는 건조 고체 물질의 입자를 의미한다.

[0222] 이산화규소 과립은 이산화규소 분말을 과립화에 의해 얻어질 수 있다. 이산화규소 과립은 일반적으로 3㎡/g 이상의 BET 표면적 및 1.5 g/㎤ 미만의 밀도를 갖는다. 과립화는 분말 입자를 미소체로 변형시키는 것을 의미한다. 과립화 동안, 다수의 이산화규소 분말 입자의 클러스터, 즉, 더 큰 응집체는, "이산화규소 미소체"로 지칭되는 것을 형성한다. 이들은 종종 "이산화규소 과립 입자" 또는 "과립 입자"로도 불린다. 집합적으로, 미소체는 과립을 형성하는데, 예를 들어, 이산화규소 미소체는 "이산화규소 과립"을 형성한다. 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 더 큰 입경을 갖는다.

[0223] 분말을 과립으로 변형시키기 위한, 과립화 과정은, 이하 좀 더 상세히 기재될 것이다.

[0224] 본 맥락에서 이산화규소 결정립 (grain)은, 이산화규소 몸체, 특히 석영 유리체의 크기를 감소시켜 얻을 수 있는 이산화규소 입자를 의미한다. 이산화규소 결정립은, 일반적으로 1.2g/㎤ 이상, 예를 들어, 1.2 내지 2.2g/㎤의 범위, 및 특히 바람직하게는 약 2.2g/㎤의 밀도를 갖는다. 더군다나, 이산화규소 결정립의 BET 표면적은, 일반적으로 DIN ISO 9277:2014-01에 따라 결정되어, 1㎡/g 미만인 것이 바람직하다.

[0225] 원칙적으로, 당업자에 의해 적절한 것으로 고려되는 모든 이산화규소 입자는, 선택될 수 있다. 바람직하게는 이산화규소 과립 및 이산화규소 결정립이다.

[0226] 입경 또는 입자 크기는, 식 $x_{Ai} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}}$ 에 따라 "면적 등가 원형 직경 (x_{Ai})"으로 제공되는, 입자의 직경을 의미하고, 여기서 Ai는 이미지 분석에 의한 관찰된 입자의 표면적을 나타낸다. 측정을 위한 적절한 방법은, 예를 들어, ISO 13322-1:2014 또는 ISO 13322-2:2009이다. "더 큰 입경"과 같은 비교 개시는, 항상 비교될 값이 동일한 방법으로 측정된다는 것을 의미한다.

[0227] 이산화규소 분말

[0228] 본 발명의 맥락에서, 원칙적으로, 자연적으로 발생하거나 또는 합성으로 제조된 이산화규소로부터 이산화규소 분말을 얻는 것은 가능하다. 바람직하게는, 합성 이산화규소 분말은 사용된다. 특히 바람직하게는, 발열성으로 (pyrogenically) 생산된 이산화규소 분말은 사용된다.

[0229] 이산화규소 분말은, 적어도 2개의 입자를 갖는 임의의 이산화규소 분말일 수 있다. 제조 공정으로서, 당업자가 당 업계에서 널리 보급되고 적절한 것으로 고려되는 임의의 공정은, 사용될 수 있다.

[0230] 본 발명의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 분말은, 석영 유리의 제조시, 특히 소위 "수트 몸체 (soot bodies)"의 제조시 부산물로서 생성된다. 이러한 공급원 유래의 이산화규소는, 종종 "수트 먼지 (soot dust)"라고도 불린다.

[0231] 규소 분말의 바람직한 공급원은, 화염 가수분해 버너 (flame hydrolysis burners)의 적용에 의한 수트 몸체의

합성 제조로부터 얻어지는 이산화규소 입자이다. 수트 몸체의 제조에서, 원통형 재킷 표면 (cylinder jacket surface)을 갖는 회전 캐리어 튜브 (rotating carrier tube)는 한 줄로 늘어선 버너를 따라 전후로 이동된다. 화염 가수분해 버너는, 이산화규소 일차 입자를 제조하기 위하여 원료뿐만 아니라 버너 가스로서 산소 및 수소가 공급될 수 있다. 이산화규소 일차 입자는, 바람직하게는 100㎚까지의 일차 입자 크기를 갖는다. 화염 가수분해에 의해 생성된 이산화규소 일차 입자는, 약 9㎛ (DIN ISO 13320:2009-1)의 입자 크기를 갖는 이산화규소 입자를 형성하기 위해 결집 또는 응집된다. 이산화규소 입자에서, 이산화규소 일차 입자는, 주사 전자 현미경으로 이들의 형태가 식별 가능하며, 및 상기 일차 입자 크기는, 측정될 수 있다. 이산화규소 입자의 일부는, 캐리어 튜브의 길이방향 축을 중심으로 회전하는 캐리어 튜브의 원통형 재킷 표면상에 침착된다. 이러한 방식에서, 수트 몸체는 층층으로 형성된다. 이산화규소 입자의 또 다른 부분은, 캐리어 튜브의 원통형 재킷 표면상에 침착되지 않고, 오히려 이들은, 예를 들어, 필터 시스템 (filter system)에서, 먼지로서 축적된다. 이러한 이산화규소 입자의 다른 부분은, 종종 "수트 먼지"로도 불리는, 이산화규소 분말을 구성한다. 일반적으로, 캐리어 튜브 상에 침착된 이산화규소 입자의 일부는, 이산화규소 입자의 총 중량에 기초하여, 수트 몸체 제조의 상황에서 수트 먼지로서 축적되는 이산화규소 입자의 부분보다 많다.

[0232] 요즘, 수트 먼지는, 일반적으로 낭비적이고 비용이 많이 드는 방식으로 폐기되거나, 또는 부가 가치가 없는, 예를 들어, 도로 건설에서, 충전 물질로서, 염료 산업에서의 첨가제로서, 건설 기초의 복원에 사용되는, 헥사플루오로 규산의 제조 및 타일 산업을 위한 원료로서 사용된다. 본 발명의 경우에서, 이는 적절한 원료이고, 및 고-품질 제품을 얻기 위해 가공될 수 있다.

[0233] 화염 가수분해에 의해 제조된 이산화규소는, 보통 발열성 이산화규소로 불린다. 발열성 이산화규소는, 일반적으로 비결정질 이산화규소 일차 입자 또는 이산화규소 입자 형태로 이용 가능하다.

[0234] 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 분말은, 가스 혼합물에서 화염 가수분해에 의해 제조될 수 있다. 이 경우에, 이산화규소 입자는 또한 화염 가수분해에 생성되고, 및 결집 또는 응집 형성 전에 제거된다. 여기서, 이전에 수트 먼지로 언급된, 이산화규소 분말은, 주된 생성물이다.

[0235] 이산화규소 분말을 생성하기 위한 적절한 원료는, 바람직하게는 실록산, 실리콘 알콕사이드 및 무기 규소 화합물이다. 실록산은, 선형 및 환형 폴리알킬실록산을 의미한다. 바람직하게는, 폴리알킬실록산은 하기 화학식 1을 가지며,

[0236] [화학식 1]

[0237] $Si_pO_pR_{2p}$,

[0238] 여기서, p는 적어도 2, 바람직하게는 2 내지 10, 특히 바람직하게는 3 내지 5의 정수이고, 및

[0239] R은 1 내지 8의 C-원자, 바람직하게는 1 내지 4의 C-원자를 갖는 알킬기, 특히 바람직하게는 메틸기이다.

[0240] 특히 바람직하게는, 헥사메틸디실록산, 헥사메틸시클로트리실록산 (D3), 옥타메틸시클로테트라실록산 (D4) 및 데카메틸시클로펜타실록산 (D5) 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 실록산이다. 실록산이 D3, D4 및 D5를 포함하는 경우, 그러면, D4는 주성분인 것이 바람직하다. 주성분은, 이산화규소 분말의 총 양에 기초한 각 경우에, 바람직하게는 적어도 70 wt.%, 바람직하게는 적어도 80 wt.%, 예를 들어, 적어도 90 wt.% 또는 적어도 94 wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 98 wt.%의 양으로 존재한다. 바람직한 실리콘 알콕사이드는, 테트라메톡시실란 및 메틸트리메톡시실란이다. 이산화규소 분말의 원료로서 바람직한 무기 규소 화합물은, 실리콘 할라이드, 실리케이트, 탄화규소 및 질화규소이다. 이산화규소 분말의 원료로서 특히 바람직한 무기 규소 화합물은, 사염화규소 및 트리클로로실란이다.

[0241] 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 분말은 실록산, 실리콘 알콕사이드 및 실리콘 할라이드로 이루어진 군으로부터 선택된 화합물로부터 제조될 수 있다.

[0242] 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 헥사메틸디실록산, 헥사메틸시클로트리실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸시클로펜타실록산, 테트라메톡시실란, 메틸트리메톡시실란, 사염화규소 및 트리클로로실란 또는 이들 중 둘 이상의 조합, 예를 들어, 사염화규소 및 옥타메틸시클로테트라실록산으로 이루어진 군으로부터 선택된 화합물로부터 제조될 수 있으며, 특히 바람직하게는 옥타메틸시클로테트라실록산이다.

[0243] 화염 가수분해에 의해 사염화규소로부터 이산화규소를 만들기 위해, 다양한 파라미터는 중요하다. 적절한 가스 혼합물의 바람직한 조성물은, 25 내지 40 vol.% 범위의 화염 가수분해에서 산소 함량을 포함한다. 수소 함량은

45 내지 60 vol.%의 범위일 수 있다. 사염화규소의 함량은, 바람직하게는 5 내지 30 vol.%이고, 전술된 모든 vol.%는, 가스 흐름의 총 부피에 기초한다. 더욱 바람직하게는, 산소, 수소 및 $SiCl_4$에 대한 전술된 부피 비의 조합이다. 화염 가수분해에서 화염은, 바람직하게는 1500 내지 2500℃의 범위, 예를 들어, 1600 내지 2400℃의 범위, 특히 바람직하게는 1700 내지 2300℃의 범위에서 온도를 갖는다. 바람직하게는, 화염 가수분해에서 생성된 이산화규소 일차 입자는, 결집 또는 응집 형성 전에 이산화규소 분말로 제거된다.

[0244] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 분말은, 하기 특색을 갖는다:

[0245] a. 20 내지 60㎡/g의 범위, 예를 들어, 25 내지 55㎡/g, 또는 30 내지 50㎡/g, 특히 바람직하게는 20 내지 40 ㎡/g의 BET 표면적; 및

[0246] b. 0.01 내지 0.3 g/㎤, 예를 들어, 0.02 내지 0.2 g/㎤, 바람직하게는 0.03 내지 0.15 g/㎤, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 0.2 g/㎤, 또는 0.05 내지 0.1 g/㎤ 범위의 벌크 밀도.

[0247] 이산화규소 분말은 바람직하게는 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 2 개 또는 적어도 3개 또는 적어도 4개, 특히 바람직하게는 적어도 다섯 개 이하의 특색을 갖는다:

[0248] c. 50ppm 미만, 예를 들어, 40ppm 미만 또는 30ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 20ppm의 탄소 함량;

[0249] d. 200ppm 미만, 예를 들어, 150ppm 미만 또는 100ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 80ppm의 염소 함량;

[0250] e. 200ppb 미만, 예를 들어, 1 내지 100ppb, 특히 바람직하게는 1 내지 80ppb 범위의 알루미늄 함량;

[0251] f. 5ppm 미만, 예를 들어, 2ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 1ppm의 알루미늄과 다른 금속의 총 함량;

[0252] g. 10 내지 100nm 미만, 예를 들어, 15 내지 100nm 미만, 특히 바람직하게는 20 내지 100nm 미만의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는 적어도 70wt.%의 분말 입자;

[0253] h. 0.001 내지 0.3 g/㎤의 범위, 예를 들어, 0.002 내지 0.2 g/㎤ 또는 0.005 내지 0.1 g/㎤, 바람직하게는 0.01 내지 0.06 g/㎤ 범위, 및 바람직하게는 0.1 내지 0.2 g/㎤ 범위 또는 0.15 내지 0.2 g/㎤ 범위의 다짐 밀도;

[0254] i. 5 wt.% 미만, 예를 들어, 0.25 내지 3 wt.% 범위, 특히 바람직하게는 0.5 내지 2 wt.% 범위의 잔류 수분 함량;

[0255] j. 1 내지 7㎛ 범위, 예를 들어, 2 내지 6㎛ 범위 또는 3 내지 5㎛ 범위, 특히 바람직하게는 3.5 내지 4.5㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{10};

[0256] k. 6 내지 15㎛ 범위, 예를 들어, 7 내지 13㎛ 범위 또는 8 내지 11㎛ 범위, 특히 바람직하게는 8.5 내지 10.5 ㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{50};

[0257] l. 10 내지 40㎛ 범위, 예를 들어, 15 내지 35㎛ 범위, 특히 바람직하게는 20 내지 30㎛ 범위의 입자 크기 분포 D_{90};

[0258] 여기서, wt.%, ppm 및 ppb는 이산화규소 분말의 총 중량에 각각 기초한다.

[0259] 이산화규소 분말은, 이산화규소를 함유한다. 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 이산화규소 분말의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 95wt.% 초과, 예를 들어, 98wt.% 초과, 또는 99wt.% 초과, 또는 99.9 wt.% 초과의 이산화규소의 비율을 함유한다. 특히 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 이산화규소 분말의 총 중량에 기초하여, 99.99 wt.% 초과의 이산화규소의 비율을 함유한다.

[0260] 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 이산화규소 분말의 총 중량에 기초하여, 5ppm 미만, 예를 들어, 2ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량을 갖는다. 종종, 그러나, 이산화규소 분말은 적어도 1ppb의 알루미늄과 다른 금속 함량을 갖는다. 이러한 금속은, 예를 들어, 나트륨, 리튬, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 게르마늄, 구리, 몰리브덴, 텅스텐, 티타늄, 철 및 크롬이다. 이들은, 예를 들어, 원소 형태, 이온으로, 또는 분자 또는 이온 또는 복합물의 일부로서 존재할 수 있다.

[0261] 바람직하게는, 이산화규소 분말은 30ppm 미만, 예를 들어, 20ppm 미만, 특히 바람직하게는 15ppm 미만의 추가 구성분의 총 함량을 가지며, ppm은 각 경우에서 이산화규소 분말의 총 중량에 기초한다. 종종, 그러나, 이산화규소 분말은 적어도 1ppb의 추가 구성분의 함량을 갖는다. 추가 구성분은 하기 그룹: 이산화규소, 염소, 알루미

늄, OH-기에 속하지 않는 이산화규소 분말의 모든 구성분을 의미한다.

[0262] 본 맥락에서, 구성분에 대한 언급은, 상기 구성분이 화학적 원소인 경우, 원소로 또는 이온으로 또는 화합물 또는 염으로 존재할 수 있음을 의미한다. 예를 들어, 용어 "알루미늄"은, 금속 알루미늄에 부가하여, 또한 알루미늄 염, 알루미늄 산화물 및 알루미늄 금속 복합물을 포함한다. 예를 들어, 용어 "염소"는, 원소 염소에 부가하여, 염화나트륨 및 염화수소와 같은 염화물을 포함한다. 종종, 추가 구성분은, 이들이 함유된 물질과 동일한 결집 상태로 존재한다.

[0263] 본 맥락에서, 구성분이 화학적 화합물 또는 작용기인 경우, 구성분에 대한 언급은, 상기 구성분이 하전된 화학적 화합물로 또는 상기 화학적 화합물의 유도체로, 개시된 형태로 존재할 수 있다는 것을 의미한다. 예를 들어, 화학 물질 에탄올에 대한 언급은, 에탄올에 부가하여, 또한 에탄올레이트, 예를 들어, 나트륨 에탄올레이트(sodium ethanolate)를 포함한다. "OH-기"에 대한 언급은 또한 실라놀, 물 및 금속 수산화물을 포함한다. 예를 들어, 아세트산의 문맥에서 유도체에 대한 언급은, 또한 아세트산 에스테르 및 아세트산 무수물을 포함한다.

[0264] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 70%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm의 범위, 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다. 일차 입자 크기는, ISO 13320:2009-10에 따른 동적 광 산란 (dynamic light scattering)에 의해 측정된다.

[0265] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 75%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm 범위, 및 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0266] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 80%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm, 및 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0267] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 85%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm, 및 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0268] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 90%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm, 및 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0269] 바람직하게는, 분말 입자의 수에 기초하여, 이산화규소 분말의 분말 입자의 적어도 95%는, 100nm 미만, 예를 들어, 10 내지 100nm 또는 15 내지 100nm, 및 특히 바람직하게는 20 내지 100nm의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0270] 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 1 내지 7㎛ 범위, 예를 들어, 2 내지 6㎛ 범위 또는 3 내지 5㎛ 범위, 특히 바람직하게는 3.5 내지 4.5㎛의 범위에서 입자 크기 D_{10}을 갖는다. 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 6 내지 15㎛ 범위, 예를 들어, 7 내지 13㎛ 범위 또는 8 내지 11㎛ 범위, 특히 바람직하게는 8.5 내지 10.5㎛의 범위에서 입자 크기 D_{50}을 갖는다. 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 10 내지 40㎛ 범위, 예를 들어, 15 내지 35㎛ 범위, 특히 바람직하게는 20 내지 30㎛의 범위에서 입자 크기 D_{90}을 갖는다.

[0271] 바람직하게는, 이산화규소 분말은, 20 내지 60㎡/g, 예를 들어, 25 내지 55㎡/g, 또는 30 내지 50㎡/g, 특히 바람직하게는 20 내지 40㎡/g의 범위에서 비 표면적 (BET-표면적)을 갖는다. BET 표면적은, 측정될 표면에서 가스 흡수에 기초한, DIN 66132에 의해 Brunauer, Emmet 및 Teller (BET)의 방법에 따라 결정된다.

[0272] 바람직하게는, 이산화규소 분말은 7 미만, 예를 들어, 3 내지 6.5 또는 3.5 내지 6 또는 4 내지 5.5, 특히 바람직하게는 4.5 내지 5의 범위에서 pH 값을 갖는다. pH 값은 단일 막대 측정 전극 (물 중에 4% 이산화규소 분말)에 의해 결정될 수 있다.

[0273] 이산화규소 분말은, 바람직하게 a./b./c. 또는 a./b./f. 또는 a./b./g.의 특색 조합, 더욱 바람직하게는 a./b./c./f. 또는 a./b./c./g. 또는 a./b./f./g.의 특색 조합, 특히 바람직하게는 a./b./c./f./g.의 특색 조합을 갖는다.

[0274] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./c.의 특색 조합을 가지며, 여기서, BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g 범위

이고, 벌크 밀도는 0.05 내지 0.3 g/㎖의 범위이며, 및 탄소 함량은 40ppm 미만이다.

[0275] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./f.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g이고, 벌크 밀도는 0.05 내지 0.3 g/㎖이며, 및 알루미늄과 다른 금속의 총 함량은 1ppb 내지 1ppm의 범위이다.

[0276] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./g.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g의 범위이고, 벌크 밀도는, 0.05 내지 0.3 g/㎖의 범위이며, 및 분말 입자의 적어도 70 wt.%는, 20 내지 100㎚ 미만의 일차 입자 크기를 갖는다.

[0277] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./c./f.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g이고, 벌크 밀도는 0.05 내지 0.3 g/㎖의 범위이며, 탄소 함량은, 40ppm 미만이고, 및 알루미늄과 다른 금속의 총 함량은, 1ppb 내지 1ppm의 범위이다.

[0278] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./c./g.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g이고, 벌크 밀도는, 0.05 내지 0.3g/㎖ 범위이며, 탄소 함량은, 40ppm 미만이고, 및 분말 입자의 적어도 70 wt.%는, 20 내지 100㎚ 미만의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0279] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./f./g.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g 범위이고, 벌크 밀도는, 0.05 내지 0.3 g/㎖ 범위이며, 알루미늄과 다른 금속의 총 함량은, 1ppb 내지 1ppm 범위이고, 및 분말 입자의 적어도 70wt.%는 20 내지 100㎚ 미만의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0280] 이산화규소 분말은, 바람직하게는 a./b./c./f./g.의 특색 조합을 가지며, 여기서 BET-표면적은, 20 내지 40㎡/g 범위이고, 벌크 밀도는 0.05 내지 0.3 g/㎖ 범위이며, 탄소 함량은 40ppm 미만이고, 알루미늄과 다른 금속의 총 함량은, 1ppb 내지 1ppm 범위이며, 및 분말 입자의 적어도 70wt.%는, 20 내지 100㎚ 미만의 범위에서 일차 입자 크기를 갖는다.

[0281] 단계 Ⅱ.

[0282] 본 발명에 따르면, 이산화규소 분말은, 단계 Ⅱ에서 가공되어, 이산화규소 과립을 얻고, 여기서 이산화규소 과립은 이산화규소 분말보다 더 큰 입경을 갖는다. 이러한 목적을 위해, 입경의 증가로 이어지는 당업자에게 알려진 임의의 공정은 적절하다.

[0283] 이산화규소 과립은 이산화규소 분말의 입경보다 더 큰 입경을 갖는다. 바람직하게는, 이산화규소 과립의 입경은, 이산화규소 분말의 입경보다 500 내지 50,000배, 예를 들어, 1,000 내지 10,000배, 특히 바람직하게는 2,000 내지 8,000배 큰 범위이다.

[0284] 바람직하게는, 단계 ⅰ.)에서 제공된 이산화규소 과립의 적어도 90%는, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 95wt.% 또는 적어도 98wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 99wt.% 이상의, 발열성으로 생성된 이산화규소 분말로 구성된다.

[0285] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 사용되는 이산화규소 과립은, 바람직하게는 하기의 특색을 갖는다:

[0286] A) 20㎡/g 내지 50㎡/g의 범위에서 BET 표면적; 및

[0287] B) 50 내지 500㎛의 범위에서 평균 입자 크기.

[0288] 이산화규소 과립은, 바람직하게는 하기의 특색 중, 적어도 하나, 바람직하게는 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 모두를 갖는다:

[0289] C) 0.5 내지 1.2 g/㎤ 범위, 예를 들어, 0.6 내지 1.1 g/㎤ 범위, 특히 바람직하게는 0.7 내지 1.0 g/㎤의 범위에서 벌크 밀도;

[0290] D) 50ppm 미만의 탄소 함량;

[0291] E) 200ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0292] F) 0.7 내지 1.2 g/㎤의 범위에서 다짐 밀도;

[0293] G) 0.1 내지 2.5 ㎖/g의 범위, 예를 들어, 0.15 내지 1.5 ㎖/g의 범위; 특히 바람직하게는 0.2 내지 0.8 ㎖/g의 범위에서 기공 부피;

[0294] H) 23 내지 26° 의 범위에서 안식각;

[0295] I) 50 내지 150㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{10};

[0296] J) 150 내지 300㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{50};

[0297] K) 250 내지 620㎛의 범위에서 입자 크기 분포 D_{90},

[0298] 여기서, ppm 및 ppb는, 이산화규소 과립의 총 중량에 각각 기초한다.

[0299] 바람직하게는, 이산화규소 과립의 미소체는 구형 모폴로지를 갖는다. 구형 모폴로지는, 원형 또는 타원형의 입자를 의미한다. 이산화규소 과립의 미소체는, 0.7 내지 1.3 SPHT3의 범위에서 평균 구형도 (sphericity), 예를 들어, 0.8 내지 1.2 SPHT3의 범위에서 평균 구형도, 특히 바람직하게는 0.85 내지 1.1 SPHT3의 범위에서 평균 구형도를 갖는다. 특색 SPHT3은 시험 방법에 기재된다.

[0300] 더구나, 이산화규소 과립의 미소체는, 바람직하게 0.7 내지 1.3 Symm3의 범위에서 평균 대칭 (mean symmetry), 예를 들어, 0.8 내지 1.2 Symm3의 범위에서 평균 대칭, 특히 바람직하게는 0.85 내지 1.1 Symm3의 범위에서 평균 대칭을 갖는다. 평균 비대칭 Symm3의 특색은, 시험 방법에 기재된다.

[0301] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만, 특히 바람직하게는 100ppb 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량을 갖는다. 종종, 그러나, 이산화규소 과립은, 적어도 1ppb의 알루미늄과 다른 금속의 함량을 갖는다. 종종, 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 1ppm 미만, 바람직하게는 40 내지 900ppb의 범위, 예를 들어, 50 내지 700ppb의 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 500ppb의 범위에서 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량을 갖는다. 이러한 금속은, 예를 들어, 나트륨, 리튬, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 게르마늄, 구리, 몰리브덴, 티타늄, 철 및 크롬이다. 이들은, 예를 들어, 원소로서, 이온으로서, 또는 분자 또는 이온 또는 복합물의 일부로서 존재할 수 있다.

[0302] 이산화규소 과립은, 예를 들어, 분자, 이온 또는 원소의 형태의 추가 구성분을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 500ppm 미만, 예를 들어, 300ppm 미만, 특히 바람직하게는 100ppm 미만의 추가 구성분을 포함한다. 종종, 적어도 1ppb의 추가 구성분은 포함된다. 추가 구성분은, 특히, 탄소, 불화물, 요오드화물, 브롬화물, 인 또는 이들 중 적어도 둘의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

[0303] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 10ppm 미만, 예를 들어, 8ppm 미만 또는 5ppm 미만, 특히 바람직하게는 4ppm 미만의 탄소를 포함한다. 종종, 적어도 1ppb의 탄소는 이산화규소 과립에 포함된다.

[0304] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 100ppm 미만, 예를 들어, 80ppm 미만, 특히 바람직하게는 70ppm 미만의 추가 구성분을 포함한다. 종종, 그러나, 적어도 1ppb의 추가 구성분은 이산화규소 과립에 포함된다.

[0305] 바람직하게는, 단계 Ⅱ.는 하기 단계를 포함한다:

[0306] Ⅱ-1. 액체를 제공하는 단계;

[0307] Ⅱ-2. 상기 액체와 이산화규소 분말을 혼합하여 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

[0308] Ⅱ-3. 상기 슬러리를, 바람직하게는 분무 건조하여 과립화하는 단계.

[0309] 본 발명의 맥락에서, 액체는 1013hPa의 압력 및 20℃의 온도에서 액체인 물질 또는 물질의 혼합물을 의미한다.

[0310] 본 발명의 맥락에서 "슬러리"는, 적어도 두 개의 물질의 혼합물을 의미하고, 여기서, 일반적인 조건하에서 고려된, 혼합물은, 적어도 하나의 액체 및 적어도 하나의 고체를 포함한다.

[0311] 적절한 액체는, 당업자에게 알려지고, 및 본 출원에 적절하다고 판단되는, 모든 물질 및 물질의 혼합물이다. 바람직하게는, 액체는 유기 액체 (organic liquids) 및 물로 이루어진 군으로부터 선택된다. 바람직하게는, 액체에서 이산화규소 분말의 용해도는, 0.5g/L 미만, 바람직하게는 0.25g/L 미만, 특히 바람직하게는 0.1g/L 미만이고, g/L은 액체 (리터) 당 이산화규소 분말 (g)로 각각 제공된다.

[0312] 바람직한 적절한 액체는 극성 용매이다. 이들은 유기 액체 또는 물일 수 있다. 바람직하게는, 액체는, 물, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소-프로판올, n-부탄올, 터트-부탄올 및 이들 중 하나 이상의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히 바람직하게는, 액체는 물이다. 특히 바람직하게는, 액체는 증류수 또는 탈-이온수를 포함한다.

[0313] 바람직하게는, 이산화규소 분말은 가공되어 슬러리를 얻는다. 이산화규소 분말은, 실온에서 액체에 실질적으로 불용성이지만, 높은 중량 비율로 액체에 도입되어 슬러리를 얻을 수 있다.

[0314] 이산화규소 분말 및 액체는, 임의의 방식으로 혼합될 수 있다. 예를 들어, 이산화규소 분말은, 액체에 첨가될 수 있거나, 또는 액체는 이산화규소 분말에 첨가될 수 있다. 혼합물은, 첨가 동안 또는 첨가 후에 교반될 수 있다. 특히 바람직하게는, 혼합물은 첨가 동안 및 첨가 후에 교반된다. 교반에 대한 예로는, 진동 (shaking) 및 휘젓기 (stirring), 또는 둘의 조합이다. 바람직하게는, 이산화규소 분말은 휘젓기 하에서 액체에 첨가될 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소 분말의 일부는, 액체에 첨가될 수 있으며, 여기서 이렇게 얻은 혼합물은 교반되고, 및 상기 혼합물은 뒤이어 잔여분의 이산화규소 분말과 혼합된다. 유사하게, 액체의 일부는, 이산화규소 분말에 첨가될 수 있으며, 여기서 이렇게 얻은 혼합물은 교반되고, 및 상기 혼합물은 뒤이어 잔여분의 액체와 혼합된다.

[0315] 이산화규소 분말과 액체를 혼합하여, 슬러리는 얻어진다. 바람직하게는, 슬러리는, 이산화규소 분말이 액체에 균일하게 분포된 현탁액이다. "균일"은, 각 위치에서 슬러리의 밀도 및 조성이, 슬러리의 총량에 기초한 각 경우에서, 10% 초과만큼 평균 밀도 및 평균 조성으로부터 벗어나지 않는 것을 의미한다. 액체에서 이산화규소 분말의 균일한 분포는, 전술한 바와 같은 교반에 의해, 제조되거나, 또는 얻어지거나, 또는 이들 모두일 수 있다.

[0316] 바람직하게는, 슬러리는, 1000 내지 2000g/L의 범위, 예를 들어, 1200 내지 1900g/L 또는 1300 내지 1800g/L의 범위, 특히 바람직하게는 1400 내지 1700g/L의 범위에서 리터 당 중량을 갖는다. 리터당 중량은, 부피 보정 용기 (volume calibrated container)를 칭량 (weighing)하여 측정된다.

[0317] 바람직한 구체 예에 따르면, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯은 슬러리에 적용된다:

[0318] a.) 슬러리는 플라스틱 표면과 접촉하여 수송되고;

[0319] b.) 슬러리는 전단되며;

[0320] c.) 슬러리는 0℃ 초과, 바람직하게는 5 내지 35℃의 온도를 갖고;

[0321] d.) 슬러리는 0 내지 -100mA의 범위, 예를 들어, -20 내지 -60mA의 범위, 특히 바람직하게는 -30 내지 -45mA 범위의 7의 pH 값에서 제타 전위 (zeta potential)를 가지며;

[0322] e.) 슬러리는 7 이상의 범위, 예를 들어, 7 초과의 pH 값 또는 7.5 내지 13 또는 8 내지 11, 특히 바람직하게는 8.5 내지 10의 범위에서 pH 값을 갖고;

[0323] f.) 슬러리는, 7 미만, 예를 들어, 1 내지 5의 범위 또는 2 내지 4의 범위, 특히 바람직하게는 3 내지 3.5의 범위에서 등전점 (isoelectric point)을 가지며;

[0324] g.) 슬러리는, 슬러리의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.%의 범위, 또는 55 내지 75 wt.%의 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.%의 범위에서 고체 함량을 갖고;

[0325] h.) 슬러리는, 500 내지 1000 mPas 범위, 예를 들어, 600 내지 900 mPas 범위, 또는 650 내지 850 mPas 범위, 특히 바람직하게는 700 내지 800 mPas의 범위에서 DIN 53019-1 (5rpm, 30 wt.%)에 따른 점도를 가지며;

[0326] i.) 슬러리는, 3 내지 6의 범위, 예를 들어, 3.5 내지 5의 범위, 특히 바람직하게는 4.0 내지 4.5의 범위에서 DIN SPEC 91143-2 (물에 30 wt.%, 23℃, 5rpm/50rpm)에 따른 요변성 (thixotropy)을 갖고;

[0327] j.) 슬러리에서 이산화규소 입자는, 4 wt.% 슬러리에서, 100 내지 500㎚의 범위, 예를 들어, 200 내지 300㎚ 범위의 DIN ISO 13320-1에 따른 현탁액 내에 평균 입자 크기를 갖는다.

[0328] 바람직하게는, 4 wt.%의 수성 슬러리에서 이산화규소 입자는, 50 내지 250㎚의 범위, 특히 바람직하게는 100 내지 150㎚의 범위에서 입자 크기 D_{10}을 갖는다. 바람직하게는, 4 wt.% 수성 슬러리에서 이산화규소 입자는, 100 내지 400㎚의 범위, 특히 바람직하게는 200 내지 250㎚의 범위에서 입자 크기 D_{50}을 갖는다. 바람직하게는, 4

wt.%의 수성 슬러리에서 이산화규소 입자는, 200 내지 600㎚ 범위, 특히 바람직하게는 350 내지 400㎚의 범위에서 입자 크기 D_{90}을 갖는다. 입자 크기는 DIN ISO 13320-1에 따라 측정된다.

[0329] "등전점"은, 제타 전위가 값 0을 취하는 pH 값을 의미한다. 제타 전위는 ISO 13099-2:2012에 따라 측정된다.

[0330] 바람직하게는, 슬러리의 pH 값은, 상기 제공된 범위에서 값으로 설정된다. 바람직하게는, pH 값은, 예를 들어, 수용액으로서, 예컨대, NaOH 또는 NH_3를, 슬러리 물질에 첨가시켜 설정될 수 있다. 이 공정 동안에, 슬러리는 종종 교반된다.

[0331] 과립화

[0332] 이산화규소 과립은 과립화에 의해 이산화규소 분말로부터 얻어진다. 과립화는 분말 입자를 미소체로의 변형을 의미한다. 과립화 동안, "이산화규소 미소체"로 언급되는 더 큰 응집체는, 다중 이산화규소 분말 입자의 응집에 의해 형성된다. 이는 종종 "이산화규소 입자", "이산화규소 과립 입자" 또는 "과립 입자"로도 불린다. 집합적으로, 미소체는 과립으로 구성되고, 예를 들어, 이산화규소 미소체는 "이산화규소 과립"으로 구성된다.

[0333] 본 경우에서, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이산화규소 분말의 과립화를 위해 적절한 것으로 판단되는 임의의 과립화 공정은, 원칙적으로 선택될 수 있다. 과립화 공정은, 응집 과립화 공정 또는 가압 과립화 공정으로 분류될 수 있으며, 및 습식 및 건식 과립 공정으로 더욱 분류된다. 공지의 방법은, 과립화 플레이트에서의 롤 과립화, 분무 과립화, 원심력 분쇄, 유동층 과립화, 과립화 밀 (mill), 조밀화 (compactification), 롤 프레싱, 브리케팅 (briquetting), 스캐빙 (scabbing) 또는 압출을 사용하는 과립화 공정이다.

[0334] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 구형 모폴로지를 갖는 미소체를 가공하여 형성되고; 여기서, 상기 공정은 분무 과립화 또는 롤 과립화에 의해 더욱 바람직하게 수행된다. 더욱 바람직하게는, 구형 모폴로지를 갖는 미소체를 갖는 이산화규소 과립은, 구형 모폴로지를 갖지 않는 미소체의 최대 50%, 바람직하게는 미소체의 최대 40%, 더욱 바람직하게는 미소체의 최대 20%, 좀 더 바람직하게는 미소체의 0 내지 50%, 0 내지 40% 또는 0 내지 20%, 또는 10 내지 50%, 10 내지 40% 또는 10 내지 20%를 포함하며, 각 경우에서 퍼센트는, 과립에서 미소체의 총수에 기초한다. 구형 모폴로지를 갖는 미소체는, 본 상세한 설명에 기재된 SPHT3 값을 갖는다.

[0335] 분무 건조

[0336] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립은, 슬러리의 분무 과립화에 의해 얻어진다. 분무 과립화는 분무 건조로도 알려져 있다.

[0337] 분무 건조는, 분무탑에서 바람직하게 달성된다. 분무 건조의 경우, 슬러리는 바람직하게는 상승 온도에서 압력하에 놓인다. 가압된 슬러리는 그 다음 노즐을 통해 탈압되고, 및 따라서 분무탑으로 분무된다. 뒤이어, 액적은 형성되고, 이는 순간적으로 건조되며 및 우선 건조한 미립자 (minute particles) ("핵")를 형성한다. 미립자는, 입자에 적용된 가스 흐름과 함께, 유동층 (fluidised bed)을 형성한다. 이러한 방식으로, 이들은 부유 상태로 유지되며, 및 따라서 더 많은 액적들을 건조시키기 위한 표면을 형성할 수 있다.

[0338] 슬러리는 노즐을 통해 분무탑으로 분무되며, 상기 노즐은 바람직하게는 분무탑의 내부로 주입구를 형성한다.

[0339] 노즐은 바람직하게는 분무 동안 슬러리와의 접촉 표면을 갖는다. "접촉 표면"은, 분무 동안 슬러리와 접촉을 일으키는 노즐의 영역을 의미한다. 종종, 노즐의 적어도 일부는, 슬러리가 분무 동안 안내되는 튜브로 형성되어, 중공 튜브의 내측은 슬러리와 접촉을 일으킨다.

[0340] 접촉 표면은, 바람직하게는 유리, 플라스틱, 또는 이들의 조합을 포함한다. 바람직하게는, 접촉 표면은, 유리, 특히 바람직하게는 석영 유리를 포함한다. 바람직하게는, 접촉 표면은 플라스틱을 포함한다. 원칙적으로, 공정 온도에서 안정하며 및 슬러리에 임의의 이종 원자를 퍼뜨리지 않는, 기술분야의 당업자에게 알려진 모든 플라스틱은, 적절하다. 바람직한 플라스틱은, 폴리올레핀, 예를 들어, 적어도 하나의 올레핀을 포함하는 호모- 또는 공-중합체, 특히 바람직하게는 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리부타디엔 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 호모- 또는 공-중합체이다. 바람직하게는, 접촉 표면은, 예를 들어, 석영 유리 및 폴리올레핀으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 특히 바람직하게는 석영 유리 및 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리부타디엔 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 호모- 또는 공-중합체로 이루어진 군으로부터 선택된, 유리, 플라스틱 또는 이들의 조합으로 만들어진다. 바람직하게는, 접촉 표면은 금속, 특히, 텅스텐, 티타늄, 탄탈륨, 크롬, 코발트, 니켈, 철, 바나듐, 지르코늄 및 망간을 포함하지 않는다.

[0341] 원칙적으로, 노즐의 접촉 표면 및 추가 부분들이, 같거나 또는 다른 물질로 만들어지는 것이 가능하다. 바람직

하게는, 노즐의 추가 부분은, 접촉 표면과 동일한 물질을 포함한다. 유사하게, 노즐의 추가 부분이 접촉 표면과 다른 물질을 포함하는 것은 가능하다. 예를 들어, 접촉 표면은, 적절한 물질, 예를 들어, 유리 또는 플라스틱으로 코팅될 수 있다.

[0342] 바람직하게는, 노즐은, 노즐의 총 중량에 기초하여, 70 wt.% 초과, 예를 들어, 75 wt.% 초과 또는 80 wt.% 초과 또는 85 wt.% 초과 또는 90 wt.% 초과 또는 95 wt.% 초과, 특히 바람직하게는 99 wt.% 초과의 유리, 플라스틱 또는 유리 및 플라스틱의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 물품으로 제조된다.

[0343] 바람직하게는, 노즐은, 노즐 플레이트 (nozzle plate)를 포함한다. 노즐 플레이트는, 바람직하게는 유리, 플라스틱 또는 유리 및 플라스틱의 조합으로 만들어진다. 바람직하게는, 노즐 플레이트는, 유리, 특히 바람직하게는 석영 유리로 만들어진다. 바람직하게는, 노즐 플레이트는 플라스틱으로 만들어진다. 바람직한 플라스틱은 폴리올레핀, 예를 들어, 적어도 하나의 올레핀을 포함하는 호모- 또는 공-중합체, 특히 바람직하게는 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리부타디엔, 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 호모- 또는 공-중합체이다. 바람직하게는, 노즐 플레이트는, 금속, 특히 텅스텐, 티타늄, 탄탈륨, 크롬, 코발트, 니켈, 철, 바나듐, 지르코늄 및 망간을 포함하지 않는다.

[0344] 바람직하게는, 노즐은 스크루 트위스터 (screw twister)를 포함한다. 스크루 트위스터는, 바람직하게는 유리, 플라스틱, 또는 유리 및 플라스틱의 조합으로 만들어진다. 바람직하게는, 스크루 트위스터는, 유리, 특히 바람직하게는 석영 유리로 만들어진다. 바람직하게는 스크루 트위스터는 플라스틱으로 만들어진다. 바람직한 플라스틱은, 폴리올레핀, 예를 들어, 적어도 하나의 올레핀을 포함하는 호모- 또는 공-중합체, 특히 바람직하게는, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리부타디엔, 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 호모- 또는 공-중합체이다. 바람직하게는, 스크루 트위스터는, 금속, 특히 텅스텐, 티타늄, 탄탈륨, 크롬, 코발트, 니켈, 철, 바나듐, 지르코늄 및 망간을 포함하지 않는다.

[0345] 더욱이, 노즐은 추가 구성분을 포함할 수 있다. 바람직한 추가 구성분은, 노즐 몸체이고, 특히 바람직하게는 스크루 트위스터 및 노즐 플레이트, 가로대 (cross piece) 및 배플 (baffle)을 둘러싼 노즐 몸체이다. 바람직하게는, 노즐은, 추가 구성분 중 하나 이상, 특히 바람직하게는 모두를 포함한다. 추가 구성분은, 원칙적으로, 기술 분야의 당업자에게 알려지고 및 이러한 목적을 위해 적절한 임의의 물질로, 예를 들어, 물질을 포함하는 금속, 유리 또는 플라스틱으로, 서로 독립적으로 만들어질 수 있다. 바람직하게는, 노즐 몸체는, 유리, 특히 바람직하게는 석영 유리로 만들어진다. 바람직하게는, 추가 구성분은 플라스틱으로 만들어진다. 바람직한 플라스틱은, 폴리올레핀, 예를 들어, 적어도 하나의 올레핀을 포함하는 호모- 또는 공-중합체, 특히 바람직하게는 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리부타디엔 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 호모- 또는 공-중합체이다. 바람직하게는, 추가 구성분은, 금속, 특히 텅스텐, 티타늄, 탄탈륨, 크롬, 코발트, 니켈, 철, 바나듐, 지르코늄 및 망간을 포함하지 않는다.

[0346] 바람직하게는, 분무탑은 가스 주입구 및 가스 배출구를 포함한다. 가스 주입구를 통해, 가스는, 분무탑의 내부로 도입될 수 있고, 및 가스 배출구를 통해 이것은 배출될 수 있다. 노즐을 통해 분무탑으로 가스를 도입하는 것은 또한 가능하다. 유사하게, 가스는 분무탑의 배출구를 통해 배출될 수 있다. 더욱이, 가스는, 바람직하게는 분무탑의 가스 주입구 및 노즐을 통해 도입될 수 있고, 및 분무탑의 배출구 및 분무탑의 가스 배출구를 통해 배출될 수 있다.

[0347] 바람직하게는, 분무탑의 내부는, 공기, 불활성 가스, 적어도 둘의 불활성 가스 또는 적어도 하나의 불활성 가스와 공기의 조합, 바람직하게는 적어도 하나의 불활성 가스와 공기의 조합, 및 바람직하게는 두 개의 불활성 가스로부터 선택된 분위기를 나타낸다. 불활성 가스는, 바람직하게는 질소, 헬륨, 네온 아르곤, 크립톤 및 크세논으로 이루어진 목록으로부터 선택된다. 예를 들어, 분무탑의 내부는, 공기, 질소 또는 아르곤, 특히 바람직하게는 공기가 존재한다.

[0348] 더욱 바람직하게는, 분무탑에 존재하는 분위기는, 가스 흐름의 일부이다. 가스 흐름은 바람직하게는 가스 주입구를 통해 분무탑으로 도입되고 및 가스 배출구를 통해 배출된다. 노즐을 통해 가스 흐름의 일부를 도입하는 것 및 고체 배출구를 통해 가스 흐름의 일부를 배출하는 것도 또한 가능하다. 가스 흐름은 분무탑에서 추가 구성분을 취할 수 있다. 이들은 분무 건조동안 슬러리로부터 유래될 수 있고 및 가스 흐름에 전달될 수 있다.

[0349] 바람직하게는, 건조 가스 흐름은 분무탑에 주입된다. 건조 가스 흐름은, 응축점 (condensation point) 아래에서 분무탑에 설정된 온도에서 상대 습도를 갖는 가스 또는 가스 혼합물을 의미한다. 100%의 상대 공기 습도는, 20℃에서 17.5g/㎥의 수분 함량에 상응한다. 가스는, 바람직하게는 150 내지 450℃, 예를 들어, 200 내지 420℃

또는 300 내지 400℃, 특히 바람직하게는 350 내지 400℃ 범위의 온도에서 예-열된다.

[0350] 분무탑의 내부는 바람직하게는 온도-제어 가능하다. 바람직하게는, 분무탑 내부의 온도는, 550℃ 이하, 예를 들어, 300 내지 500℃, 특히 바람직하게는 350 내지 450℃의 값을 갖는다.

[0351] 가스 흐름은, 바람직하게는 가스 주입구에서 150 내지 450℃, 예를 들어, 200 내지 420℃ 또는 300 내지 400℃, 특히 바람직하게는 350 내지 400℃의 범위에서 온도를 갖는다.

[0352] 고체 배출구, 가스 배출구 또는 양쪽 위치에서 배출되는 가스 흐름은, 바람직하게는 170℃ 미만, 예를 들어, 50 내지 150℃, 특히 바람직하게는 100 내지 130℃의 온도를 갖는다.

[0353] 더욱이, 도입시의 가스 흐름의 온도와 방출시의 가스 흐름의 온도 사이에 차이는, 바람직하게는 100 내지 330℃, 예를 들어, 150 내지 300℃의 범위이다.

[0354] 이렇게 얻은 이산화규소 미소체는, 이산화규소 분말의 개별 입자의 응집체로 존재한다. 이산화규소 분말의 개별 입자는, 응집체에서 계속 인지 가능하다. 이산화규소 분말의 입자의 평균 입자 크기는, 바람직하게는 10 내지 1000㎚, 예를 들어, 20 내지 500㎚ 또는 30 내지 250㎚ 또는 35 내지 200㎚ 또는 40 내지 150㎚, 또는 특히 바람직하게는 50 내지 100㎚의 범위이다. 이들 입자의 평균 입자 크기는, DIN ISO 13320-1에 따라 측정된다.

[0355] 분무 건조는 보조물 (auxiliaries)의 존재하에서 수행될 수 있다. 원칙적으로, 당업자에게 알려지고 및 본 출원에 대해 적절한 것으로 판단되는, 모든 물질은, 보조물로 사용될 수 있다. 보조 물질로서, 예를 들어, 소위 바인더는 고려될 수 있다. 적절한 바인딩 물질의 예로는, 산화칼슘과 같은 금속 산화물, 탄산칼슘과 같은 금속 탄산염 및 셀룰로오스, 셀룰로오스 에테르, 전분 및 전분 유도체와 같은 다당류이다.

[0356] 특히 바람직하게는, 분무 건조는 보조물 없이 본 발명의 맥락에서 수행된다.

[0357] 바람직하게는, 분무탑 부분으로부터 이산화규소 과립을 제거하기 전, 후 또는 전후에, 이의 일부는 분리된다. 분리를 위해, 당업자에게 알려지고 및 적절한 것으로 판단되는 모든 공정은 고려될 수 있다. 바람직하게는, 분리는, 스크리닝 또는 체가름 (sieving)에 의해 달성된다.

[0358] 바람직하게는, 분무 건조에 의해 형성된 이산화규소 과립의 분무탑으로부터 제거 전에, 50㎛ 미만의 입자 크기를 갖는, 예를 들어, 70㎛ 미만의 입자 크기를 갖는, 특히 바람직하게는 90㎛ 미만의 입자 크기를 갖는 입자는, 스크리닝에 의해 분리된다. 스크리닝은 바람직하게는, 분무탑의 하부 영역, 특히 바람직하게는 분무탑의 배출구 위에 배열된, 사이클론 장치 (cyclone arrangement)을 사용하여 달성된다.

[0359] 바람직하게는, 분무탑으로부터 이산화규소 과립의 제거 후에, 1000㎛ 이상의 입자 크기를 갖는, 예를 들어, 700㎛ 이상의 입자 크기를 갖는, 특히 바람직하게는 500㎛ 이상의 입자 크기를 갖는 입자는, 체가름에 의해 분리된다. 입자의 체가름은 기술분야의 당업자에게 알려지고, 및 이 목적을 위해 적절한 모든 공정에 따라 원칙적으로 달성될 수 있다. 바람직하게는, 체가름은 활송장치를 사용하여 수행된다.

[0360] 바람직한 구체 예에 따르면, 노즐을 통해 분무탑으로 슬러리의 분무 건조는, 하기의 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 둘 또는 셋, 특히 바람직하게는 모두를 특징으로 한다:

[0361] a] 분무탑에서 분무 과립화;

[0362] b] 40 bar 이하, 예를 들어, 1.3 내지 20 bar, 1.5 내지 18 bar 또는 2 내지 15 bar 또는 4 내지 13 bar의 범위, 또는 특히 바람직하게는 5 내지 12 bar의 범위에서 노즐에서 슬러리의 압력의 존재, 여기서 압력은 (p = 0 hPa에 대해) 절대치로 주어짐;

[0363] c] 10 내지 50℃, 바람직하게는 15 내지 30℃, 특히 바람직하게는 18 내지 25℃의 범위에서 분무탑으로 유입시 액적의 온도;

[0364] d] 100 내지 450℃, 바람직하게는 250 내지 440℃, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃의 범위에서 분무탑으로 향하는 노즐의 측에서 온도;

[0365] e] 0.05 내지 1㎥/h의 범위, 예를 들어, 0.1 내지 0.7㎥/h 또는 0.2 내지 0.5㎥/h의 범위, 특히 바람직하게는 0.25 내지 0.4㎥/h 범위에서 노즐을 통한 슬러리의 처리량;

[0366] f] 슬러리의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 40 wt.%, 예를 들어, 50 내지 80 wt.% 범위 또는 55 내지 75wt.% 범위, 특히 바람직하게는 60 내지 70 wt.% 범위에서 슬러리의 고체 함량;

[0367] g] 10 내지 100kg/min, 예를 들어, 20 내지 80kg/min 또는 30 내지 70kg/min, 특히 바람직하게는 40 내지 60kg/min 범위에서 분무탑으로의 가스 흐름;

[0368] h] 100 내지 450℃, 예를 들어, 250 내지 440℃, 특히 바람직하게는 350 내지 430℃ 범위에서 분무탑으로 유입시 가스 흐름의 온도;

[0369] i] 170℃ 미만의 분무탑으로부터 배출구에서 가스 흐름의 온도;

[0370] j] 공기, 질소 및 헬륨, 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 가스; 바람직하게는 공기;

[0371] k] 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 5 wt.% 미만, 예를 들어, 3 wt.% 미만 또는 1 wt.% 미만, 또는 0.01 내지 0.5 wt.%, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.3 wt.%의 분무탑으로부터 제거시 과립의 잔류 수분 함량;

[0372] l] 1 내지 100초의 범위, 예를 들어, 10 내지 80초, 특히 바람직하게는 25 내지 70초의 비행시간을 완성하는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

[0373] m] 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과 또는 50m 초과 또는 70m 초과, 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과 또는 20 내지 200m 또는 10 내지 150m 또는 20 내지 100m, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 비행경로를 커버하는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초한, 적어도 50 wt.%의 분무 과립;

[0374] n] 원통형 기하학을 갖는 분무탑;

[0375] o] 10m 초과, 예를 들어, 15m 초과 또는 20m 초과 또는 25m 초과 또는 30m 초과 또는 10 내지 25m의 범위, 특히 바람직하게는 15 내지 20m 범위의 분무탑의 높이;

[0376] p] 분무탑으로부터 과립을 제거하기 전에 90㎛ 미만의 크기로 입자를 스크리닝;

[0377] q] 분무탑으로부터, 바람직하게는 진동 활송장치에서 과립을 제거한 후, 500㎛ 초과의 크기로 입자를 체가름;

[0378] r] 수직으로부터 30 내지 60도의 각도에서, 특히 바람직하게는 수직으로부터 45도의 각도에서 발생하는, 노즐에서 슬러리의 액적의 배출구.

[0379] 수직은 중력 벡터 (gravitational force vector)의 방향을 의미한다.

[0380] 상기 비행경로는, 분무탑의 가스 챔버에서 노즐로부터 배출되는 슬러리의 액적에 의해 커버되어 비행 및 낙하의 작용의 완성까지 미소체를 형성하는 경로를 의미한다. 비행 및 낙하의 작용은 종종, 분무탑의 바닥에 충돌하는 미소체에 의하거나 또는 분무탑의 바닥에 이미 놓여있는 다른 미소체와 충돌하는 미소체에 의해, 어느 것이 먼저 발생하든, 종료된다.

[0381] 비행시간은 미소체에 의해 분무탑에서 비행경로를 커버하는 데 요구되는 기간이다. 바람직하게는, 미소체는 분무탑에서 나선형 비행경로 (helical flight path)를 갖는다.

[0382] 바람직하게는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 60 wt.%의 분무 과립은, 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과, 또는 50m 초과, 또는 70m 초과 또는 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과, 또는 20 내지 200m, 또는 10 내지 150 또는 20 내지 100, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 범위에서 평균 비행경로를 커버한다.

[0383] 바람직하게는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 70 wt.%의 분무 과립은, 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과, 또는 50m 초과, 또는 70m 초과 또는 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과, 또는 20 내지 200m, 또는 10 내지 150 또는 20 내지 100, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 범위에서 평균 비행경로를 커버한다.

[0384] 바람직하게는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 80 wt.%의 분무 과립은, 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과, 또는 50m 초과, 또는 70m 초과 또는 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초과, 또는 20 내지 200m, 또는 10 내지 150 또는 20 내지 100, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 범위에서 평균 비행경로를 커버한다.

[0385] 바람직하게는, 분무 건조에서 생성된 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 적어도 90 wt.%의 분무 과립은, 20m 초과, 예를 들어, 30m 초과, 또는 50m 초과, 또는 70m 초과 또는 100m 초과 또는 150m 초과 또는 200m 초

과, 또는 20 내지 200m, 또는 10 내지 150 또는 20 내지 100, 특히 바람직하게는 30 내지 80m의 범위에서 평균 비행경로를 커버한다.

[0386] 롤 과립화

[0387] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립은, 슬러리의 롤 과립화에 의해 얻어진다.

[0388] 롤 과립화는, 상승된 온도에서 가스의 존재하에 슬러리를 교반하여 수행된다. 바람직하게는, 롤 과립화는, 교반 도구를 구비한 교반 용기에서 달성된다. 바람직하게는, 교반 용기는, 교반 도구와 반대의 방향으로 회전한다. 바람직하게는, 교반 용기는, 이산화규소 분말이 교반 용기로 도입될 수 있는 주입구, 이산화규소 과립이 제거될 수 있는 배출구, 가스 주입구 및 가스 배출구를 부가적으로 포함한다.

[0389] 슬러리를 교반하기 위해, 바람직하게는 핀-타입 교반 도구 (pin-type stirring tool)는 사용된다. 핀-타입 교반 도구는, 교반 도구의 회전축과 동축인 종축을 갖는 다수의 긴 핀이 구비된 교반 도구를 의미한다. 핀의 궤적은, 바람직하게는 회전축 주위의 동축 원을 따라간다.

[0390] 바람직하게는, 슬러리는, 7 미만의 pH 값, 예를 들어, 2 내지 6.5의 pH 값, 특히 바람직하게는 4 내지 6의 pH 값으로 설정된다. pH 값을 설정하기 위해, 무기산은, 예를 들어, 염산, 황산, 질산 및 인산으로 이루어진 군으로부터 선택된 산이 바람직하게 사용되며, 특히 바람직하게는 염산이다.

[0391] 바람직하게는, 교반 용기에, 공기, 불활성 가스, 적어도 2종의 불활성 가스 또는 적어도 하나의 불활성 가스, 바람직하게는 2종의 불활성 가스로부터 선택된 분위기는 존재한다. 불활성 가스는, 바람직하게는 질소, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤 및 크세논으로 이루어진 목록으로부터 선택된다. 예를 들어, 공기, 질소 또는 아르곤은 교반 용기에 존재하고, 특히 바람직하게는 공기이다.

[0392] 더욱이, 바람직하게는, 교반 용기에 존재하는 분위기는, 가스 흐름의 일부이다. 가스 흐름은, 바람직하게는, 가스 주입구를 통해 교반 용기 내로 도입되고 및 가스 배출구를 통해 배출된다. 가스 흐름은, 교반 용기에서 추가 구성분을 취할 수 있다. 이들은, 롤 과립화에서 슬러리로부터 기원할 수 있고 및 가스 흐름으로 전달될 수 있다.

[0393] 바람직하게는, 건조 가스 흐름은 교반 용기로 도입된다. 건조 가스 흐름은, 응축점 아래에서 교반 용기에 설정된 온도에서 상대 습도를 갖는 가스 또는 가스 혼합물을 의미한다. 가스는, 바람직하게는 50 내지 300℃, 예를 들어, 80 내지 250℃, 특히 바람직하게는 100 내지 200℃ 범위의 온도로 예-열된다.

[0394] 바람직하게는, 사용된 슬러리의 1kg당, 시간당 10 내지 150㎥의 가스, 예를 들어, 시간당 20 내지 100㎥의 가스, 특히 바람직하게는 30 내지 70㎥의 가스는, 교반 용기 내로 도입된다.

[0395] 혼합하는 동안, 슬러리는, 가스 흐름에 의해 건조되어 이산화규소 미소체를 형성한다. 형성된 과립은, 교반 용기로부터 제거된다.

[0396] 바람직하게는, 제거된 과립은 더욱 건조된다. 바람직하게는, 건조는, 예를 들어, 로터리 킬른에서 연속적으로 달성된다. 바람직한 건조 온도는, 80 내지 250℃, 예를 들어, 100 내지 200℃, 특히 바람직하게는 120 내지 180℃의 범위이다.

[0397] 본 발명의 맥락에서, 공정과 관련하여 연속은, 이것이 연속적으로 작동될 수 있다는 것을 의미한다. 이것은, 공정에 포함된 물질의 도입 및 제거가 공정이 진행되면서 지속적으로 달성될 수 있다는 것을 의미한다. 이를 위해 공정을 중단할 필요는 없다.

[0398] 예를 들어, "연속 오븐"과 연관하여, 물체의 속성으로 연속은, 이 물체가 그 내부에서 수행되는 공정, 또는 그 내부에서 수행되는 공정 단계가, 연속적으로 수행될 수 있는 방식으로 구성되는 것을 의미한다.

[0399] 롤 과립화로부터 얻어진 과립은, 체가름될 수 있다. 체가름은, 건조 전 또는 후에 발생한다. 바람직하게는, 이것은, 건조 전에 체가름된다. 바람직하게는, 50㎛ 미만, 예를 들어, 80㎛ 미만의 입자 크기, 특히 바람직하게는 100㎛ 미만의 입자 크기를 갖는 미소체는, 체가름된다. 더욱이, 바람직하게는, 900㎛ 이상, 예를 들어, 700㎛ 이상의 입자 크기, 특히 바람직하게는 500㎛ 이상의 입자 크기를 갖는 미소체는, 체가름된다. 더 큰 입자로부터의 체가름은, 원칙적으로 당업자에게 알려지고 및 이 목적에 적절한 임의의 공정에 따라 수행될 수 있다. 바람직하게는, 큰 입자의 체가름은, 활송장치에 의해 수행된다.

[0400] 바람직한 구체 예에 따르면, 롤 과립화는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 둘 또는 셋, 특히 바람직하게

는 모든 것을 특징으로 한다:

[0401] [a] 과립화는, 회전 교반 용기에서 수행된다;

[0402] [b] 과립화는, 시간당 및 1kg의 슬러리 당 10 내지 150kg의 가스의 가스 흐름에서 수행된다;

[0403] [c] 도입시 가스 온도는 40 내지 200℃이다;

[0404] [d] 100㎛ 이하 및 500㎛ 초과의 입자 크기를 갖는 미소체는 체가름된다;

[0405] [e] 형성된 미소체는, 15 내지 30 wt.%의 잔류 수분 함량을 갖는다;

[0406] [f] 형성된 미소체는, 바람직하게는 연속 건조 튜브에서, 80 내지 250℃, 특히 바람직하게는 1wt.% 미만의 잔류 수분 함량으로 건조된다.

[0407] 바람직하게는, 과립화, 바람직하게는 분무- 또는 롤-과립화에 의해 얻어진 이산화규소 미소체 (또한, 이산화규소 과립 I이라 한다)은, 이것이 가공되기 전에 석영 유리체를 얻기 위해 처리된다. 이러한 전-처리는, 석영 유리체를 얻기 위한 공정 또는 그 결과로 생긴 석영 유리체의 특성에 영향을 미치는 공정을 용이하게 하는 다양한 목적을 충족시킬 수 있다. 예를 들어, 이산화규소 과립 I은, 조밀화, 정제, 표면-개질 또는 건조될 수 있다.

[0408] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 열적, 기계적 또는 화학적 처리 또는 둘 이상 처리의 조합에 적용될 수 있고, 여기서, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 얻어진다.

[0409] 화학적 처리

[0410] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립 I은 탄소 함량 ($w_{C(1)}$)을 갖는다. 탄소 함량 ($w_{C(1)}$)은, 이산화규소 과립 I의 총 중량에 각각 기초하여, 바람직하게는 50ppm 미만, 예를 들어, 5 내지 45ppm 또는 15 내지 40ppm, 특히 바람직하게는 25 내지 35ppm의 범위이다.

[0411] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립 I은, 적어도 2개의 입자를 포함한다. 바람직하게는, 적어도 2개의 입자는 서로에 대하여 운동 (motion)을 수행할 수 있다. 상대 운동을 유발하기 위한 수단으로서, 원칙적으로 기술분야의 당업자에게 잘 알려지고, 및 적절한 것으로 판단되는 모든 수단은, 고려될 수 있다. 특히, 혼합은 바람직하다. 혼합은, 원칙적으로 임의의 방식으로 수행될 수 있다. 바람직하게는, 공급-오븐 (feed-oven)은 이를 위해 선택된다. 따라서, 적어도 두 개의 입자는, 바람직하게는, 공급 오븐, 예를 들어, 로터리 킬른에서 교반되어 서로에 대해 운동을 수행할 수 있다.

[0412] 공급 오븐은, 오븐의 로딩 및 언로딩 (unloading), 소위, 충전이, 연속적으로 수행되는 오븐을 의미한다. 공급-오븐의 예로는, 로터리 킬른, 롤-오버타입 가열로, 벨트 컨베이어 오븐, 컨베이어 오븐, 연속 푸셔-타입 가열로 (continuous pusher-type furnaces)가 있다. 바람직하게는, 이산화규소 과립 I의 처리를 위해, 로터리 킬른은 사용된다.

[0413] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립 I은, 반응물로 처리되어 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는다. 처리는, 이산화규소 과립에서 어떤 물질의 농도를 변화시키기 위해 수행된다. 이산화규소 과립 I은, 불순물 또는 특정 기능성을 가질 수 있으며, 이의 함량은, 예를 들어: OH 기, 탄소 함유 화합물, 전이 금속, 알칼리 금속 및 알칼리 토금속과 같은, 함량은 감소되어야 한다. 불순물 및 기능성은, 출발 물질로부터 기원할 수 있거나 또는 공정의 과정에서 도입될 수 있다. 이산화규소 과립 I의 처리는, 다양한 목적을 제공할 수 있다. 예를 들어, 처리된 이산화규소 과립 I, 즉, 이산화규소 과립 Ⅱ를 사용하는 것은, 석영 유리체를 얻기 위한 이산화규소 과립의 가공을 단순화할 수 있다. 더욱이, 이러한 선택은, 그 결과로 생긴 석영 유리체의 특성을 조율하는데 사용될 수 있다. 예를 들어, 이산화규소 과립 I은, 정제되거나 또는 표면 개질될 수 있다. 더욱이, 이산화규소 과립 I의 처리는, 그 결과로 생긴 석영 유리체의 특성을 개선하는데 사용될 수 있다.

[0414] 바람직하게는, 가스 또는 다중 가스의 조합은, 반응물로서 적합하다. 이는 또한 가스 혼합물이라고도 한다. 원칙적으로, 구체화된 처리에 대해 알려져 있고, 및 적절한 것으로 판단되는, 기술분야의 당업자에게 알려진 모든 가스는, 사용될 수 있다. 바람직하게는, HCl, Cl_2, F_2, O_2, O_3, H_2, C_2F_4, C_2F_6, $HClO_4$, 공기, 불활성 가스, 예를 들어, N_2, He, Ne, Ar, Kr, 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 가스는, 사용된다. 바람직하게는, 처리는, 가스 또는 둘 이상의 가스의 조합의 존재하에서 수행된다. 바람직하게는, 처리는, 가스 역흐름 (counter flow) 또는 가스 동향-흐름 (co-flow)에서 수행된다.

[0415] 바람직하게는, 반응물은, HCl, Cl_2, F_2, O_2, O_3 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 바람직하게는, 전술된 가스의 둘 이상의 혼합물은, 이산화규소 과립 I의 처리를 위해 사용된다. F, Cl 또는 모두의 존재를 통해, 전이 금속, 알칼리 금속 및 알칼리 토금속과 같은, 불순물로서 이산화규소 과립 I에 함유된 금속은, 제거될 수 있다. 이와 관련하여, 전술된 금속은, 공정 조건하에서 가스 혼합물의 구성분과 함께 전환되어, 나중에 뽑아내지고 및 따라서 과립에 더 이상 존재하지 않은 가스 화합물을 얻을 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소 과립 I에서 OH 함량은, 이들 가스로 이산화규소 과립 I의 처리에 의해 감소될 수 있다.

[0416] 바람직하게는, HCl 및 Cl_2의 가스 혼합물은 반응물로 사용된다. 바람직하게는, 가스 혼합물은, 1 내지 30 vol.%, 예를 들어, 2 내지 15 vol.% 범위, 특히 바람직하게는 3 내지 10 vol.%의 범위에서 HCl 함량을 갖는다. 유사하게, 가스 혼합물은, 바람직하게는 20 내지 70 vol.% 범위, 예를 들어, 25 내지 65 vol.% 범위, 특히 바람직하게는 30 내지 60 vol.%의 범위에서 Cl_2 함량을 갖는다. 100 vol.%까지의 나머지는, 하나 이상의 불활성 가스, 예를 들어, N_2, He, Ne, Ar, Kr 또는 공기로 구성될 수 있다. 바람직하게는, 반응물에서 불활성 가스의 비율은, 반응물의 총 부피에 기초한 각 경우에서, 0 내지 50 vol.% 미만, 예를 들어, 1 내지 40 vol.% 또는 5 내지 30 vol.%의 범위, 특히 바람직하게는 10 내지 20 vol.%의 범위이다.

[0417] O_2, C_2F_2, 또는 Cl_2와 이의 혼합물은, 바람직하게는 실록산 또는 다수의 실록산의 혼합물로부터 제조된 이산화규소 과립 I을 정제하는데 사용된다.

[0418] 가스 또는 가스 혼합물 형태의 반응물은, 바람직하게는 50 내지 2000 L/h 범위, 예를 들어, 100 내지 1000 L/h 범위, 특히 바람직하게는 200 내지 500 L/h 범위의 처리량으로 가스 흐름으로서 또는 가스 흐름의 일부로서 이산화규소 과립과 접촉된다. 접촉의 바람직한 구체 예는, 공급 오븐, 예를 들어, 로터리 킬른에서 가스 흐름과 이산화규소 과립의 접촉이다. 접촉의 또 다른 바람직한 구체 예는, 유동층 공정이다.

[0419] 반응물로 이산화규소 과립 I의 처리를 통해, 탄소 함량 ($w_{C(2)}$)을 갖는 이산화규소 과립 Ⅱ은 얻어진다. 이산화규소 과립 Ⅱ의 탄소 함량 ($w_{C(2)}$)은, 각각의 이산화규소 과립의 총 중량에 기초하여, 이산화규소 과립 I의 탄소 함량 ($w_{C(2)}$) 미만이다. 바람직하게는, $w_{C(2)}$는, $w_{C(1)}$보다 0.5 내지 99%, 예를 들어, 0.5 내지 50% 또는 1 내지 45%, 특히 바람직하게는 1.5 내지 40% 적다.

[0420] 열처리

[0421] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 열적 또는 기계적 처리 또는 이들 처리의 조합에 부가적으로 적용된다. 하나 이상의 이들 부가적인 처리는, 반응물로 처리하기 전 또는 동안에 수행될 수 있다. 선택적으로, 또는 부가적으로, 부가적인 처리는 또한 이산화규소 과립 Ⅱ에 대해 수행될 수 있다. 이하에서, 용어 "이산화규소 과립"은, 선택적으로 "이산화규소 과립 I" 및 "이산화규소 과립 Ⅱ"을 포함한다. "이산화규소 과립 I"에, 또는 처리된 이산화규소 과립 I인, "이산화규소 과립 Ⅱ"에 대해 하기에 기재된 처리를 수행하는 것이 마찬가지로 가능하다.

[0422] 이산화규소 과립의 처리는, 다양한 목적을 제공할 수 있다. 예를 들어, 이 처리는, 석영 유리체를 얻기 위한 이산화규소 과립의 가공을 용이하게 한다. 처리는 또한 그 결과로 생긴 유리체의 특성에 영향을 미칠 수 있다. 예를 들어, 이산화규소 과립은, 조밀화, 정제, 표면 개질 또는 건조될 수 있다. 이와 관련하여, 비 표면적 (BET)은 감소될 수 있다. 유사하게, 벌크 밀도 및 평균 입자 크기는, 이산화규소 입자의 응집으로 인해 증가할 수 있다. 열처리는 동적 또는 정적으로 수행될 수 있다.

[0423] 동적 열처리의 경우, 이산화규소 과립이 교반되면서 열적으로 처리될 수 있는 모든 오븐은, 원칙적으로 적합하다. 동적 열처리의 경우, 바람직하게는 공급 오븐은 사용된다.

[0424] 동적 열처리에서 이산화규소 과립의 바람직한 평균 유지 시간은, 양에 의존한다. 바람직하게는, 동력 열처리에서 이산화규소 과립의 평균 유지 시간은, 10 내지 180분, 예를 들어, 20 내지 120분 또는 30 내지 90분의 범위이다. 특히 바람직하게는, 동적 열처리에서 이산화규소 과립의 평균 유지 시간은, 30 내지 90분의 범위이다.

[0425] 연속 공정의 경우에, 이산화규소 과립의 흐름의 한정된 일부는, 유지 시간의 측정을 위한 샘플 로드 (sample load), 예를 들어, 그램, 킬로그램 또는 톤으로 사용된다. 유지 시간의 시작 및 종료는, 연속 오븐 작동으로 도입 및 배출에 의해 결정된다.

[0426] 바람직하게는, 동적 열처리를 위한 연속 공정에서 이산화규소 과립의 처리량은, 1 내지 50kg/h, 예를 들어, 5 내지 40kg/h 또는 8 내지 30kg/h의 범위이다. 특히 바람직하게는, 처리량은 10 내지 20kg/h의 범위이다.

[0427] 동적 열처리를 위한 불연속 공정의 경우, 처리 시간은, 오븐의 로딩과 후속 언로딩 사이에 시간의 주기로 제공된다.

[0428] 동적 열처리를 위한 불연속 공정의 경우, 처리량은 1 내지 50kg/h의 범위, 예를 들어, 5 내지 40kg/h 또는 8 내지 30kg/h의 범위이다. 특히 바람직하게는, 처리량은 10 내지 20kg/h의 범위이다. 처리량은, 1시간 동안 처리되는 결정된 양의 샘플 로드를 사용하여 달성될 수 있다. 또 다른 구체 예에 따르면, 처리량은, 시간당 다수의 로드를 통해 달성될 수 있고, 여기서, 단일 로드의 중량은, 로드의 수로 나눈 시간당 처리량에 상응한다. 이 경우, 처리 시간은, 시간당 로드의 수로 나눈 60분으로 제공된 시간의 분획에 상응한다.

[0429] 바람직하게는, 이산화규소 과립의 동적 열처리는, 적어도 500℃, 예를 들어, 510 내지 1700℃ 또는 550 내지 1500℃ 또는 580 내지 1300℃의 범위에서, 특히 바람직하게는 600 내지 1200℃ 범위의 오븐 온도에서 수행된다.

[0430] 보통, 오븐은 오븐 챔버에 표시된 온도를 갖는다. 바람직하게는, 이러한 온도는, 오븐에서 매 위치뿐만 아니라 처리 시간에서 매 시점에서 및 오븐의 전체 길이 및 전체 처리 기간에 기초하여, 10% 미만에서 하향 또는 상향으로 표시된 온도에서 벗어난다.

[0431] 선택적으로, 특히 이산화규소 과립의 동적 열처리의 연속 공정은, 다른 오븐 온도에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 오븐은, 처리 기간에 걸쳐 일정한 온도를 가질 수 있고, 여기서, 온도는 오븐의 길이에 걸쳐 섹션에서 변화한다. 이러한 섹션은, 동일한 길이 또는 다른 길이일 수 있다. 바람직하게는, 이 경우에서, 온도는, 오븐의 입구에서 오븐의 배출구까지 증가된다. 바람직하게는, 입구의 온도는, 배출구에서 적어도 100℃ 이하, 예를 들어, 150℃ 이하 또는 200℃ 이하 또는 300℃ 이하 또는 400℃ 이하이다. 더욱이, 바람직하게는, 입구에서 온도는, 바람직하게는 적어도 500℃, 예를 들어, 510 내지 1700℃ 또는 550 내지 1500℃ 또는 580 내지 1300℃, 특히 바람직하게는 600 내지 1200℃의 범위이다. 더욱이, 바람직하게는, 주입구에서 온도는, 바람직하게는, 적어도 300℃, 예를 들어, 400 내지 1000℃ 또는 450 내지 900℃ 또는 500 내지 800℃ 또는 550 내지 750℃, 특히 바람직하게는 600 내지 700℃의 범위이다. 더욱이, 오븐 입구에 제공된 각각의 온도 범위는, 오븐 배출구에서 제공된 각각의 온도 범위와 조합될 수 있다. 오븐 입구 온도 범위 및 오븐 출구 온도 범위의 바람직한 조합은 하기 표 a와같다:

[표 a]

[0432]

오븐 입구 온도 범위 [℃]	오븐 출구 온도 범위 [℃]
400-1000	510-1300
450-900	550-1260
480-850	580-1200
500-800	600-1100
530-750	630-1050

[0433] 이산화규소 과립의 정적 열처리의 경우, 오븐에 배치된 도가니는, 바람직하게 사용된다. 적절한 도가니는, 소결 도가니 (sinter crucibles) 또는 금속 시트 도가니이다. 함께 리벳으로 고정된 다수의 시트로 제조된 압연 금속 시트 도가니는 바람직하다. 도가니 물질의 예로는, 내화성 금속, 특히, 텅스텐, 몰리브덴 및 탄탈륨이다. 도가니는 더군다나 그래파이트 (graphite)로 만들어질 수 있거나, 또는 내화성 금속의 도가니 경우에 그래파이트 포일로 라이닝될 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 도가니는 이산화규소로 만들어질 수 있다. 특히 바람직하게는, 이산화규소 도가니는 사용된다.

[0434] 정적 열처리에서 이산화규소 과립의 평균 유지 시간은, 양에 의존한다. 바람직하게는, 이산화규소 과립 I의 20kg의 양에 대한 정적 열처리에서 이산화규소 과립의 평균 유지 시간은, 10 내지 180분의 범위, 예를 들어, 20 내지 120분의 범위, 특히 바람직하게는 30 내지 90분의 범위이다.

[0435] 바람직하게는, 이산화규소 과립의 정적 열처리는, 적어도 800℃, 예를 들어, 900 내지 1700℃ 또는 950 내지 1600℃ 또는 1000 내지 1500℃ 또는 1050 내지 1400℃, 특히 바람직하게는 1100 내지 1300℃의 오븐 온도에서 수행된다.

[0436] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I의 정적 열처리는, 일정한 오븐 온도에서 수행된다. 정적 열처리는 또한 변화하는 오븐 온도에서 수행된다. 바람직하게는, 이 경우에, 온도는 처리 동안 증가하고, 여기서, 처리의 시작에서 온도는, 종료시보다 적어도 50℃ 이하, 예를 들어, 70℃ 이하 또는 80℃ 이하 또는 100℃ 이하 또는 110℃ 이하이며, 및 여기서, 종료시 온도는, 바람직하게는 적어도 800℃, 예를 들어, 900 내지 1700℃ 또는 950 내지 1600

℃ 또는 1000 내지 1500℃ 또는 1050 내지 1400℃, 특히 바람직하게는 1100 내지 1300℃의 범위이다.

[0437] 기계적 처리

[0438] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립 I은, 기계적으로 처리될 수 있다. 기계적 처리는, 벌크 밀도를 증가시키기 위해 수행될 수 있다. 기계적 처리는, 전술된 열처리와 조합될 수 있다. 기계적 처리는 이산화규소 과립에서 응집체를 피할 수 있고, 및 따라서 이산화규소 과립에서 개별적, 처리된 이산화규소 미소체의 평균 입자 크기가 너무 커지는 것을 피할 수 있다. 응집체의 확대는, 추가 공정을 방해하거나 또는 본 발명의 공정에 의해 제조된 석영 유리체의 특성에 불리한 영향을 줄 수 있거나, 또는 두 영향의 조합을 가질 수 있다. 이산화규소 과립의 기계적 처리는 또한 가스 또는 가스들과 개별적 이산화규소 미소체의 표면과의 균일한 접촉을 촉진한다. 이것은, 특히, 하나 이상의 가스로 동시에 기계적 및 화학적 처리에 의해 달성된다. 이러한 방식으로, 화학적 처리의 효과는 개선될 수 있다.

[0439] 이산화규소 과립의 기계적 처리는, 예를 들어, 로터리 킬른의 튜브를 회전시켜, 둘 이상의 이산화규소 미소체를 서로에 대해 이동시켜 수행될 수 있다.

[0440] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 화학적으로, 열적 및 기계적으로 처리된다. 바람직하게는, 이산화규소 과립 I의 동시 화학적, 열적 및 기계적 처리는, 수행된다.

[0441] 화학적 처리에서, 이산화규소 과립 I에서 불순물 함량은, 감소된다. 이를 위해, 이산화규소 과립 I은, 상승된 온도 및 염소 및 산소 함유 분위기하에서 로터리 킬른에서 처리될 수 있다. 이산화규소 과립 I에 존재하는 물은, 증발하고, 유기 물질은 반응하여 CO 및 CO_2를 형성한다. 금속 불순물은 휘발성 염소 함유 화합물로 전환될 수 있다.

[0442] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 적어도 500℃, 바람직하게는 550 내지 1300℃ 또는 600 내지 1260℃ 또는 650 내지 1200℃ 또는 700 내지 1000℃, 특히 바람직하게는 700 내지 900℃ 온도 범위의 로터리 킬른에서 염소 및 산소 함유 분위기로 처리된다. 염소 함유 분위기는, 예를 들어, HCl 또는 Cl_2 또는 둘의 조합을 함유한다. 이러한 처리는, 탄소 함량의 감소를 유발한다.

[0443] 더욱이, 바람직하게는 알칼리 및 철 분순물은 감소된다. 바람직하게는, OH 기의 수의 감소는 달성된다. 700℃ 이하의 온도에서, 처리 기간은, 길어질 수 있고, 1100℃ 이상의 온도에서, 과립의 기공이, 염소 또는 가스성 염소 화합물을 포획하여, 막히는 위험이 있다.

[0444] 바람직하게는, 이것은, 또한 연속적으로 다수의 화학 처리 단계들이, 각각 열적 및 기계적 처리와 동시에 수행되는 것도 가능하다. 예를 들어, 이산화규소 과립 I은, 염소 함유 분위기에서 먼저 처리되고, 및 연속적으로 산소 함유 분위기에서 처리될 수 있다. 그로부터 결과하는 저농도의 탄소, 수산기 및 염소는, 이산화규소 과립 Ⅱ의 용융 다운 (melting down)을 용이하게 한다.

[0445] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 단계 Ⅱ.2)는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋, 특히 바람직하게는 모든 것의 조합을 특징으로 한다:

[0446] N1) 반응물은 HCl, Cl_2 또는 이들의 조합을 포함한다;

[0447] N2) 처리는 로터리 킬른에서 수행된다;

[0448] N3) 처리는 600 내지 900℃ 범위의 온도에서 수행된다;

[0449] N4) 반응물은 역 흐름을 형성한다;

[0450] N5) 반응물은 50 내지 2000 L/h, 바람직하게는 100 내지 1000 L/h, 특히 바람직하게는 200 내지 500 L/h 범위의 가스 흐름을 갖는다;

[0451] N6) 반응물은 0 내지 50 vol.% 미만의 불활성 가스의 부피 비율을 갖는다.

[0452] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 이산화규소 분말의 입경보다 더 큰 입경을 갖는다. 바람직하게는, 이산화규소 과립 I의 입경은, 이산화규소 분말의 입경보다 최대 300배까지, 예를 들어, 250배까지 또는 200배까지 또는 150배까지 또는 100배까지 또는 50배까지 또는 20배까지 또는 10배까지, 특히 바람직하게는 2 내지 5배까지 크다.

[0453] 이러한 방식으로 얻은 이산화규소 과립은 또한 이산화규소 과립 Ⅱ로도 불린다. 특히 바람직하게는, 이산화규소

과립 Ⅱ는, 열적, 기계적 및 화학적 처리의 조합에 의해 로터리 킬른에서 이산화규소 과립 I로부터 얻어진다.

[0454] 단계 ⅰ.)에서 제공된 이산화규소 과립은, 바람직하게는 이산화규소 과립 I, 이산화규소 과립 Ⅱ 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0455] "이산화규소 과립 I"은, 연료 가스 화염에 규소 화합물의 열분해를 통해 얻어진, 이산화규소 분말의 과립화에 생성된, 이산화규소의 과립을 의미한다. 바람직한 연료 가스는, 산수소 가스 (oxyhydrogen gas), 천연가스 또는 메탄가스이고, 특히 바람직하게는 산수소 가스이다.

[0456] "이산화규소 과립 Ⅱ"는, 이산화규소 과립 I의 후 처리에 의해 생성된 이산화규소의 과립을 의미한다. 가능한 후 처리는 화학적, 열적 및/또는 기계적 처리이다. 이는, 이산화규소 과립을 제공하는 단계의 기재의 맥락에서 길이로 기재된다 (본 발명의 제1 관점의 공정 단계 Ⅱ.).

[0457] 특히 바람직하게는, 단계 ⅰ.)에서 제공된 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립 I이다. 이산화규소 과립 I은 다음과 같은 특색을 갖는다:

[0458] [A] 200ppm 미만, 바람직하게는 150ppm 미만, 예를 들어, 100ppm 미만 또는 50ppm 미만 또는 1ppm 미만 또는 500ppb 미만, 또는 200ppb 미만, 또는 1ppb 내지 200ppm 미만, 또는 1ppb 내지 100ppm, 또는 1ppb 내지 1ppm, 또는 10ppb 내지 500ppb, 또는 10ppb 내지 200ppb, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 80ppb의 염소 함량;

[0459] [B] 200ppb 미만, 바람직하게는 100ppb 미만, 예를 들어, 50ppb 미만 또는 1 내지 200ppb 또는 15 내지 100ppb, 특히 바람직하게는 1 내지 50ppb의 알루미늄 함량.

[0460] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는, 하기의 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 특징으로 한다:

[0461] [C] 20 내지 50㎡/g 범위, 예를 들어, 20 내지 40㎡/g 범위; 특히 바람직하게는 25 내지 35㎡/g의 범위에서 BET 표면적; 여기서 미세 기공 부분은, 바람직하게는 4 내지 5㎡/g 범위; 예를 들어, 4.1 내지 4.9㎡/g의 범위; 특히 바람직하게는 4.2 내지 4.8㎡/g의 범위에서 BET 표면적을 차지한다; 및

[0462] [D] 180 내지 300㎛ 범위의 평균 입자 크기;

[0463] [E] 0.5 내지 1.2g/㎤ 범위, 예를 들어, 0.6 내지 1.1g/㎤, 특히 바람직하게는 0.7 내지 1.0g/㎤의 범위에서 벌크 밀도;

[0464] [F] 50ppm 미만, 예를 들어, 40ppm 미만 또는 30ppm 미만 또는 20ppm 미만 또는 10ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 5ppm 미만의 탄소 함량;

[0465] [G] 0.5 내지 1.2 g/㎤, 예를 들어, 0.6 내지 1.1 g/㎤, 특히 바람직하게는 0.75 내지 1.0 g/㎤의 범위에서 다짐 밀도;

[0466] [H] 0.1 내지 1.5 ㎖/g, 예를 들어, 0.15 내지 1.1 ㎖/g이고; 특히 바람직하게는 0.2 내지 0.8 ㎖/g의 범위에서 기공 부피;

[0467] [I] 1000ppb 미만, 바람직하게는 1 내지 900ppb 범위, 예를 들어, 1 내지 700ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 500ppb의 범위에서 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0468] [J] 10wt.% 미만, 바람직하게는 0.01wt.% 내지 0.5wt.%, 예를 들어, 0.02 wt.% 내지 1 wt.%, 특히 바람직하게는 0.03 내지 0.5 wt.%의 잔류 수분 함량;

[0469] 여기서, wt.%, ppm 및 ppb는, 이산화규소 과립 I의 총 중량에 각각 기초로 한다.

[0470] OH 함량, 또는 수산기 함량은, 물질, 예를 들어, 이산화규소 분말, 이산화규소 과립 또는 석영 유리체에서 OH 기의 함량을 의미한다. OH 기의 함량은 제1 및 제3 OH 결합을 비교하여 적외선에서 분광학적으로 측정된다.

[0471] 염소 함량은, 이산화규소 과립, 이산화규소 분말 또는 석영 유리체에서 원소 염소 또는 염소이온의 함량을 의미한다.

[0472] 알루미늄 함량은 이산화규소 과립, 이산화규소 분말 또는 석영 유리체 내에 원소 알루미늄 또는 알루미늄 이온의 함량을 의미한다.

[0473] 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 4 내지 5㎡/g 범위; 예를 들어, 4.1 내지 4.9㎡/g의 범위; 특히 바람직하

게는 4.2 내지 4.8㎡/g의 범위에서 미세 기공 비율을 갖는다.

[0474] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 2.1 내지 2.3 g/㎤의 범위, 특히 바람직하게는 2.18 내지 2.22 g/㎤의 범위에서 밀도를 갖는다.

[0475] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 180 내지 300㎛ 범위, 예를 들어, 220 내지 280㎛ 범위, 특히 바람직하게는 230 내지 270㎛의 범위에서 평균 입자 크기를 갖는다.

[0476] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게 150 내지 300㎛ 범위, 예를 들어, 200 내지 280㎛ 범위, 특히 바람직하게는 230 내지 270㎛의 범위에서 입자 크기 D_{50}을 갖는다. 더욱이, 이산화규소 과립 I은, 50 내지 150㎛, 바람직하게는 100 내지 150㎛, 특히 바람직하게는 120 내지 150㎛의 범위에서 입자 크기 D_{10}을 갖는다. 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소 과립 I은, 250 내지 620㎛ 범위, 예를 들어, 300 내지 550㎛ 범위, 특히 바람직하게는 300 내지 450㎛의 범위에서 입자 크기 D_{90}을 갖는다.

[0477] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C] 또는 [A]/[B]/[D] 또는 [A]/[B]/[E], 더욱 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[D] 또는 [A]/[B]/[C]/[E] 또는 [A]/[B]/[D]/[E], 특히 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[D]/[E]를 갖는다.

[0478] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고 및 BET 표면적은 20 내지 40㎡/g의 범위이다.

[0479] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[D]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고 및 평균 입자 크기는 180 내지 300㎛ 범위이다.

[0480] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[E]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고 및 벌크 밀도는 0.6 내지 1.1 g/㎖ 범위이다.

[0481] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[D]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고, BET 표면적은 20 내지 40㎡/g의 범위이고, 및 평균 입자 크기는 180 내지 300㎛ 범위이다.

[0482] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[E]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고, BET 표면적은 20 내지 40㎡/g의 범위이고, 및 벌크 밀도는 0.6 내지 1.1 g/㎖ 범위이다.

[0483] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[E]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고, 평균 입자 크기는 180 내지 300㎛ 범위이고, 및 벌크 밀도는 0.6 내지 1.1 g/㎖ 범위이다.

[0484] 이산화규소 과립 I은, 바람직하게는 특색 조합 [A]/[B]/[C]/[D]/[E]를 가지며, 여기서, 염소 함량은 100ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 50ppb 미만이고, BET 표면적은 20 내지 40㎡/g의 범위이고, 평균 입자 크기는 180 내지 300㎛ 범위이고, 및 벌크 밀도는 0.6 내지 1.1 g/㎖ 범위이다.

[0485] 입자 크기는, 이산화규소 분말, 슬러리 또는 이산화규소 과립에 존재하는, 응집된 일차 입자의 입자 크기를 의미한다. 평균 입자 크기는, 나타낸 물질의 모든 입자 크기의 산술 평균을 의미한다. D_{50} 값은, 입자의 총수에 기초하여, 입자의 50%가 나타낸 값보다 작은 것을 나타낸다. D_{10} 값은, 입자의 총수에 기초하여, 입자의 10%가 나타낸 값보다 작은 것을 나타낸다. D_{90} 값은, 입자의 총수에 기초하여, 입자의 90%가 나타낸 값보다 작은 것을 나타낸다. 입자 크기는, ISO 13322-2:2006-11에 따른 동적 광 분석 공정에 의해 측정된다.

[0486] 더욱이, 특히 바람직하게는, 단계 ⅰ.)에서 제공된 이산화규소 과립은, 이산화규소 과립 Ⅱ이다. 이산화규소 과립 Ⅱ는 다음의 특색을 갖는다:

[0487] (A) 500ppm 미만, 바람직하게는 400ppm 미만, 예를 들면 350ppm 미만, 또는 바람직하게는 330ppm 미만 또는 1ppb 내지 500ppm 범위 또는 10ppb 내지 450ppm의 범위, 특히 바람직하게는 50ppb 내지 300ppm의 염소 함량; 및

[0488] (B) 200ppb 미만, 예를 들어, 150ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 150ppb 또는 1 내지 100ppb, 특히 바람직하게는 1 내지 80ppb의 알루미늄 함량.

[0489] 바람직하게는, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0490] (C) 10 내지 35㎡/g 범위, 예를 들어, 10 내지 30㎡/g 범위, 특히 바람직하게는 20 내지 30㎡/g 범위의 BET 표면적;

[0491] (D) 100 내지 300㎛ 범위, 예를 들어, 150 내지 280㎛ 범위 또는 200 내지 270㎛ 범위, 특히 바람직하게는 230 내지 260㎛ 범위의 평균 입자 크기;

[0492] (E) 0.7 내지 1.2 g/㎤ 범위, 예를 들어, 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.0 g/㎤ 범위의 벌크 밀도;

[0493] (G) 0.7 내지 1.2 g/㎤ 범위, 예를 들어, 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.0 g/㎤의 범위에서 다짐 밀도;

[0494] (H) 0.1 내지 2.5 ㎖/g의 범위, 예를 들어, 0.2 내지 1.5 ㎖/g의 범위; 특히 바람직하게는 0.4 내지 1㎖/g의 범위에서 기공 부피;

[0495] (I) 1000ppb 미만, 예를 들어, 1 내지 400ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 200ppb의 범위에서 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0496] (J) 3 wt.% 미만, 예를 들어, 0.001 wt.% 내지 2 wt.%, 특히 바람직하게는 0.01 내지 1 wt.%의 범위에서 잔류 수분 함량,

[0497] 여기서, wt.%, ppm 및 ppb는, 이산화규소 과립 Ⅱ의 총 중량에 각각 기초한다.

[0498] 바람직하게는, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 1 내지 2㎡/g 범위, 예를 들어, 1.2 내지 1.9㎡/g 범위, 특히 바람직하게는 1.3 내지 1.8㎡/g의 범위에서 미세 기공 비율을 갖는다.

[0499] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 0.5 내지 2.0g/㎤, 예를 들어, 0.6 내지 1.5g/㎤, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.2g/㎤의 밀도를 갖는다. 밀도는 시험 방법에 기재된 공정에 따라 측정된다.

[0500] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 150 내지 300㎛ 범위, 예를 들어, 200 내지 280㎛ 범위, 특히 바람직하게는 230 내지 270㎛의 범위에서 입자 크기 D_{50}을 갖는다. 더욱이, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 50 내지 150㎛의 범위, 예를 들어, 100 내지 150㎛의 범위, 특히 바람직하게는, 120 내지 150㎛의 범위에서 입자 크기 D_{10}을 갖는다. 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 250 내지 620㎛의 범위, 예를 들어, 300 내지 550㎛의 범위, 특히 바람직하게는 300 내지 450㎛의 범위에서 입자 크기 D_{90}을 갖는다.

[0501] 이산화규소 입자 Ⅱ는 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C) 또는 (A)/(B)/(D) 또는 (A)/(B)/(E), 좀 더 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(D) 또는 (A)/(B)/(C)/(E) 또는 (A)/(B)/(D)/(E), 특히 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(D)/(E)를 갖는다.

[0502] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고 및 BET 표면적은 10 내지 30㎡/g의 범위이다.

[0503] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(D)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고 및 평균 입자 크기는 150 내지 280㎛ 범위이다.

[0504] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(E)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고 및 벌크 밀도는 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위이다.

[0505] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(D)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g의 범위이고 및 평균 입자 크기는 150 내지 280㎛ 범위이다.

[0506] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(E)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g의 범위이고 및 벌크 밀도는 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위이다.

[0507] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(E)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이

고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고, 평균 입자 크기는 150 내지 280㎛ 범위이고 및 벌크 밀도는 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위이다.

[0508] 이산화규소 과립 Ⅱ는, 바람직하게는 특색 조합 (A)/(B)/(C)/(D)/(E)를 가지며, 여기서, 염소 함량은 330ppm 미만이고, 알루미늄 함량은 100ppb 미만이고, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g의 범위이고, 평균 입자 크기는 150 내지 280㎛ 범위이고 및 벌크 밀도는 0.75 내지 1.1 g/㎤ 범위이다.

[0509] 단계 ii.)

[0510] 단계 ii.)에 따르면, 유리 용융물은 이산화규소 과립에서 형성된다. 통상적으로, 이산화규소 과립은, 유리 용융물이 얻어질 때까지 가온된다. 유리 용융물을 얻기 위한 이산화규소 과립의 가온은, 원칙적으로 이러한 목적을 위해 당업자에게 알려진 임의의 방식에 의해 수행될 수 있다.

[0511] 이산화규소 과립으로부터 예를 들어, 가온에 의한 유리 용융물의 형성은, 연속 공정에 의해 수행될 수 있다. 석영 유리체의 제조를 위한 본 발명에 따른 공정에서, 이산화규소 과립은, 바람직하게는 오븐에 연속적으로 도입될 수 있거나 또는 유리 용융물은 오븐으로부터 연속적으로 제거될 수 있거나, 또는 둘 모두일 수 있다. 특히 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 오븐에 연속적으로 도입하고 및 유리 용융물은 오븐으로부터 연속적으로 제거된다.

[0512] 이를 위해, 적어도 하나의 주입구 및 적어도 하나의 배출구를 갖는 오븐은, 원칙적으로 적합하다. 주입구는, 이산화규소 및 선택적으로 추가 물질이 오븐에 도입될 수 있는, 개구부를 의미한다. 배출구는, 이산화규소의 적어도 일부가 오븐으로부터 제거될 수 있는 통하는 개구부를 의미한다. 오븐은, 예를 들어, 수직 또는 수평으로 배열될 수 있다. 바람직하게는, 오븐은 수직으로 배열된다. 바람직하게는, 적어도 하나의 주입구는, 적어도 하나의 배출구 위에 위치된다. 오븐의 고정 장치 및 특색과 연관하여, "위"는, 특히, 주입구 및 배출구와 연관하여, "위"에 배열된 공정 장치 또는 특색이 0의 절대 높이 위의 더 높은 위치를 갖는 것을 의미한다. "수직"은 오븐의 주입구 및 배출구를 직접 연결하는 선이 중력 방향에서 30° 이하로 벗어나는 것을 의미한다.

[0513] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐은 행잉 금속 시트 도가니를 포함한다. 행잉 금속 시트 도가니로, 이산화규소 과립은 도입되고, 유리 용융물을 얻기 위해 가온된다. 금속 시트 도가니는, 적어도 하나의 압연된 금속 시트를 포함하는 도가니를 의미한다. 바람직하게는, 금속 시트 도가니는, 다중 압연된 금속 시트를 갖는다. 행잉 금속 시트 도가니는, 행잉 위치 (hanging position)에서 오븐 내에 배열된 전술된 바와 같은 금속 시트 도가니를 의미한다.

[0514] 행잉 금속 시트 도가니는, 원칙적으로 당업자에게 알려지고 및 이산화규소를 용융시키는데 적절한 모든 물질들로 제조될 수 있다. 바람직하게는, 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 소결 물질, 예를 들어, 소결 금속을 포함한다. 소결 금속은, 금속 분말을 소결하여 얻어진 금속 또는 합금을 의미한다.

[0515] 바람직하게는, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 내화성 금속들로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 물품을 포함한다. 내화성 금속은 4족 (Ti, Zr, Hf), 5족 (V, Nb, Ta), 및 6족 (Cr, Mo, W)의 금속을 의미한다.

[0516] 바람직하게는, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 몰리브덴, 텅스텐 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 소결 금속을 포함한다. 더욱이, q바람직하게는, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 적어도 하나의 추가 내화성 금속, 특히 바람직하게는 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함한다.

[0517] 바람직하게는, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 내화성 금속과 몰리브덴 합금, 또는 내화성 금속과 텅스텐의 합금을 포함한다. 특히 바람직한 합금 금속은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들 중 둘 이상의 조합이다. 또 다른 실시 예에 따르면, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 텅스텐, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합과 몰리브덴의 합금이다. 예를 들어, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 몰리브덴, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합과 텅스텐의 합금일 수 있다.

[0518] 바람직하게는, 금속 시트 도가니의 전술된 금속 시트는, 내화성 금속으로 코팅될 수 있다. 바람직한 실시 예에 따르면, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 몰리브덴 또는 텅스텐, 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 코팅된다.

[0519] 바람직하게는, 금속 시트 및 코팅은 다른 조성물을 갖는다. 예를 들어, 몰리브덴 금속 시트는, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 텅스텐 또는 이들의 둘 이상의 조합의 하나 또는 다중 코트 (coats)로 코팅될 수 있다. 또 다른 실시 예에 따르면, 텅스텐 금속 시트는, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 몰리브덴 또는 이들 중 둘 이상의 조합의 하나 또는 다중 층으로 코팅된다. 또 다른 실시 예에 따르면, 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 레늄과

합금된 몰리브덴 또는 레늄과 합금된 텅스텐으로 제조될 수 있으며, 및 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들 중 둘 이상의 조합을 포함하는, 하나 또는 다중 층을 갖는 도가니 내측에 코팅된다.

[0520] 바람직하게는, 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 이론 밀도의 95%이상, 예를 들어, 95% 내지 98% 또는 96% 내지 98%의 밀도를 갖는다. 더욱 바람직하게는, 더 높은 이론 밀도, 특히 98 내지 99.95%의 범위이다. 기본 물질의 이론 밀도는, 기공이 없고 및 100% 치밀한 물질의 밀도에 상응한다. 이론 밀도의 95% 이상의 금속 시트 도가니의 금속 시트의 밀도는, 예를 들어, 소결 금속을 소결시켜 및 이후 소결된 금속의 조밀화(compactification)에 의해 얻어질 수 있다. 특히 바람직하게는, 금속 시트 도가니는, 소결 금속을 소결하여, 금속 시트를 얻기 위해 압연하여 및 도가니를 얻기 위해 금속 시트를 가공하여 얻을 수 있다.

[0521] 바람직하게는, 금속 시트 도가니는, 적어도 뚜껑, 벽 및 기초판 (base plate)을 갖는다. 바람직하게는, 행잉 금속 시트 도가니는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯 또는 모두를 갖는다:

[0522] (a) 금속 시트의 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 다섯 개, 특히 바람직하게는 셋 또는 네 개의 층;

[0523] (b) 적어도 하나의 금속 시트, 예를 들어, 적어도 셋 또는 적어도 넷 또는 적어도 여섯 또는 적어도 여덟 또는 적어도 12 또는 적어도 15 또는 적어도 16 또는 적어도 20 금속 시트, 특히 바람직하게는 12 또는 16 금속 시트;

[0524] (c) 두 개의 금속 시트 부분 사이의 적어도 하나의 접합 (join), 예를 들어, 행잉 금속 시트 도가니의 동일한 둘 사이 또는 다중 다른 금속 시트 부분 사이에, 적어도 둘, 적어도 다섯 또는 적어도 열 또는 적어도 18 또는 적어도 24 또는 적어도 36 또는 적어도 48 또는 적어도 60 또는 적어도 72 또는 적어도 48 또는 적어도 96 또는 적어도 120 또는 적어도 160, 특히 바람직하게는 36 또는 48의 접합;

[0525] (d) 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트 부분은, 예를 들어, 적어도 하나의 접합으로, 예를 들어, 디프 드로잉(deep drawing)에 의해, 예를 들어, 디프 드로잉과 금속 시트 칼라링 (collaring)의 조합에 의해 리벳으로 고정된다. 선택적으로, 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트 부분은, 카운터싱크 (countersinking)에 의해 함께 볼트로 죄거나; 나사로 고정되거나 또는 용접될 수 있다. 용접은, 용접 점 (weld points)의 소결 및 전자빔 용접에 의해 수행된다. 특히 바람직하게는, 상기 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트 부분은 리벳으로 고정된다;

[0526] (e) 행잉 금속 시트 도가니의 금속 시트는, 바람직하게는 소결된 금속 또는 소결된 합금의 성형에 의해, 물리적 밀도의 증가와 관련된 성형 단계에 의해 얻을 수 있음; 더군다나, 바람직하게는, 상기 성형은 압연임;

[0527] (f) 예를 들어, 도가니 물질의 구리, 알루미늄, 강철, 철, 니켈 또는 내화성 금속의, 행거 어셈블리 (hanger assembly), 바람직하게는 구리 또는 강철의 수냉식 행거 어셈블리;

[0528] (g) 노즐, 바람직하게는 도가니에 영구적으로 고정된 노즐;

[0529] (h) 맨드릴 (mandrel), 예를 들어, 핀으로 노즐에 고정된 맨드릴 또는 지지 막대로 뚜껑에 고정된 맨드릴 또는 지지 막대로 도가니 아래에 부착된 맨드릴;

[0530] (i) 예를 들어, 주입관 (filling pipe)의 형태로 또는 개별 주입구로서, 적어도 하나의 가스 주입구;

[0531] (j) 예를 들어, 도가니의 벽 또는 뚜껑에 개별 배출구로서, 적어도 하나의 가스 배출구;

[0532] (k) 냉각 재킷, 바람직하게는 수냉식 재킷;

[0533] (l) 외부의 단열재, 바람직하게는 산화지르코늄으로 제조된 외부 단열재.

[0534] 행잉 금속 시트 도가니는, 원칙적으로 당업자에게 알려지고 및 당업자에게 적당한 것으로 보여지는 임의의 방식으로 가열될 수 있다. 행잉 금속 시트 도가니는, 예를 들어, 전기 발열체 (저항) 또는 유도에 의해 가열될 수 있다. 저항 가열의 경우, 금속 시트 도가니의 고체 표면은, 외부로부터 가온되며, 및 거기로로부터 이의 내부까지 에너지를 전달한다.

[0535] 본 발명의 바람직한 구체 예에 따르면, 금속 시트 도가니로의 에너지 전달은, 금속 시트 도가니, 또는 그 안에 존재하는 벌크 물질, 또는 이들 모두를, 예를 들어, 금속 시트 도가니 내로 또는 금속 시트 도가니 상으로 향하는 버너 화염과 같은, 화염을 사용하는 가온에 의해 수행되지 않는다.

[0536] 행잉 배열 (hanging arrangement)에 의해, 행잉 금속 시트 도가니는, 오븐에서 이동될 수 있다. 바람직하게는,

도가니는, 적어도 부분적으로 오븐 내로 이동되고 및 오븐에서 이동될 수 있다. 다른 가열 영역이 오븐에 존재하는 경우, 이들의 온도 프로파일은, 오븐에 존재하는 도가니로 전달될 것이다. 오븐에서 도가니의 위치를 변경하여, 다중 가열 존, 다양한 가열 존 또는 다중 다양한 가열 존은, 도가니에서 생성될 수 있다.

[0537] 금속 시트 도가니는 노즐을 갖는다. 노즐은 노즐 물질로 만들어진다. 바람직하게는, 노즐 물질은, 노즐 물질의 이론 밀도에 기초하여, 95% 초과의 범위, 예를 들어, 98 내지 100%, 특히 바람직하게는 99 내지 99.999%의 밀도로, 사전-조밀화된 물질을 포함한다. 바람직하게는, 노즐 물질은, 내화성 금속, 예를 들어, 몰리브덴, 텅스텐 또는 이들의 조합과 함께 추가 내화성 금속을 포함한다. 몰리브덴은 특히 바람직한 노즐 물질이다. 바람직하게는, 몰리브덴을 포함하는 노즐은, 이론 밀도의 100% 밀도를 갖는다.

[0538] 바람직하게는, 금속 시트 도가니에 포함된 기초판은, 금속 시트 도가니의 측면보다 더 두껍다. 바람직하게는, 기초판은 금속 시트 도가니의 측면과 동일한 물질로 만들어진다. 바람직하게는, 금속 시트 도가니의 기초판은 압련된 금속 시트가 아니다. 기초판은, 매번 금속 시트 도가니의 벽과 비교하여, 1.1 내지 5000배 만큼 또는 2 내지 1000배 만큼 또는 4 내지 500배 만큼, 특히 바람직하게는 5 내지 50배 만큼 두껍다.

[0539] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐은, 행잉 또는 스탠딩 소결 도가니를 포함한다. 이산화규소 과립은, 행잉 또는 스탠딩 소결 도가니로 도입되고, 및 가온되어 유리 용융물을 얻는다.

[0540] 소결 도가니는, 적어도 하나의 소결 금속을 포함하고 및 금속의 이론 밀도의 최대 96%의 밀도를 갖는, 소결 물질로 만들어진 도가니를 의미한다. 소결 금속은, 금속 분말의 소결에 의해 얻어진 금속의 합금을 의미한다.

[0541] 바람직하게는, 소결 도가니의 소결 물질은, 소결 물질의 이론 밀도의 85% 이상, 예를 들어, 85% 내지 95% 또는 90% 내지 94%, 특히 바람직하게는 91% 내지 93%의 밀도를 갖는다.

[0542] 소결 물질은, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이산화규소를 용융시키는데 적절한 임의의 물질로 만들어질 수 있다. 바람직하게는, 소결 물질은, 내화성 금속, 그래파이트 또는 그래파이트 포일로 라이닝된 물질로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 요소로 만들어진다.

[0543] 바람직하게는, 소결 물질은, 몰리브덴, 텅스텐 및 이의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 제1 소결 금속을 포함한다. 더구나, 바람직하게는, 소결 물질은, 몰리브덴, 텅스텐, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 특히 바람직하게 선택된 제1 소결 금속과 다른 적어도 하나의 추가 내화성 금속을 부가적으로 포함한다.

[0544] 바람직하게는, 소결 물질은 내화성 금속과 몰리브덴의 합금, 또는 내화성 금속과 텅스텐의 합금을 포함한다. 특히 바람직하게는, 합금 금속은 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합이다. 또 다른 실시예에 따르면, 소결 물질은, 텅스텐, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합과 몰리브덴의 합금을 포함한다. 예를 들어, 소결 물질은, 몰리브덴, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합과 텅스텐의 합금을 포함할 수 있다.

[0545] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 전술된 소결 금속은, 내화성 금속, 특히 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 코팅을 포함할 수 있다. 바람직한 실시 예에 따르면, 코팅은 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 몰리브덴 또는 텅스텐, 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함한다.

[0546] 바람직하게는, 소결 물질 및 이의 코팅은 다른 조성물을 갖는다. 예로는 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 텅스텐 또는 이들의 둘 이상의 조합의 하나 이상의 층으로 코팅된 몰리브덴을 포함하는 소결 물질이다. 또 다른 실시예에 따르면, 텅스텐을 포함하는 소결 물질은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄, 몰리브덴 또는 이들의 둘 이상의 조합의 하나 이상의 층으로 코팅된다. 또 다른 실시 예에 따르면, 소결 물질은, 레늄과 몰리브덴 합금 또는 레늄과 텅스텐 합금으로 만들어지고, 및 레늄, 오스뮴, 이리듐, 루테늄을 포함하거나, 또는 이들의 둘 이상의 조합을 포함하는 하나 또는 다중 층으로 도가니의 내측 상에 코팅될 수 있다.

[0547] 바람직하게는, 소결 도가니는, 몰드 (mould)을 얻기 위해 소결 물질을 소결하여 만들어진다. 소결 도가니는, 전체적으로 몰드에서 만들어질 수 있다. 소결 도가니의 개별 부분으로 몰드에서 제조되고 및 나중에 가공되어 소결 도가니를 얻는 것도 가능하다. 바람직하게는, 도가니는 하나 이상의 부분, 예를 들어, 기초판 및 하나 이상의 측면 부분으로 만들어진다. 측면 부분은, 바람직하게는, 도가니의 둘레에 기초하여, 원피스 (one piece)로 만들어진다. 바람직하게는, 소결 도가니는, 서로의 상부에 배열된 다수의 측면 부분으로 만들어질 수 있다. 바람직하게는, 소결 도가니의 측면 부분은, 스크루잉 (screwing)에 의해 또는 은촉이음 연결 (tongue and groove connection)에 의해 밀봉된다. 스크루잉은 바람직하게는 경계에서 나삿니 (thread)를 갖는 측면 부분을 만들어

달성된다. 은촉이음 연결의 경우에, 형성-폐쇄 연결 (form-closed connection)이 도가니 벽의 평면에 수직으로 형성되도록, 각각 접합되는 2개의 측면 부분은, 텅 (tongue)이 연결 제3부분으로 도입되는 경계에서 노치 (notch)를 갖는다. 특히 바람직하게는, 소결 도가니는, 하나 이상의 측면 부분, 예를 들어, 둘 이상의 측면 부분, 특히 바람직하게는 셋 이상의 측면 부분으로 만들어진다. 특히 바람직하게는, 행잉 소결 도가니의 부분은 나사로 고정된다. 특히 바람직하게는, 스탠딩 소결 도가니의 부분은 은촉이음 연결에 의해 연결된다.

[0548] 기초판은, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이러한 목적에 적절한 임의의 수단에 의해 도가니 벽과 연결될 수 있다. 바람직한 구체 예에 따르면, 기초판은 외부로 향하는 나삿니를 갖고, 및 기초판은 이것에 나사 고정에 의해 도가니 벽과 연결된다. 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 기초판은 스크루에 의해 도가니 벽에 연결된다. 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 기초판은, 예를 들어, 도가니 벽의 내부로 향하는 플랜지 (flange) 상에 기초판을 놓아서, 소결 도가니에서 매달리게 된다. 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 도가니 벽의 적어도 일부 및 조밀화된 기초판은, 원피스로 소결된다. 특히 바람직하게는, 행잉 소결 도가니의 도가니 벽 및 기초판은, 나사로 고정된다. 특히 바람직하게는, 스탠딩 소결 도가니의 도가니 벽 및 기초판은, 은촉이음 연결에 의해 연결된다.

[0549] 바람직하게는, 소결 도가니에 의해 포함된 기초판은 측면보다, 예를 들어, 1.1 내지 20배 두꺼운 또는 1.2 내지 10배 두꺼운 또는 1.5 내지 7배 두꺼운, 특히 바람직하게는 2 내지 5배 더 두껍다. 바람직하게는, 측면은, 원주에 걸쳐 및 소결 도가니의 높이에 걸쳐 일정한 벽 두께를 갖는다.

[0550] 소결 도가니는, 노즐을 갖는다. 노즐은 노즐 물질로 만들어진다. 바람직하게는, 노즐 물질은, 예를 들어, 노즐 물질의 이론 밀도에 기초한 각 경우에서, 95% 초과, 예를 들어, 98 내지 100%, 특히 바람직하게는 99 내지 99.999%의 밀도로, 사전-조밀화된 물질을 포함한다. 바람직하게는, 노즐 물질은, 내화성 금속, 예를 들어, 몰리브덴, 텅스텐 또는 이로부터의 조합과 추가의 내화성 금속을 포함한다. 몰리브덴은 특히 바람직한 노즐 물질이다. 바람직하게는, 몰리브덴을 포함하는 노즐은, 이론 밀도의 100%의 밀도를 가질 수 있다.

[0551] 행잉 소결 도가니는 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 적절한 것으로 알려진 임의의 방식으로 가열될 수 있다. 행잉 소결 도가니는, 예를 들어, 유도적으로 또는 저항적으로 가열될 수 있다. 유도 가열의 경우, 에너지는, 소결 도가니의 측벽에 코일을 통해 직접 도입되고 및 거기로부터 도가니의 내부로 전달된다. 저항 가열의 경우, 에너지는, 방사선 (radiation)에 의해 도입되고, 이에 의해 고체 표면은 외부로부터 가온되며, 및 에너지는 거기로부터 내부로 전달된다. 바람직하게는, 소결 도가니는 유도적으로 가열된다.

[0552] 본 발명의 바람직한 구체 예에 따르면, 소결 도가니로의 에너지 전달은, 화염, 예를 들어, 소결 도가니 내로 또는 소결 도가니 상으로 향하는 버너 화염을 사용하여, 도가니, 또는 그 안에 존재하는 벌크 물질, 또는 이들 모두를, 가온하여 수행되지 않는다.

[0553] 바람직하게는, 소결 도가니는, 하나 이상의 가열 존, 예를 들어, 하나 또는 둘 또는 셋 또는 셋 이상 가열 존, 바람직하게는 하나 또는 둘 또는 셋의 가열 존, 특히 바람직하게는 하나의 가열 존을 갖는다. 소결 도가니의 가열 존은, 동일한 온도 또는 다른 온도에서 발생할 수 있다. 예를 들어, 모든 가열 존은, 하나의 온도에서 발생할 수 있거나, 또는 모든 가열 존은 다른 온도에서 발생할 수 있고, 또는 둘 이상 가열 존은 하나의 온도에서 발생할 수 있으며, 및 하나 이상의 가열 존은, 서로 독립적으로, 다른 온도에서 발생할 수 있다. 바람직하게는, 모든 가열 존은, 다른 온도에서 발생하는데, 예를 들어, 가열 존의 온도는, 이산화규소 과립의 물질 수송의 방향에서 증가한다.

[0554] 행잉 소결 도가니는, 오븐에 매달려 배열된 전술된 바와 같은 소결 도가니를 의미한다.

[0555] 바람직하게는, 행잉 소결 도가니는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 모두를 갖는다:

[0556] {a} 행잉 어셈블리, 바람직하게는 높이 조절이 가능한 행잉 어셈블리;

[0557] {b} 측면 부분으로 함께 밀봉된 적어도 두 개의 링, 바람직하게는 측면 부분으로 서로 나사 고정된 적어도 두 개의 링;

[0558] {c} 노즐, 바람직하게는 도가니에 영구적으로 부착된 노즐;

[0559] {d} 맨드릴, 예를 들어, 핀으로 노즐에 고정된 맨드릴 또는 지지 막대로 뚜껑에 고정된 맨드릴 또는 지지 막대로 도가니 하부에 부착된 맨드릴;

[0560] {e} 예를 들어, 주입관의 형태로 또는 개별 주입구로서, 특히 바람직하게는 주입관의 형태로의, 적어도 하나의 가스 주입구;

[0561] {f} 예를 들어, 도가니의 뚜껑 또는 벽에 있는 적어도 하나의 가스 배출구;

[0562] {g} 냉각 재킷, 특히 바람직하게는 수냉식 재킷;

[0563] {h} 도가니의 외부, 예를 들어, 냉각된 재킷의 외부 상에 단열재, 바람직하게는 산화지르코늄으로 만들어진 단열층.

[0564] 행잉 어셈블리는, 바람직하게는, 행잉 소결 어셈블리의 제작 동안 설치되는 행잉 어셈블리, 예를 들어, 도가니의 필수 구성요소로 제공되는 행잉 어셈블리, 특히 바람직하게는 도가니의 필수 구성요소로서 소결 물질에서 제공되는 행잉 어셈블리이다. 더욱이, 행잉 어셈블리는, 바람직하게는 소결 도가니에 설치되고 및 소결 물질과 다른 물질, 예를 들어, 알루미늄, 강철, 철, 니켈 또는 구리, 바람직하게는 구리로 만들어진 행잉 어셈블리, 특히 바람직하게는, 소결 도가니 상에 설치된 구리로 만들어진, 냉각된, 예를 들어, 수냉식, 행잉 어셈블리이다.

[0565] 행잉 어셈블리의 관점에서, 행잉 소결 도가니는, 오븐에 이동될 수 있다. 바람직하게는, 도가니는, 적어도 부분적으로 도입될 수 있고, 오븐으로부터 빼낼 수 있다. 다른 가열 존이 오븐에 존재한다면, 이들의 온도 프로파일은, 오븐에 존재하는 도가니에 전달될 것이다. 오븐에서 도가니의 위치를 변화시켜, 다중 가열 존, 변화하는 가열 존 또는 다중 변화하는 가열 존은 도가니에서 생성될 수 있다.

[0566] 스탠딩 소결 도가니는, 오븐에 스탠딩 배열된 전술된 타입의 소결 도가니를 의미한다.

[0567] 바람직하게는, 스탠딩 소결 도가니는, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 모두를 갖는다:

[0568] /a/ 스탠딩 구역 (standing area)으로 형성된 영역, 바람직하게는 도가니의 기저 상에 스탠딩 구역으로 형성된 영역, 더욱 바람직하게는, 도가니의 기초판에서 스탠딩 구역으로 형성된 구역, 특히 바람직하게는 도가니의 기저의 외부 에지에서 스탠딩 구역으로 형성된 구역;

[0569] /b/ 측면 부분으로서 서로 밀봉된 적어도 두 개의 링, 바람직하게는 측면 부분으로서 은촉이음 연결에 의해 서로 밀봉된 적어도 두 개의 링;

[0570] /c/ 노즐, 바람직하게는 도가니에 영구적으로 부착된 노즐, 특히 바람직하게는 스탠딩 구역으로 형성되지 않은 도가니의 기저의 영역에 영구적으로 부착된 노즐;

[0571] /d/ 맨드릴, 예를 들어, 핀으로 노즐에 고정된 맨드릴 또는 핀으로 뚜껑에 고정된 맨드릴 또는 지지 막대로 도가니 하부에 부착된 맨드릴;

[0572] /e/ 예를 들어, 주입관의 형태로 또는 개별 주입구로서, 적어도 하나의 가스 주입구;

[0573] /f/ 예를 들어, 도가니의 뚜껑 또는 벽에 개별 배출구로서, 적어도 하나의 가스 배출구;

[0574] /g/ 뚜껑.

[0575] 스탠딩 소결 도가니는, 바람직하게는 오븐 내에 및 오븐 밑 영역 내에 가스실의 분리를 갖는다. 오븐 밑 구역은, 노즐 밑 구역을 의미하고, 여기서 제거된 유리 용융물은 존재한다. 바람직하게는, 가스실은 도가니가 서 있는 표면에 의해 분리된다. 오븐의 내벽과 도가니의 외벽 사이에 오븐의 가스실에 존재하는 가스는, 오븐 밑 영역으로 새어 나오지 않을 수 있다. 제거된 유리 용융물은, 오븐의 가스실로부터 가스와 접촉하지 않는다. 바람직하게는, 스탠딩 배열의 소결 도가니와 함께 오븐으로부터 제거된 유리 용융물 및 이로부터 형성된 석영 유리체는, 행잉 배열의 소결 도가니와 함께 오븐으로부터 제거된 용융물 및 이로부터 형성된 석영 유리체보다 더 높은 표면 순도를 갖는다.

[0576] 바람직하게는, 도가니는, 이산화규소 과립이 도가니 주입구를 통해 및 오븐의 주입구를 통해 도가니로 유입될 수 있고 및 유리 용융물이 도가니의 배출구를 통해 및 오븐의 배출구를 통해 제거될 수 있는 방식으로 오븐의 주입구 및 배출구와 연결된다.

[0577] 바람직하게는, 도가니는, 적어도 하나의 주입구에 부가하여, 가스가 도입 및 제거될 수 있는, 적어도 하나의 개구부, 바람직하게는 다수의 개구부를 포함한다. 바람직하게는, 도가니는, 적어도 두 개의 개구부를 포함하며, 이에 의해 적어도 하나는 가스 주입구로서 사용될 수 있고, 및 적어도 하나는 가스 배출구로서 사용될 수 있다.

바람직하게는, 가스 주입구로서 적어도 하나의 개구부 및 가스 배출구로서 적어도 하나의 개구부의 사용은, 도가니에서 가스 흐름을 이끈다.

[0578] 이산화규소 과립은, 도가니의 주입구를 통해 도가니 내로 도입되고 및 나중에 도가니에서 가온된다. 가온은 가스 또는 둘 이상의 가스의 가스 혼합물의 존재하에서 수행될 수 있다. 더구나, 가온 동안, 이산화규소 과립에 부착된 물은, 가스 상 (gas phase)으로 전환하여 또 다른 가스를 형성할 수 있다. 가스 또는 둘 이상의 가스의 혼합물은, 도가니의 가스실에 존재한다. 도가니의 가스실은, 고체 또는 액체 상들에 의해 차지되지 않는 도가니 내에 구역을 의미한다. 적절한 가스는, 예를 들어, 수소, 불활성 가스뿐만 아니라 이들의 둘 이상이다. 불활성 가스는, 2400℃의 온도까지 도가니에 존재하는 물질과 반응하지 않는 가스를 의미한다. 바람직한 불활성 가스는, 질소, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤 및 크세논이고, 특히 바람직하게는 아르곤 및 헬륨이다. 바람직하게는, 가온은 환원 분위기에서 수행된다. 이는 수소 또는 수소 및 불활성 가스의 조합, 예를 들어, 수소 및 헬륨의 조합, 또는 수소 및 질소의 조합, 또는 수소 및 아르곤의 조합, 특히 바람직하게는 수소 및 헬륨의 조합에 의해 제공될 수 있다.

[0579] 바람직하게는, 수소, 적어도 하나의 불활성 가스, 또는 수소 및 적어도 하나의 불활성 가스의 조합에 대한 교환에서 공기, 산소 및 물의 적어도 부분적 가스 교환은, 이산화규소 과립에 대해 수행된다. 적어도 부분적 가스 교환은, 이산화규소 과립의 도입 동안, 또는 가온 전에, 또는 가온 동안, 또는 전술된 활동 중 적어도 둘 동안 이산화규소 과립에 대해 수행된다. 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 수소 및 적어도 하나의 불활성 가스, 예를 들어, 아르곤 또는 헬륨의 가스 흐름에서 용융물에 대해 가온된다.

[0580] 바람직하게는, 가스 배출구를 통해 빠져나오는 가스의 이슬점은, 0℃ 미만이다. 이슬점은, 고정된 압력하에서 논의되는 가스 또는 가스 혼합물의 일부가 응축되는 온도 아래를 의미한다. 일반적으로, 이것은 물의 응축을 의미한다. 이슬점은, 방법 섹션에서 기재된 시험 방법에 따라 이슬점 미러 습도계 (mirror hygrometer)로 측정된다.

[0581] 바람직하게는, 오븐은, 바람직하게는 또한 그 안에 발견된 용융 도가니와 마찬가지로, 적어도 하나의 가스 배출구를 가지며, 오븐 내로 도입된 가스 및 오븐의 실행 동안 형성된 가스가 이를 통해 제거된다. 오븐은, 부가적으로 적어도 하나의 전용 가스 주입구를 가질 수 있다. 선택적으로 또는 부가적으로, 가스는, 고체 주입구로도 언급되는, 주입구를 통해, 예를 들어, 이산화규소 과립과 함께, 또는 사전에, 이후에, 또는 전술된 가능성 중 둘 이상의 조합에 의해, 도입될 수 있다.

[0582] 바람직하게는, 가스 배출구를 통해 오븐으로부터 제거되는 가스는, 가스 배출구를 통해 오븐으로부터 배출시 0℃ 미만, 예를 들어, -10℃ 미만, 또는 -20℃ 미만의 이슬점을 갖는다. 이슬점은 5 내지 20 mbar의 다소 과압에서 방법 섹션에 기재된 시험 방법에 따라 측정된다. 적절한 측정 장치는, 예를 들어, D-61381 Friedrichsdorf, Michell Instruments GmbH 사로부터의 "Optidew" 장치이다.

[0583] 가스의 이슬점은, 바람직하게는 오븐의 가스 배출구로부터 10cm 이상의 거리의 측정 위치에서 측정된다. 종종, 이 거리는 10cm 내지 5m이다. 여기서 "배출시"로 언급되는 - 이 거리의 범위에서, 오븐의 가스 배출구로부터 측정 위치의 거리는, 이슬점 측정의 결과에 대해 중요하지 않다. 가스는, 유체 연결부, 예를 들어, 호스 또는 튜브에 의해 측정 위치로 운반된다. 측정 위치에서 가스의 온도는, 종종 10 내지 60℃, 예를 들어, 20 내지 50℃, 특히 20 내지 30℃이다.

[0584] 적절한 가스 및 가스 혼합물은, 이미 기재되어 있다. 이것은, 위에서 개시된 값이 각각의 지명된 가스 및 가스 혼합물에 적용되는 개별 시험의 맥락에서 확립된다.

[0585] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 가스 또는 가스 혼합물은, 오븐, 특히 용융 도가니 내로 유입하기 전에, -50℃ 미만, 예를 들어, -60℃ 미만, 또는 -70℃ 미만, 또는 -80℃ 미만의 이슬점을 갖는다. 이슬점은, 일반적으로 -60℃를 초과하지 않는다. 또한, 오븐으로 유입시 이슬점에 대하여 다음의 범위는 바람직하다: -50 내지 -100℃; -60 내지 -100℃ 및 -70 내지 -100℃.

[0586] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐으로 유입되기 전에 가스의 이슬점은, 용융 도가니로부터 배출시 적어도 50℃ 미만, 예를 들어, 적어도 60℃ 미만, 또는 심지어 80℃ 미만이다. 용융 도가니로부터 배출시 이슬점을 측정하기 위해, 전술된 개시는 적용된다. 오븐에 유입되기 전에 이슬점을 측정하기 위해, 상기 개시는 유사하게 적용된다. 수분에 기여하는 공급원이 존재하지 않고 및 측정 위치와 오븐 사이에 응축의 가능성이 없으므로, 오븐의 가스 주입구에 측정 위치의 거리는, 관련이 없다.

[0587] 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐, 특히 용융 도가니는, 200 내지 3000 L/h의 범위에서 가스 교환 속도로 작동

된다.

[0588] 바람직한 구체 예에 따르면, 이슬점은, 측정 셀 (measuring cell)에서 측정되고, 상기 측정 셀은 가스 배출구를 통해 통과하는 가스로부터 막에 의해 분리된다. 상기 막은 바람직하게는 수분에 침투 가능하다. 이들 수단에 의해, 측정 셀은, 가스 흐름에 존재하고 및 가스 흐름과 함께, 용융 오븐으로부터, 특히 용융 도가니로부터 운반되는, 먼지 및 다른 입자로부터 보호될 수 있다. 이러한 방식으로, 측정 프로브 (measuring probe)의 작업 시간은, 상당히 증가될 수 있다. 작업 시간은, 이 시간 동안 측정 프로브의 교체, 또는 측정 프로브의 세정이 요구되는 않는, 오븐의 작동의 시간을 의미한다.

[0589] 바람직한 구체 예에 따르면, 이슬점 미러 측정 장치는, 사용된다.

[0590] 오븐의 가스 배출구에서 이슬점은, 설정될 수 있다. 바람직하게는, 오븐의 배출구에서 이슬점을 설정하기 위한 공정은, 다음 단계를 포함한다:

[0591] I) 오븐에 투입 물질을 제공하는 단계, 여기서 투입 물질은 잔류 수분을 가짐;

[0592] Ⅱ) 오븐을 작동하는 단계, 여기서 가스 흐름은, 오븐을 통해 통과됨, 및

[0593] Ⅲ) 투입 물질의 잔류 수분 또는 가스 흐름의 가스 대체율을 변화시키는 단계.

[0594] 바람직하게는, 본 공정은 0℃ 미만, 예를 들어, -10℃ 미만, 특히 바람직하게는 -20℃ 미만의 범위로 이슬점을 설정하는데 사용될 수 있다. 더욱 바람직하게는, 이슬점은, 0℃ 내지 -100℃ 미만, 예를 들어, -10℃ 내지 -80℃ 미만, 특히 바람직하게는 -20℃ 내지 -60℃의 범위로 설정될 수 있다.

[0595] 석영 유리체의 제조를 위해, "투입 물질"은, 제공되는 이산화규소 과립, 바람직하게는 이산화규소 과립, 이산화규소 결정립, 또는 이의 조합을 의미한다. 이산화규소 입자, 과립 및 결정립은, 바람직하게는 제1 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0596] 오븐 및 가스 흐름은, 바람직하게는 제1 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다. 바람직하게는, 가스 흐름은, 주입구를 통해 오븐으로 가스를 도입하는 단계 및 배출구를 통해 오븐으로부터 가스를 제거하는 단계에 의해 형성된다. "가스 대체율"은 단위 시간당 배출구를 통해 오븐으로부터 통과된 가스의 부피를 의미한다. 가스 대체율은, 또한 가스 흐름의 처리량 또는 부피 처리량으로 불린다.

[0597] 이슬점의 설정은, 특히, 투입 물질의 잔류 수분을 변화시켜 또는 가스 흐름의 가스 대체율에 의해 수행될 수 있다. 예를 들어, 이슬점은, 투입 물질의 잔류 수분을 증가시켜 증가될 수 있다. 투입 물질의 잔류 수분을 감소시켜, 이슬점은 감소될 수 있다. 가스 대체율에서 증가는, 이슬점에서 감소로 이어질 수 있다. 다른 한편, 감소된 가스 대체율은, 증가된 이슬점을 산출할 수 있다.

[0598] 바람직하게는, 가스 흐름의 가스 대체율은, 200 내지 3000 L/h, 예를 들어, 200 내지 2000 L/h, 특히 바람직하게는 200 내지 1000 L/h의 범위이다.

[0599] 투입 물질의 잔류 수분은, 투입 물질의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 바람직하게는 0.001 wt.% 내지 5 wt.%, 예를 들어, 0.01 내지 1 wt.%, 특히 바람직하게는 0.03 내지 0.5 wt.%의 범위이다.

[0600] 바람직하게는, 이슬점은 또한 추가 요인에 의해 영향받을 수 있다. 이러한 수단의 예로는, 오븐으로 유입시 가스 흐름의 이슬점, 오븐 온도 및 가스 흐름의 조성물이다. 오븐으로 유입시 가스 흐름의 이슬점의 감소, 오븐 온도의 감소, 또는 오븐의 배출구에서 가스 흐름의 온도의 감소는, 배출구에서 가스 흐름의 이슬점의 감소로 이어질 수 있다. 오븐의 배출구에서 가스 흐름의 온도는, 이슬점 이상이기만 하면, 이슬점에 대해 영향이 없다.

[0601] 특히 바람직하게는, 이슬점은, 가스 흐름의 가스 대체율을 변화시켜 설정된다.

[0602] 바람직하게는, 공정은 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋, 특히 바람직하게는 적어도 넷을 특징으로 한다:

[0603] I} 투입 물질의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 0.001 내지 5 wt.% 범위, 예를 들어, 0.01 내지 1 wt.%, 특히 바람직하게는 0.03 내지 0.5 wt.%의 범위에서 투입 물질의 잔류 수분;

[0604] Ⅱ} 200 내지 3000 L/h, 예를 들어, 200 내지 2000 L/h, 특히 바람직하게는 200 내지 1000 L/h의 범위에서 가스 흐름의 가스 대체율;

[0605] Ⅲ} 1700 내지 2500℃ 범위, 예를 들어, 1900 내지 2400℃ 범위, 특히 바람직하게는 2100 내지 2300℃의 범위에

서 오븐 온도;

[0606] IV} -50℃ 내지 -100℃ 범위, 예를 들어, -60℃ 내지 -100℃, 특히 바람직하게는 -70℃ 내지 -100℃의 범위에서 오븐에 유입시 가스 흐름의 이슬점;

[0607] V} 20:80 내지 95:5의 비에서 헬륨, 수소 또는 이들의 조합, 바람직하게는 헬륨 및 수소의 조합을 포함하는 가스 흐름;

[0608] VI} 10 내지 60℃, 예를 들어, 20 내지 50℃, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃ 범위의 배출구에서 가스의 온도.

[0609] 높은 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립을 사용하는 경우, 오븐의 주입구에서 높은 가스 대체율 및 낮은 이슬점으로 가스 흐름을 사용하는 것이 특히 바람직하다. 대조적으로, 낮은 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립을 사용하는 경우, 오븐의 주입구에서 낮은 가스 대체율 및 높은 이슬점으로 가스 흐름은 사용될 수 있다.

[0610] 특히 바람직하게는, 3 wt.% 미만의 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립을 사용하는 경우, 헬륨 및 수소를 포함하는 가스 흐름의 가스 대체율은, 200 내지 3000 L/h의 범위일 수 있다.

[0611] 0.1%의 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립이 30 kg/h으로 오븐에 주입되는 경우, 가스 흐름의 가스 대체율은, 2800 내지 3000 l/h의 범위에서 He/H_2 = 50:50의 경우에 선택되고 및 2700 내지 2900 l/h 범위에서, He/H_2 = 30:70의 경우에 선택되며, 및 -90℃의 오븐으로 유입 전에 가스 흐름의 이슬점은 선택된다. 0℃ 미만의 이슬점은, 이에 의해, 가스 배출구에서 얻어진다.

[0612] 0.05%의 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립이 30 kg/h으로 오븐에 주입되는 경우, 가스 흐름의 가스 대체율은, 1900 내지 2100 l/h의 범위에서, He/H_2 = 50:50의 경우에 선택되고 및 1800 내지 2000 l/h 범위에서, He/H_2 = 30:70의 경우에 선택되며, 및 -90℃의 오븐으로 유입 전에 가스 흐름의 이슬점은, 선택된다. 0℃ 미만의 이슬점은, 이에 의해, 가스 배출구에서 얻어진다.

[0613] 0.03%의 잔류 수분을 갖는 이산화규소 과립이 30 kg/h으로 오븐에 주입되는 경우, 가스 흐름의 가스 대체율은, 1400 내지 1600 l/h의 범위에서 He/H_2 = 50:50의 경우에 선택되고 및 1200 내지 1400 l/h 범위에서, He/H_2 = 30:70의 경우에 선택되며, 및 -90℃의 오븐으로 유입 전에 가스 흐름의 이슬점은, 선택된다. 0℃ 미만의 이슬점은, 이에 의해, 가스 배출구에서 얻어진다.

[0614] 이산화규소 과립을 용융시키기 위한 오븐 온도는, 바람직하게는 1700 내지 2500℃ 범위, 예를 들어, 1900 내지 2400℃ 범위, 특히 바람직하게는 2100 내지 2300℃의 범위이다.

[0615] 바람직하게는, 오븐에서 유지 시간은, 1시간 내지 50시간, 예를 들어, 1 내지 30시간, 특히 바람직하게는 5 내지 20시간의 범위이다. 본 발명의 맥락에서, 유지 시간은, 본 발명에 따른 공정을 수행하는 경우, 본 발명에 따른 방식에서, 유리 용융물이 형성되는 용융 오븐으로부터 용융 오븐의 충전량 (fill quantity)을 제거하는데 요구된 시간을 의미한다. 상기 충전량은 용융 오븐에서 이산화규소의 전체 질량이다. 이와 관련하여, 이산화규소는 고체로서 및 유리 용융물로서 존재할 수 있다.

[0616] 바람직하게는, 오븐 온도는, 물질 수송의 방향에서 길이에 걸쳐 증가한다. 바람직하게는, 오븐 온도는, 적어도 100℃, 예를 들어, 적어도 300℃ 또는 적어도 500℃ 또는 적어도 700℃, 특히 바람직하게는 적어도 1000℃ 만큼 물질 수송의 방향에서 길이에 걸쳐 증가한다. 바람직하게는, 오븐에서 최대 온도는, 1700 내지 2500℃, 예를 들어, 1900 내지 2400℃, 특히 바람직하게는 2100 내지 2300℃이다. 오븐 온도의 증가는, 온도 프로파일에 따라 또는 균일하게 진행될 수 있다.

[0617] 바람직하게는, 오븐 온도는, 유리 용융물이 오븐으로부터 제거되기 전에 감소된다. 바람직하게는, 오븐 온도는, 유리 용융물이 오븐으로부터 제거되기 전에 50 내지 500℃, 예를 들어, 100℃ 또는 400℃, 특히 바람직하게는 150 내지 300℃만큼 감소된다. 바람직하게는, 제거시 유리 용융물의 온도는, 1750 내지 2100℃, 예를 들어, 1850 내지 2050℃, 특히 바람직하게는 1900 내지 2000℃이다.

[0618] 바람직하게는, 오븐 온도는, 물질 수송의 방향에서 길이에 걸쳐 증가하고, 및 유리 용융물이 오븐으로부터 제거되기 전에 감소된다. 이와 연관하여, 오븐 온도는, 바람직하게는 적어도 100℃, 예를 들어, 적어도 300℃ 또는 적어도 500℃ 또는 적어도 700℃, 특히 바람직하게는 적어도 1000℃만큼, 물질 수송의 방향에서 길이에 걸쳐 증가된다. 바람직하게는, 오븐에서 최대 온도는, 1700 내지 2500℃, 예를 들어, 1900 내지 2400℃, 특히 바람직하게는 2100 내지 2300℃이다. 바람직하게는, 오븐 온도는, 유리 용융물이 오븐으로부터 제거되기 전에 50 내지

500℃, 예를 들어, 100℃ 또는 400℃, 특히 바람직하게는 150 내지 300℃만큼 감소된다.

[0619] 바람직하게는, 오븐은, 통로에 의해 서로 연결된 적어도 제1 및 추가 챔버를 가지며, 제1 챔버 및 추가 챔버는 다른 온도를 갖고, 제1 챔버의 온도는 추가 챔버의 온도보다 더 낮다. 추가 챔버 중 하나에서, 유리 용융물은 이산화규소 과립으로부터 형성된다. 이 챔버는, 하기에서 용융 챔버로 지칭된다. 덕트를 통해 용융 챔버에 연결되지만, 이의 업스트림에 있는 챔버는, 또한 예-열 섹션으로 지칭된다. 실시 예는, 적어도 하나의 배출구가 용융 챔버의 주입구로 직접 연결되는 것이다. 상기 배열은 또한, 독립 오븐에서 이루어질 수 있고, 여기서, 용융 챔버는 용융 오븐이다. 추가 기재에서, 그러나, 용어 "용융 오븐"은, 용어 "용융 챔버"와 동일한 것으로 받아들여질 수 있고: 그래서, 용융 오븐에 관한 언급은 또한, 용융 챔버에 적용되는 것으로 받아들려질 수 있으며, 그 반대도 마찬가지이다. 용어 '예-열 섹션'은 두 경우에서 동일한 것을 의미한다.

[0620] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 오븐에 유입시 20 내지 1300℃의 범위에서 온도를 갖는다.

[0621] 제1 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립은, 용융 챔버로 유입 전에 템퍼링되지 않는다. 이산화규소 과립은, 예를 들어, 오븐에 유입시 20 내지 40℃, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃의 범위에서 온도를 갖는다. 이산화규소 과립 Ⅱ가 단계 i)에 따라 제공되는 경우, 이것은, 바람직하게는 오븐에 유입시 20 내지 40℃, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃의 범위에서 온도를 갖는다.

[0622] 또 다른 구체 예에 따르면, 이산화규소 과립은, 오븐에 유입되기 전에 40 내지 1300℃ 범위의 온도까지 템퍼링된다. 템퍼링 (Tempering)은, 선택된 값으로 온도를 설정하는 것을 의미한다. 템퍼링은, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이산화규소 과립의 템퍼링에 대해 알려진, 임의의 방식으로 수행될 수 있다. 예를 들어, 템퍼링은, 용융 챔버로부터 분리 배열된 오븐에서 또는 용융 챔버에 연결된 오븐에서 수행될 수 있다.

[0623] 바람직하게는, 템퍼링은, 용융 챔버에 연결된 챔버에서 수행된다. 바람직하게는, 오븐은, 따라서, 이산화규소가 템퍼링될 수 있는 예-열 섹션을 포함한다. 바람직하게는, 예-열 섹션은, 공급 오븐, 특히 바람직하게는 로터리 킬른이다. 공급 오븐은, 작동에서, 공급 오븐의 주입구에서 공급 오븐의 배출구까지 이산화규소의 이동을 달성하는, 가열 챔버를 의미한다. 바람직하게는, 배출구는, 용융 오븐의 주입구에 직접 연결된다. 이러한 방식으로, 이산화규소 과립은, 추가의 중간 단계 또는 수단 없이 예-열 섹션으로부터 용융 오븐 내로 도달할 수 있다.

[0624] 예-열 섹션이 적어도 하나의 가스 주입구 및 적어도 하나의 가스 배출구를 포함하는 것이 더욱 바람직하다. 가스 주입구를 통해, 가스는, 내부의, 예-열 섹션의 가스 챔버에 도착할 수 있고, 및 가스 배출구를 통해, 이것은 제거될 수 있다. 이산화규소 과립에 대한 예-열 섹션의 주입구를 통해 예-열 섹션으로 가스를 도입하는 것도 또한 가능하다. 또한, 가스는, 예-열 섹션의 배출구를 통해 제거될 수 있고, 및 나중에 이산화규소 과립으로부터 분리될 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 가스는, 이산화규소 과립에 대한 주입구 및 예-열 섹션의 가스 주입구를 통해 도입될 수 있고, 및 예-열 섹션의 배출구 및 예-열 섹션의 가스 배출구를 통해 제거될 수 있다.

[0625] 바람직하게는, 가스 흐름은, 가스 주입구 및 가스 배출구의 사용에 의해, 용융 오븐, 특히 그 안에 존재하는 도가니의 예-열 섹션에서 생성된다. 적절한 가스는, 예를 들어, 수소, 불활성 가스뿐만 아니라 이들의 둘 이상이다. 바람직한 불활성 가스는, 질소, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤 및 크세논이고, 특히 바람직하게는 질소 및 헬륨이다. 바람직하게는, 환원 분위기는 예-열 섹션에 존재한다. 이는, 수소 또는 수소 및 불활성 가스의 조합, 예를 들어, 수소 및 헬륨의 조합 또는 수소 및 질소의 조합, 특히 바람직하게는 수소 및 헬륨의 조합의 형태로 제공될 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 산화 분위기는, 예-열 섹션에 존재한다. 이는, 바람직하게는 산소 또는 산소 및 하나 이상의 추가 가스의 조합의 형태로 제공될 수 있고, 공기는 특히 바람직하다. 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소가 예-열 섹션에서 감압으로 템퍼링되는 것은 가능하다.

[0626] 예를 들어, 이산화규소 과립은, 100 내지 1100℃ 또는 300 내지 1000 또는 600 내지 900℃의 범위에서 오븐으로 유입시 온도를 가질 수 있다. 이산화규소 과립 Ⅱ가 단계 i.)에 따라 제공되는 경우, 이것은, 바람직하게는 100 내지 1100℃ 또는 300 내지 1000℃ 또는 600 내지 900℃의 범위에서 오븐으로 유입시 온도를 갖는다.

[0627] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐은 적어도 두 개의 챔버를 포함한다. 바람직하게는, 오븐은 제1 및 적어도 하나의 추가 챔버를 포함한다. 제1 및 추가 챔버는 통로에 의해 서로 연결된다.

[0628] 적어도 두 개의 챔버는, 원칙적으로, 임의의 방식에서, 바람직하게는, 수직 또는 수평, 특히 바람직하게는 수직으로 오븐 내에 배열될 수 있다. 바람직하게는, 챔버는, 본 발명의 제1 관점에 따라 공정을 수행시, 이산화규소 과립이 제1 챔버를 통해 통과하고 및 나중에 유리 용융물을 얻기 위해 추가 챔버에서 가열되는 방식으로 오븐에 배열된다. 추가 챔버는, 바람직하게는 용융 오븐 및 그 안에 배열된 도가니의 전술된 특색을 갖는다.

[0629] 바람직하게는, 각각의 챔버는 주입구 및 배출구를 포함한다. 바람직하게는, 오븐의 주입구는, 통로를 통해 제1 챔버의 주입구에 연결된다. 바람직하게는, 오븐의 배출구는, 통로를 통해 추가 챔버의 배출구에 연결된다. 바람직하게는, 제1 챔버의 배출구는, 통로를 통해 추가 챔버의 주입구에 연결된다.

[0630] 바람직하게는, 챔버는, 이산화규소 과립이 오븐의 주입구를 통해 제1 챔버에 도달될 수 있는 방식으로 배열된다. 바람직하게는, 챔버는, 이산화규소 유리 용융물이 오븐의 배출구를 통해 추가 챔버로부터 제거될 수 있는 방식으로 배열된다. 특히 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 오븐의 주입구를 통해 제1 챔버에 도달할 수 있고, 및 이산화규소 유리 용융물은 오븐의 배출구를 통해 추가 챔버로부터 제거될 수 있다.

[0631] 과립 또는 분말의 형태로, 이산화규소는, 공정에 의해 한정된 바와 같은 물질 수송의 방향에서 통로를 통해 제1 챔버로부터 추가 챔버 내로 진행할 수 있다. 통로에 의해 연결된 챔버에 대한 언급은, 추가 중간 요소가 제1 챔버와 추가 챔버 사이의 물질 수송의 방향에서 배열되는, 배열을 포함한다. 원칙적으로, 가스, 액체, 및 고체는, 통로를 통해 통과할 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소 분말, 이산화규소 분말 및 이산화규소 과립의 슬러리는, 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 통로를 통해 통과될 수 있다. 본 발명에 따른 공정이 수행되는 동안, 제1 챔버로 도입된 물질 모두는, 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 통로를 통해 추가 챔버에 도달할 수 있다. 바람직하게는, 오직 과립 또는 분말의 형태의 이산화규소만이, 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 통로를 통해 추가 챔버에 도달한다. 바람직하게는, 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 통로는, 제1 및 추가 챔버의 가스 챔버가 서로 분리되도록, 바람직하게는, 다른 가스 또는 가스 혼합물, 다른 압력 또는 모두가, 가스 챔버에 존재할 수 있도록, 이산화규소에 의해 밀폐된다. 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 통로는, 게이트 (gate), 바람직하게는 회전식 게이트 밸브로 형성된다.

[0632] 바람직하게는, 오븐의 제1 챔버는, 적어도 하나의 가스 주입구 및 적어도 하나의 가스 배출구를 갖는다. 가스 주입구는, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 가스의 도입을 위해 적절한, 임의의 형태, 예를 들어, 노즐, 벤트 (vent) 또는 튜브를 가질 수 있다. 가스 배출구는, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 가스의 제거를 위해 적절한, 임의의 형태, 예를 들어, 노즐, 벤트 또는 튜브를 가질 수 있다.

[0633] 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 오븐의 주입구를 통해 제1 챔버로 도입되고 및 가온된다. 가온은, 가스 또는 둘 이상의 가스의 조합의 존재하에서 수행될 수 있다. 이를 위하여, 가스 또는 둘 이상의 가스의 조합은, 제1 챔버의 가스 챔버에 존재한다. 제1 챔버의 가스 챔버는, 고체 또는 액체 상에 의해 차지되지 않는 제1 챔버의 영역을 의미한다. 적절한 가스는, 예를 들어, 수소, 산소, 불활성 가스뿐만 아니라 이들의 둘 이상이다. 바람직한 불활성 가스는, 질소, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤 및 크세논이고, 특히 바람직하게는 질소, 헬륨 및 이의 조합이다. 바람직하게는, 가온은, 환원 분위기에서 수행된다. 이는, 바람직하게는 수소 또는 수소 및 헬륨의 조합의 형태로 제공될 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소 과립은, 가스 또는 둘 이상의 가스의 조합의 흐름에서 제1 챔버에서 가온된다.

[0634] 이산화규소 과립이 감압, 예를 들어, 500 mbar 미만 또는 300 mbar 미만, 예를 들어, 200 mbar 이하의 압력에서 제1 챔버에서 가온되는 것이 더욱 바람직하다.

[0635] 바람직하게는, 제1 챔버는, 이산화규소 과립이 이동하는 적어도 하나의 장치를 갖는다. 원칙적으로, 이 목적을 위해 당업자에게 알려지고 및 적절하게 판단되는 모든 장치는 선택될 수 있다. 바람직하게는, 휘젓기, 진동 및 회전 장치 (slewing devices)이다.

[0636] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 제1 및 추가 챔버에서 온도는, 다르다. 바람직하게는, 제1 챔버에서 온도는, 추가 챔버에서의 온도보다 더 낮다. 바람직하게는, 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 온도 차이는, 600 내지 2400℃, 예를 들어, 1000 내지 2000℃ 또는 1200 내지 1800℃, 특히 바람직하게는 1500 내지 1700℃의 범위이다. 더욱이, 바람직하게는, 제1 챔버 온도는, 추가 챔버에서의 온도보다 600 내지 2400℃, 예를 들어, 1000 내지 2000℃ 또는 1200 내지 1800℃, 특히 바람직하게는 1500 내지 1700℃ 낮다.

[0637] 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐의 제1 챔버는, 전술된 바와 같은 특색을 갖는, 예-열 섹션, 특히 바람직하게는, 전술된 바와 같은 예-열 섹션이다. 바람직하게는, 예-열 섹션은, 통로를 통해 추가 챔버에 연결된다. 바람직하게는, 이산화규소는, 예-열 섹션으로부터 통로를 통해 추가 챔버로 진행한다. 예-열 섹션과 추가 챔버 사이에 통로는, 추가 챔버로 통로를 거쳐 예-열 섹션으로 도입된 가스가 없도록, 폐쇄될 수 있다. 바람직하게는, 예-열 섹션과 추가 챔버 사이에 통로는, 이산화규소가 물과 접촉하지 않도록, 폐쇄된다. 예-열 섹션과 추가 챔버 사이의 통로는, 다른 가스 또는 가스 혼합물, 다른 압력 또는 모두가 가스 챔버에 존재할 수 있는 방식으로, 제1 챔버 및 예-열 섹션의 가스 챔버가 서로 분리되도록, 폐쇄될 수 있다. 적절한 통로는, 바람직하게는 전술된

구체 예에 따른다.

[0638] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 오븐의 제1 챔버는, 예-열 섹션이 아니다. 예를 들어, 제1 챔버는 레벨링 챔버 (levelling chamber)일 수 있다. 레벨링 챔버는, 이의 업스트림의 예-열 섹션에서 처리량, 또는 예-열 섹션과 추가 챔버 사이에 처리량 차이에서 변화가, 동등하게 되는 오븐의 챔버이다. 예를 들어, 전술된 바와 같이, 로터리 킬른는 제1 챔버의 업스트림에 배열될 수 있다. 이것은, 일반적으로 평균 처리량의 6%까지의 양만큼 변할 수 있는 처리량을 갖는다. 바람직하게, 이산화규소는, 레벨링 챔버에 도달하는 온도에서 레벨링 챔버에서 유지된다.

[0639] 오븐이 제1 챔버 및 하나 이상의 추가 챔버, 예를 들어, 두 개의 추가 챔버 또는 세 개의 추가 챔버 또는 네 개의 추가 챔버 또는 다섯 개의 추가 챔버 또는 다섯개 이상의 추가 챔버, 특히 바람직하게는 두 개의 추가 챔버를 갖는 것이 또한 가능하다. 오븐이 두 개의 추가 챔버를 갖는 경우, 물질 수송의 방향에 기초하여, 제1 챔버는 바람직하게는 예-열 섹션이고, 추가 챔버의 제1 챔버는 레벨링 챔버이며 및 추가 챔버의 제2 챔버는 용융 챔버이다.

[0640] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 첨가제는 제1 챔버에 존재한다. 첨가제는, 바람직하게는 할로겐, 불활성 가스, 염기, 산소 또는 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0641] 원칙적으로, 원소 형태의 할로겐 및 할로겐 화합물은, 적절한 첨가제이다. 바람직한 할로겐은, 염소, 불소, 염소 함유 화합물 및 불소 함유 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히 바람직한 것은, 원소 염소 및 염화수소이다.

[0642] 원칙적으로, 모든 불활성 가스들 및 이들의 둘 이상의 혼합물은, 적절한 첨가제이다. 바람직한 불활성 가스는, 질소, 헬륨 또는 이들의 조합이다.

[0643] 원칙적으로, 염기는 또한 적절한 첨가제이다. 첨가제로서 사용하기 위한 바람직한 염기는, 무기 및 유기 염기이다.

[0644] 더욱이, 산소는 적절한 첨가제이다. 산소는, 산소 함유 분위기로서, 예를 들어, 불활성 가스 또는 둘 이상의 불활성 가스들의 혼합물과 조합하여, 특히 바람직하게는 질소, 헬륨 또는 질소 및 헬륨과 조합하여 바람직하게는 존재한다.

[0645] 제1 챔버는, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이산화규소를 가열하는데 적절한 임의의 물질을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 제1 챔버는, 석영 유리, 내화성 금속, 알루미늄 및 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 원소를 포함하고, 특히 바람직하게는, 제1 챔버는, 석영 유리 또는 알루미늄을 포함한다.

[0646] 바람직하게는, 제1 챔버에서 온도는, 제1 챔버가 중합체 또는 알루미늄을 포함하는 경우, 600℃를 초과하지 않는다. 바람직하게는, 제1 챔버에서 온도는, 제1 챔버가 석영 유리를 포함하는 경우, 100 내지 1100℃이다. 바람직하게는, 제1 챔버는, 주로 석영 유리를 포함한다.

[0647] 제1 챔버와 추가 챔버 사이에 통로를 통해 제1 챔버로부터 추가 챔버로 이산화규소의 수송에서, 이산화규소는, 원칙적으로, 임의의 상태에 존재할 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소는, 고체로서, 예를 들어, 입자, 분말, 또는 과립으로서 존재한다. 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 제1 챔버로부터 추가 챔버로 이산화규소의 수송은, 과립으로 수행된다.

[0648] 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 추가 챔버는, 금속 시트 또는 소결 물질로 만들어진 도가니이고, 여기서, 소결 물질은 소결 금속을 포함하고, 여기서, 금속 시트 또는 소결 금속은, 몰리브덴, 텅스텐 및 이의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0649] 유리 용융물은 배출구, 바람직하게는 노즐을 통해 오븐으로부터 제거된다.

[0650] 단계 iii.)

[0651] 석영 유리체는, 유리 용융물의 적어도 일부로 만들어진다. 이를 위해, 바람직하게는, 단계 ii.)에서 만들어진 유리 용융물의 적어도 일부는 제거되고 및 석영 유리체는 이로부터 제조된다.

[0652] 단계 ii.)에서 만들어진 유리 용융물의 일부의 제거는, 원칙적으로, 용융 오븐 또는 용융 챔버로부터 연속적으로 수행될 수 있거나 또는 유리 용융물의 생산 후에 완성된다. 바람직하게는, 유리 용융물의 일부는, 연속적으

로 제거된다. 유리 용융물은, 오븐의 배출구를 통하거나 또는 용융 챔버의 배출구를 통해 제거되며, 바람직하게는 노즐을 통해 제거된다.

[0653] 유리 용융물은, 유리 용융물의 형성을 가능하게 하는 온도로, 제거 전, 동안 또는 후에 냉각될 수 있다. 유리 용융물의 점도에서 상승은, 유리 용융물의 냉각과 연결된다. 유리 용융물은, 바람직하게는, 형성에서, 생성된 형상이 유지되고 및 형성이 동시에 가능한 한 쉽고 신뢰할 수 있으며 및 적은 노력으로 수행될 수 있는 정도로 냉각된다. 기술분야 당업자는, 형성 도구 (forming tool)에서 유리 용융물의 온도를 변화시켜 형성 동안 유리 용융물의 점도를 쉽게 설정할 수 있다. 바람직하게는, 유리 용융물은, 1750 내지 2100℃, 예를 들어, 1850 내지 2050℃, 특히 바람직하게는 1900 내지 2000℃의 범위에서 제거시 온도를 갖는다. 바람직하게는, 유리 용융물은, 제거 후에 500℃ 미만, 예를 들어, 200℃ 미만 또는 100℃ 미만, 또는 50℃ 미만, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃ 범위의 온도로 냉각된다.

[0654] 형성된 석영 유리체는, 고형체 (solid body) 또는 중공체일 수 있다. 고형체는, 주로 단일 물질로 만들어진 몸체를 의미한다. 그럼에도 불구하고, 고형체는, 하나 이상의 함유물 (inclusions), 예를 들어, 기포 (gas bubbles)를 가질 수 있다. 고형체에서 이러한 함유물은, 일반적으로, 65㎣ 이하, 예를 들어, 40㎣ 이하, 또는 20㎣ 미만, 또는 5㎣ 미만, 또는 2㎣ 미만, 특히 바람직하게는 0.5㎣ 미만의 크기를 갖는다. 바람직하게는, 고형체는, 고형체의 총 부피에 기초한 각 경우에서, 함유물로서 이의 부피의 0.02 vol.% 미만, 예를 들어, 0.01 vol.% 미만 또는 0.001 vol.% 미만을 포함한다.

[0655] 석영 유리체는, 외관 형태 (exterior form)를 갖는다. 외관 형태는, 석영 유리체의 단면의 외부 가장자리의 형태를 의미한다. 단면으로 석영 유리체의 외관 형태는, 바람직하게는, 원형, 타원형, 또는 3 이상의 모서리, 예를 들어, 4, 5, 6, 7, 또는 8 모서리를 갖는, 다각형이고, 특히 바람직하게는, 석영 유리체는 원형이다.

[0656] 바람직하게는, 석영 유리체는, 100 내지 10000㎜, 예를 들어, 1000 내지 4000㎜, 특히 바람직하게는 1200 내지 3000㎜의 범위에서 길이를 갖는다.

[0657] 바람직하게는, 석영 유리체는, 1 내지 500㎜의 범위, 예를 들어, 2 내지 400㎜의 범위, 특히 바람직하게는 5 내지 300㎜의 범위에서 외부 직경을 갖는다.

[0658] 석영 유리체의 형성은, 노즐의 수단에 의해 수행된다. 유리 용융물은 노즐을 통해 보내진다. 노즐을 통해 형성된 석영 유리체의 외관 형태는, 노즐 개구부의 형태에 의해 결정된다. 개구부가 원형인 경우, 석영 유리체는 원통형으로 형성될 것이다. 노즐의 개구부가 구조를 갖는 경우, 이 구조는, 석영 유리체의 외관 형태로 전사될 것이다. 개구부에서 구조를 갖는 노즐에 의해 만들어진 석영 유리체는, 유리 가닥 (glass strand)을 따라 길이 방향으로 구조의 이미지를 갖는다.

[0659] 노즐은, 용융 오븐에 통합된다. 바람직하게는, 이것은, 도가니의 일부로서, 특히 바람직하게는 도가니의 배출구의 일부로서 용융 오븐에 통합된다.

[0660] 바람직하게는, 유리 용융물의 적어도 일부는, 노즐을 통해 제거된다. 석영 유리체의 외관 형태는, 노즐을 통해 유리 용융물의 적어도 일부의 제거에 의해 형성된다.

[0661] 바람직하게는, 석영 유리체는, 이것이 이의 형태를 유지하도록, 형성 후에 냉각된다. 바람직하게는, 석영 유리체는, 형성에서 유리 용융물의 온도의 적어도 1000℃ 아래, 예를 들어, 적어도 1500℃ 또는 적어도 1800℃, 특히 바람직하게는 1900 내지 1950℃인 온도로 형성 후에 냉각된다. 바람직하게는, 석영 유리체는, 500℃ 미만의 온도, 예를 들어, 200℃ 미만, 또는 100℃ 미만, 또는 50℃ 미만, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃ 범위의 온도로 냉각된다.

[0662] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에 따르면, 얻어진 석영 유리체는, 화학적, 열적 또는 기계적 처리로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 절차로 처리될 수 있다.

[0663] 바람직하게는, 석영 유리체는, 화학적으로 후 처리된다. 후처리는, 이미 만들어진 석영 유리체의 처리와 관련된다. 석영 유리체의 화학적 후처리는, 원칙적으로, 석영 유리체의 표면의 조성물 또는 화학 구조, 또는 이들 모두를 변화시키기 위한 물질을 사용하는데 적절하다고 판단되고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 절차를 의미한다. 바람직하게는, 화학적 후처리는, 초음파 세정 및 불소 화합물로 처리로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 수단을 포함한다.

[0664] 가능한 불소 화합물은, 특히, 불화수소 및 불소를 함유하는 산, 예를 들어, 플루오르화수소산이다. 바람직한 액체는, 35 내지 55 wt.%의 범위, 바람직하게는 35 내지 45 wt.%의 범위에서 불소 화합물의 함량을 가지며, 각 경

우에서 wt.%는, 액체의 총량에 기초한다. 100 wt.%까지의 나머지는, 보통 물이다. 바람직하게는, 물은, 완전 탈염 물 또는 탈 이온수이다.

[0665] 초음파 세정은, 바람직하게는, 액체 욕조에서, 특히 바람직하게는, 세정제 (detergents)의 존재하에서 수행된다. 초음파 세척의 경우, 일반적으로 불소 화합물, 예를 들어, 플루오르화수소산 또는 불화수소가 없다.

[0666] 석영 유리체의 초음파 세정은, 바람직하게는, 하기 조건 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷 또는 적어도 다섯, 특히 바람직하게는 모두에서 수행된다:

[0667] - 초음파 세정은, 연속 공정에서 수행된다.

[0668] - 초음파 세정용 장비는, 튜브로 서로 연결된 6개의 챔버를 갖는다.

[0669] - 각 챔버에서 석영 유리체에 대한 유지 시간은, 설정될 수 있다. 바람직하게는, 각 챔버에서 석영 유리체의 유지 시간은 동일하다. 바람직하게는, 각 챔버에서 유지 시간은, 1 내지 120분, 예를 들어, 5분 미만 또는 1 내지 5분 또는 2 내지 4분 또는 60분 미만 또는 10 내지 60분 또는 20 내지 50분, 특히 바람직하게는 5 내지 60분의 범위이다.

[0670] - 제1 챔버는, 바람직하게는 물 및 염기를 함유하는, 염기 매체 (basic medium), 및 초음파 세제 (cleaner)를 포함한다.

[0671] - 제3 챔버는, 바람직하게는 물 및 산을 함유하는, 산성 매체, 및 초음파 세제를 포함한다.

[0672] - 제2 챔버 및 제4 챔버 내지 제6 챔버에서, 석영 유리체는, 물, 바람직하게는 탈염된 물로 세정된다.

[0673] - 제4 내지 제6 챔버는, 물의 캐스케이드 (cascades)로 작동된다. 바람직하게는, 물은, 제6 챔버에서만 도입되고 및 제6 챔버로부터 제5 챔버로 및 제5 챔버로부터 제4 챔버로 흐른다.

[0674] 바람직하게는, 석영 유리체는, 열적으로 후 처리된다. 석영 유리체의 열적 후처리는, 원칙적으로, 온도에 의해 석영 유리체의 형태 또는 구조 또는 모두를 변화시키기에 적절하다고 판단되고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 절차를 의미한다. 바람직하게는, 열적 후처리는, 템퍼링, 피어싱 (piercing), 팽창 (inflating), 인발, 용접, 및 이들의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 수단을 포함한다. 바람직하게는, 열적 후처리는, 물질을 제거시킬 목적을 위해 수행되지 않는다.

[0675] 템퍼링은, 바람직하게는, 오븐에서 석영 유리체를 가열하여, 바람직하게는 900 내지 1300℃ 범위, 예를 들어, 900 내지 1250℃ 또는 1040 내지 1300℃, 특히 바람직하게는 1000 내지 1050℃ 또는 1200 내지 1300℃ 범위의 온도에서 가열하여 수행된다. 바람직하게는, 열 처리에서, 1300℃의 온도는, 1 h 초과의 연속적 기간 동안 초과하지 않고, 특히 바람직하게는, 1300℃의 온도는, 열 처리의 전체 기간 동안 초과하지 않는다. 탬퍼링은, 원칙적으로, 감압에서, 정상압에서 또는 증압에서, 바람직하게는 감압, 특히 바람직하게는 진공에서 수행될 수 있다.

[0676] 압착 (compressing)은, 바람직하게는, 석영 유리체를 가열하여, 바람직하게는 약 2100℃의 온도로 가열하는 단계, 및 나중에 회전 튜닝 운동 (rotating turning motion) 동안, 바람직하게는 약 60rpm의 회전 속도로 형성하는 단계에 의해 수행된다. 예를 들어, 막대 형태의 석영 유리체는, 원통형으로 형성될 수 있다.

[0677] 바람직하게는, 석영 유리체는, 석영 유리체 내로 가스를 주입시켜 팽창될 수 있다. 예를 들어, 석영 유리체는, 팽창에 의해 큰-직경 튜브로 형성될 수 있다. 이를 위해, 바람직하게는, 석영 유리체는, 약 2100℃의 온도에서 가열되고, 반면 회전 튜닝 운동은, 바람직하게는, 약 60rpm의 회전 속도로 수행되며, 및 내부는 가스로, 바람직하게는 약 100mbar까지의 한정 및 제어된 내부 압력에서 플러싱된다. 큰-직경 튜브는, 적어도 500㎜의 외부 직경을 갖는 튜브를 의미한다.

[0678] 석영 유리체는 바람직하게는 인발될 수 있다. 인발은, 바람직하게는, 석영 유리체를, 바람직하게는 약 2100℃의 온도로 가열하고, 및 이어서 석영 유리체의 원하는 외부 직경으로 제어된 인장 속도 (pulling speed)로 당겨서 수행된다. 예를 들어, 램프 튜브 (lamp tubes)는, 인발하여 석영 유리체로부터 형성될 수 있다.

[0679] 바람직하게는, 석영 유리체는, 기계적으로 후 처리된다. 석영 유리체의 기계적 후처리는, 원칙적으로, 석영 유리체의 형상을 변화시키거나 또는 석영 유리체를 다수의 조각으로 쪼개기 위한 연마 수단 (abrasive means)을 사용하는데 적절하다고 판단되고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 절차를 의미한다. 특히, 기계적 후처리는 그라인딩, 드릴링, 호닝 (honing), 소잉 (sawing), 워터젯 절단, 레이저 절단, 샌드블라스팅

(sandblasting)에 의한 러프닝 (roughening), 밀링 및 이들 중 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 수단을 포함한다.

[0680] 바람직하게는, 석영 유리체는, 이러한 절차의 조합으로, 예를 들어, 화학적 및 열적 후처리 또는 화학적 및 기계적 후처리 또는 열적 및 기계적 후처리의 조합, 특히 바람직하게는 화학적, 열적, 및 기계적 후처리의 조합으로 처리된다. 더욱이, 바람직하게는, 석영 유리체는, 다른 것으로부터 각각 독립적으로, 전술된 절차 중 몇몇에 적용될 수 있다.

[0681] 본 발명의 제1 관점의 구체 예에 따르면, 공정은 하기 공정 단계를 포함한다:

[0682] iv) 석영 유리체로부터 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 제조하는 단계.

[0683] 제조된 중공체는, 내부 및 외관 형태를 갖는다. 내부 형태는 중공체의 내부 에지의 단면의 형태를 의미한다. 중공체의 단면에서 내부 및 외관 형태는 같거나 또는 다를 수 있다. 단면에서 중공체의 내부 및 외관 형태는, 원형, 타원형 또는 셋 이상의 모서리, 예를 들어, 4, 5, 6, 7 또는 8개의 모서리를 갖는 다각형일 수 있다.

[0684] 바람직하게는, 외관 형태의 단면은 중공체의 내부 형태에 상응한다. 특히 바람직하게는, 중공체는 단면에서 원형 내부 및 원형 외관 형태를 갖는다.

[0685] 또 다른 구체 예에서, 중공체는 내부 및 외관 형태가 다를 수 있다. 바람직하게는, 중공체는, 단면에서 원형의 외관 형태 및 다각형의 내부 형태를 갖는다. 특히 바람직하게는, 단면에서 중공체는 원형의 외관 형태 및 육각형의 내부 형태를 갖는다.

[0686] 바람직하게는, 중공체는, 100 내지 10,000㎜의 범위, 예를 들어, 1000 내지 4000㎜, 특히 바람직하게는 1200 내지 2000㎜의 범위에서 길이를 갖는다.

[0687] 바람직하게는, 중공체는, 0.8 내지 50㎜의 범위, 예를 들어, 1 내지 40㎜ 또는 2 내지 30㎜ 또는 3 내지 20㎜, 특히 바람직하게는 4 내지 10㎜의 범위에서 벽 두께를 갖는다.

[0688] 바람직하게는, 중공체는, 2.6 내지 400㎜, 예를 들어, 3.5 내지 450㎜, 특히 바람직하게는 5 내지 300㎜의 범위에서 외부 직경을 갖는다.

[0689] 바람직하게는, 중공체는, 1 내지 300㎜, 예를 들어, 5 내지 280㎜ 또는 10 내지 200㎜, 특히 바람직하게는 20 내지 100㎜의 범위에서 내부 직경을 갖는다.

[0690] 중공체는, 하나 이상의 개구부를 포함한다. 바람직하게는, 중공체는, 하나의 개구부를 포함한다. 바람직하게는, 중공체는, 짝수의 개구부, 예를 들어, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 또는 20의 개구부를 갖는다. 바람직하게는, 중공체는 두 개의 개구부를 포함한다. 바람직하게는, 중공체는 튜브이다. 이러한 형태의 중공체는, 만약 광 가이드가 오직 하나의 코어를 포함하는 경우 특히 바람직하다. 중공체는 둘 이상의 개구부를 포함할 수 있다. 개구부는 바람직하게는 석용 유리체의 단부에 서로 반대 위치된 쌍으로 위치된다. 예를 들어, 석영 유리체의 각 단부는, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 또는 7 이상의 개구부, 특히 바람직하게는 5, 6 또는 7의 개구부를 가질 수 있다. 바람직한 형태는, 예를 들어, 튜브, 트윈 튜브, 즉, 2개의 평행 채널을 갖는 튜브, 및 다중 채널 튜브, 즉, 둘 초과의 평행 채널을 갖는 튜브이다.

[0691] 중공체는, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 방법에 의해 형성될 수 있다. 바람직하게는, 중공체는 노즐에 의하여 형성된다. 바람직하게는, 노즐은, 이의 개구부의 중간에서, 형성 동안에 유리 용융물의 방향을 바꾸는 장치를 포함한다. 이러한 방식으로, 중공체는 유리 용융물로부터 형성될 수 있다.

[0692] 중공체는, 노즐의 사용 및 후속 후처리에 의해 제조될 수 있다. 적절한 후처리는, 원칙적으로, 고형체에서 중공체를 제조하기 위해 기술분야의 당업자에게 알려진 모든 공정, 예를 들어, 압착 채널 (compressing channels), 드릴링, 호닝 또는 그라인딩이다. 바람직하게는, 적절한 후처리는, 하나 이상의 맨드릴에 걸쳐 고형체를 보내는 것이고, 이에 의해 중공체는 형성된다. 또한, 맨드릴은, 중공체를 형성하기 위해 고형체 내로 도입될 수 있다. 바람직하게는, 중공체는 형성 후에 냉각된다.

[0693] 바람직하게는, 중공체는, 형성 후에 500℃ 미만, 예를 들어, 200℃ 미만 또는 100℃ 미만 또는 50℃ 미만, 특히 바람직하게는 20 내지 30℃ 범위의 온도로 냉각된다.

[0694] 사전-조밀화 (Pre-compacting)

[0695] 원칙적으로, 단계 ii.)에서 가온되기 전에, 단계 ｉ.)에서 제공된 이산화규소 과립을 하나 또는 다수의 전처리

단계에 적용하여 유리 용융물을 얻는 것이 가능하다. 가능한 전처리 단계는, 예를 들어, 열적 또는 기계적 처리 단계이다. 예를 들어, 이산화규소 과립은, 단계 ii.)에서 가온 전에 조밀화될 수 있다. "조밀화"는, BET 표면적에서 감소 및 기공 부피의 감소를 의미한다.

[0696] 이산화규소 과립은, 바람직하게는, 이산화규소 과립을 가열하거나 또는 기계적으로 이산화규소 과립에 압력을 가함으로써, 예를 들어, 이산화규소 과립의 압연 또는 가압에 의해 조밀화된다. 바람직하게는, 이산화규소 과립은 가열에 의해 조밀화된다. 특히 바람직하게는, 이산화규소 과립의 조밀화는, 용융 오븐에 연결된 예-열 섹션에 의한 가열에 의해 수행된다.

[0697] 바람직하게는, 이산화규소는, 800 내지 1400℃의 온도, 예를 들어, 850 내지 1300℃의 온도, 특히 바람직하게는 900 내지 1200℃의 온도에서 가열하여 조밀화된다.

[0698] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에서, 이산화규소 과립의 BET 표면적은, 단계 ii.)에서 가온되기 전에 5 ㎡/g 미만으로, 바람직하게는 7㎡/g 미만 또는 10㎡/g 미만, 특히 바람직하게는 15㎡/g 미만으로 감소되지 않는다. 더욱이, 이산화규소 과립의 BET 표면적은, 단계 ii.)에서 가온되기 전에 단계 i.)에서 제공된 이산화규소 과립과 비교하여 감소되지 않는 것이 바람직하다.

[0699] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에서, 이산화규소 과립의 BET 표면적은, 20㎡/g 미만, 예를 들어, 15㎡/g 미만 또는 10㎡/g 미만으로, 또는 5 초과 내지 20㎡/g 미만 또는 7 내지 15㎡/g 범위, 특히 바람직하게는 9 내지 12㎡/g 범위로 감소된다. 바람직하게는, 이산화규소 과립의 BET 표면적은, 단계 ii.)에서 가열하기 전에 단계 i.)에서 제공된 이산화규소 과립에 비해 40㎡/g 미만, 예를 들어, 1 내지 20㎡/g 또는 2 내지 10㎡/g, 특히 바람직하게는 3 내지 8㎡/g 만큼 감소되고, 조밀화 후의 BET 표면적은, 5㎡/g 초과이다.

[0700] 조밀화된 이산화규소 과립은, 이하 이산화규소 과립 Ⅲ으로 지칭된다. 바람직하게는, 이산화규소 과립 Ⅲ은, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0701] A. 5 초과 내지 40㎡/g 미만, 예를 들어, 10 내지 30㎡/g, 특히 바람직하게는 15 내지 25㎡/g의 범위에서 BET 표면적;

[0702] B. 100 내지 300㎛ 범위, 특히 바람직하게는 120 내지 200㎛의 범위에서 입자 크기 D_{10};

[0703] C. 150 내지 550㎛ 범위, 특히 바람직하게는 200 내지 350㎛의 범위에서 입자 크기 D_{50};

[0704] D. 300 내지 650㎛ 범위, 특히 바람직하게는 400 내지 500㎛의 범위에서 입자 크기 D_{90};

[0705] E. 0.8 내지 1.6 g/㎤, 특히 바람직하게는 1.0 내지 1.4 g/㎤의 범위에서 벌크 밀도;

[0706] F. 1.0 내지 1.4 g/㎤, 특히 바람직하게는 1.15 내지 1.35 g/㎤의 범위에서 다짐 밀도;

[0707] G. 5ppm 미만, 예를 들어, 4.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 4ppm 미만의 탄소 함량;

[0708] H. 500ppm 미만, 바람직하게는 1ppb 내지 200ppm의 Cl 함량;

[0709] 여기서, ppm 및 ppb는 이산화규소 과립 Ⅲ의 총 중량에 각각 기초한다.

[0710] 이산화규소 과립 Ⅲ는, 바람직하게는, 특색 조합 A./F./G 또는 A./F./H. 또는 A./G./H., 특히 바람직하게는 특색 조합 A./F./G./H를 갖는다.

[0711] 이산화규소 과립 Ⅲ은, 바람직하게는, 특색 조합 A./F./G.를 가지며, 여기서, BET 표면적은, 10 내지 30㎡/g의 범위이고, 다짐 밀도는 1.15 내지 1.35 g/㎖의 범위이며, 및 탄소 함량은 4ppm 미만이다.

[0712] 이산화규소 과립 Ⅲ은, 바람직하게는, 특색 조합 A./F./H.를 가지며, 여기서, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g 범위이고, 다짐 밀도는 1.15 내지 1.35 g/㎖의 범위이며, 및 염소 함량은 1ppb 내지 200ppm 범위이다.

[0713] 이산화규소 과립 Ⅲ은, 바람직하게는, 특색 조합 A./G./H.를 가지며, 여기서, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g 범위이고, 탄소 함량은 4ppm 미만이며, 및 염소 함량은 1ppb 내지 200ppm의 범위이다.

[0714] 이산화규소 과립 Ⅲ은, 바람직하게는, 특색 조합 A./F./G./H.를 가지며, 여기서, BET 표면적은 10 내지 30㎡/g 범위이고, 다짐 밀도는 1.15 내지 1.35 g/㎖의 범위이며, 탄소 함량은 4ppm 미만이고, 및 염소 함량은 1ppb 내지 200ppm의 범위이다.

[0715] 바람직하게는, 적어도 하나의 공정 단계에서, 이산화규소와 다른 규소 성분은 도입된다. 이산화규소와 다른 규소 성분의 도입은, 또한 Si-도핑으로 하기에서 지칭된다. 원칙적으로, Si-도핑은, 임의의 공정 단계에서 수행될 수 있다. 바람직하게는, Si-도핑은, 단계 ⅰ.) 또는 단계 ii.)에서 바람직하다.

[0716] 이산화규소와 다른 규소 성분은, 원칙적으로, 임의의 형태, 예를 들어, 고체, 액체, 가스, 용액 또는 분산액으로서 도입될 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은 분말로 도입된다. 또한, 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 액체 또는 가스로 도입될 수 있다.

[0717] 이산화규소와 다른 규소 성분은, 바람직하게는, 이산화규소의 총중량에 기초한 각 경우에서, 1 내지 100,000ppm, 예를 들어, 10 내지 10,000ppm 또는 30 내지 1000ppm의 범위 또는 50 내지 500ppm의 범위, 특히 바람직하게는 80ppm 내지 200ppm의 범위, 더욱 특히 바람직하게는 200ppm 내지 300ppm 범위의 양으로 도입된다.

[0718] 이산화규소와 다른 규소 성분은 고체, 액체 또는 가스일 수 있다. 이것이 고체인 경우, 바람직하게는 10㎜까지, 예를 들어, 1000㎛까지, 400㎛까지, 또는 1 내지 400㎛, 예를 들어, 2 내지 200㎛ 또는 3 내지 100㎛, 특히 바람직하게는 5 내지 50㎛의 범위에서 평균 입자 크기를 갖는다. 입자 크기 값은, 실온에서 이산화규소와 다른 규소 성분의 상태에 기초한다.

[0719] 규소 성분은, 바람직하게는, 규소 성분의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 99.5 wt.%, 예를 들어, 적어도 99.8 wt.% 또는 적어도 99.9 wt.%, 또는 적어도 99.99 wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 99.999 wt.%의 순도를 갖는다. 바람직하게는, 규소 성분은, 규소 성분의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 10ppm 이하, 예를 들어, 50ppm 이하, 특히 바람직하게는 1ppm 이하의 탄소 함량을 갖는다. 특히 바람직하게는, 이는 규소 성분으로서 사용되는 규소에 적용된다. 바람직하게는, 규소 성분은, 규소 성분의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 250ppm 이하, 예를 들어, 150ppm 이하, 특히 바람직하게는 100ppm 이하의 Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Hf, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Ti, V, W, Zn, Zr로 이루어진 군으로부터 선택된 불순물의 양을 갖는다. 특히 바람직하게는, 이것은 규소가 규소 성분으로서 사용되는 경우에 적용된다.

[0720] 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 공정 단계 ⅰ.)에서 도입된다. 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 이산화규소 과립 (단계 Ⅱ.)를 얻기 위해 이산화규소 분말의 가공 동안 도입된다. 예를 들어, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 과립화 전, 동안 또는 후에 도입될 수 있다.

[0721] 바람직하게는, 이산화규소는, 이산화규소 분말을 포함하는 슬러리에 이산화규소와 다른 규소 성분을 도입하여 Si-도핑될 수 있다. 예를 들어, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 이산화규소 분말과 혼합되고 및 이어서 슬러리가 될 수 있거나, 또는 이산화규소와 다른 규소 성분은, 액체의 이산화규소 분말의 슬러리로 도입되고 및 그 다음 슬러리가 될 수 있거나, 또는 이산화규소 분말은, 액체의 이산화규소와 다른 규소 성분의 슬러리 또는 용액에 도입되고 및 슬러리가 될 수 있다.

[0722] 바람직하게는, 이산화규소는, 과립화 동안 이산화규소와 다른 규소 성분의 도입에 의해 Si-도핑될 수 있다. 이것은, 원칙적으로, 과립화 동안 임의의 시점에서 이산화규소와 다른 규소 성분을 도입하는 것이 가능하다. 분무 과립화의 경우에서, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 예를 들어, 노즐을 통해 슬러리와 함께 분무탑으로 분무될 수 있다. 롤 과립화의 경우, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 예를 들어, 교반 용기 내로 슬러리를 도입한 후에, 고체 형태로 또는 슬러리로서 바람직하게 도입될 수 있다.

[0723] 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소는, 과립화 후에 이산화규소와 다른 규소 성분의 도입에 의해 Si-도핑될 수 있다. 예를 들어, 이산화규소는, 이산화규소 과립 I의 처리 동안 도핑될 수 있어, 바람직하게는 이산화규소 과립 I의 열적 또는 기계적 처리 동안 이산화규소와 다른 규소 성분을 도입하여, 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는다.

[0724] 바람직하게는, 이산화규소 과립 Ⅱ는, 이산화규소와 다른 규소 성분으로 도핑된다.

[0725] 더욱이, 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은 또한, 몇 개의 전술된 섹션 동안, 특히 이산화규소 과립 I의 열적 또는 기계적 처리 동안 도입될 수 있어, 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는다.

[0726] 이산화규소와 다른 규소 성분은, 원칙적으로, 환원 효과를 가지며 및 기술분야의 당업자에게 알려진 규소 또는 임의의 규소 함유 화합물일 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 규소, 규소-수소 화합물, 예를 들어, 실란, 규소-산소 화합물, 예를 들어, 일산화 규소, 또는 규소-수소-산소 화합물, 예를 들어, 디실록산이다. 바람직한 실란의 예로는, 모노실란, 디실란, 트리실란, 테트라실란, 펜타실란, 헥사실란, 헵타실란, 전술한 것의 고급 동족 화합물 (higher homologous compounds)뿐만 아니라 이성질체, 및 시클로-펜타실란과 같은 시클릭 실란이다.

[0727] 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 공정 단계 ii.)에서 도입된다.

[0728] 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 이산화규소 과립과 함께 용융 도가니 내로 직접 도입될 수 있다. 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분으로 규소는, 이산화규소 과립과 함께 용융 도가니 내로 도입될 수 있다. 규소는, 바람직하게는, 분말로, 특히, 이산화규소와 다른 규소 성분에 대해 이전에 제공된 입자 크기로, 도입된다.

[0729] 바람직하게는, 이산화규소와 다른 규소 성분은, 용융 도가니 내로 도입되기 전에 이산화규소 과립에 첨가된다. 첨가는, 원칙적으로, 예를 들어, 예-열 섹션에서, 과립의 형성 후에, 이산화규소 과립 Ⅱ의 사전-조밀화 전에 또는 동안에, 또는 이산화규소 과립 Ⅲ에 임의의 시간에서 수행된다.

[0730] 이산화규소와 다른 규소 성분의 첨가에 의해 얻어진 이산화규소 과립은, 이하 "Si-도핑된 과립"으로 지칭된다. 바람직하게는, Si-도핑된 과립은, 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0731] [1] 5 초과 내지 40㎡/g, 예를 들어, 10 내지 30㎡/g, 특히 바람직하게는 15 내지 25㎡/g의 범위에서 BET 표면적;

[0732] [2] 100 내지 300㎛, 특히 바람직하게는 120 내지 200㎛의 범위에서 입자 크기 D_{10};

[0733] [3] 150 내지 550㎛ 범위, 특히 바람직하게는 200 내지 350㎛의 범위에서 입자 크기 D_{50};

[0734] [4] 300 내지 650㎛, 특히 바람직하게는 400 내지 500㎛의 범위에서 입자 크기 D_{90};

[0735] [5] 0.8 내지 1.6 g/㎤, 특히 바람직하게는 1.0 내지 1.4 g/㎤의 범위에서 벌크 밀도;

[0736] [6] 1.0 내지 1.4 g/㎤, 특히 바람직하게는 1.15 내지 1.35 g/㎤의 범위에서 다짐 밀도;

[0737] [7] 5ppm 미만, 예를 들어, 4.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 4ppm 미만의 탄소 함량;

[0738] [8] 500ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 200ppm의 Cl 함량;

[0739] [9] 200ppb 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 100ppb의 Al 함량;

[0740] [10] 1000ppb 미만, 예를 들어, 1 내지 400ppb의 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 200ppb의 범위에서, 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0741] [11] 3 wt.% 미만, 예를 들어, 0.001 wt.% 내지 2 wt.%, 특히 바람직하게는 0.01 wt.% 내지 1 wt.%의 범위에서 잔류 수분 함량;

[0742] 여기서, wt.%, ppm 및 ppb는 Si-도핑된 과립의 총 중량에 각각 기초한다.

[0743] 본 발명의 제1 관점의 바람직한 구체 예에서, 용융 에너지는, 고체 표면을 통해 이산화규소 과립에 전달된다.

[0744] 고체 표면은, 이산화규소 과립의 표면과 다르고 및 이산화규소 과립이 용융을 위해 가열되는 온도에서 용융 또는 붕괴하지 않는 표면을 의미한다. 고체 표면에 적절한 물질은, 예를 들어, 도가니 물질로서 적절한 물질이다.

[0745] 고체 표면은, 원칙적으로, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이러한 목적에 적절한 임의의 표면일 수 있다. 예를 들어, 도가니 또는 도가니가 아닌 개별 구성요소는, 고체 표면으로 사용될 수 있다.

[0746] 고체 표면은, 원칙적으로, 이산화규소 과립에 용융 에너지를 전달하기 위해, 기술분야의 당업자에게 알려지고 및 이러한 목적에 적절한 임의의 방식으로 가열될 수 있다. 바람직하게는, 고체 표면은, 저항 가열 또는 유도 가열에 의해 가열된다. 유도 가열의 경우, 에너지는, 코일에 의해 고체 표면으로 직접 연결되고 및 거기로부터 이의 내부로 전달된다. 저항 가열의 경우, 고체 표면은, 외부에서 가온되어 거기로부터 내부로 에너지를 통과시킨다. 이와 관련하여, 낮은 열용량을 갖는 가열 챔버 가스, 예를 들어, 아르곤 분위기 또는 아르곤 함유 분위기는 유리하다. 예를 들어, 고체 표면은, 전기적으로 가열될 수 있거나 또는 또한 외부로부터의 화염으로 고체 표면을 연소시켜 가열될 수 있다. 바람직하게는, 고체 표면은, 이산화규소 과립을 용융시키기에 충분한, 이산화규소 과립 및/또는 부분 용융된 이산화규소 과립에 상당한 에너지를 전달할 수 있는 온도까지 가열된다.

[0747] 본 발명의 바람직한 구체 예에 따르면, 도가니로의 에너지 전달은, 화염, 예를 들어, 소결 도가니 내로 또는 소결 도가니 상으로 향하는 버너 화염을 사용하여, 도가니, 또는 그 안에 존재하는 벌크 물질, 또는 이들 모두를,

가온하여 수행되지 않는다.

[0748] 개별 구성요소가 고체 표면으로 사용되는 경우, 이는, 예를 들어, 이산화규소 과립 상에 구성요소를 놓거나 또는 이산화규소 과립의 미소체 사이에 구성요소를 도입하거나, 또는 이산화규소 과립과 도가니 사이에 구성요소를 삽입하거나, 또는 이들의 둘 이상의 조합에 의해, 임의의 방식으로 이산화규소 과립과 접촉을 일으킬 수 있다. 상기 구성요소는, 용융 에너지의 전달 전, 또는 동안, 또는 전 및 동안에 가열될 수 있다.

[0749] 바람직하게는, 용융 에너지는, 도가니의 내측을 통해 이산화규소 과립으로 전달된다. 이 경우에서, 도가니는, 이산화규소 과립이 용융되도록 충분히 가열된다. 도가니는, 바람직하게는 저항적으로 또는 유도적으로 가열된다. 온기는, 도가니의 외측에서 내측으로 전달된다. 도가니의 내측의 고체 표면은, 용융 에너지를 이산화규소 과립에 전달한다.

[0750] 본 발명의 또 다른 바람직한 구체 예에 따르면, 용융 에너지는, 가스실을 통해 이산화규소 과립에 전달되지 않는다. 더욱이, 바람직하게는, 용융 에너지는, 이산화규소 과립을 화염으로 연소시켜 이산화규소 과립에 전달되지 않는다. 에너지를 전달하는 배제된 수단의 예로는, 용융 도가니 위로, 또는 이산화규소 내로, 또는 모두로부터 하나 또는 다수의 버너 화염을 향하게 한다.

[0751] 본 발명의 제1 관점에 따른 전술된 공정은, 석영 유리체의 제조와 관련된다.

[0752] 바람직하게는, 석영 유리체는, 하기 특색들 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0753] A] 500ppm 미만, 예를 들어, 400ppm 미만, 특히 바람직하게는 300ppm 미만의 OH 함량;

[0754] B] 200ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 예를 들어, 80ppm 미만, 특히 바람직하게는 60ppm 미만의 염소 함량;

[0755] C] 200ppb 미만, 예를 들어, 100ppb 미만, 특히 바람직하게는 80ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0756] D] $5 \cdot 10^{15}/cm^3$ 미만, 예를 들어, $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/cm^3$의 범위, 특히 바람직하게는 $0.5 \cdot 10^{15}$ 내지 $2.0 \cdot 10^{15}/cm^3$의 범위에서 ODCs 함량;

[0757] E] 1ppm 미만, 예를 들어, 0.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 0.1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0758] F] $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9 및/또는 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas)= 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 12.2 및/또는 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 11.5의 범위에서 점도 (p=1013 hPa);

[0759] G] 석영 유리체의 OH 함량 A]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 OH 함량의 표준 편차;

[0760] H] 석영 유리체의 염소 함량 B]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 염소 함량의 표준 편차;

[0761] I] 석영 유리체의 알루미늄 함량 C]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 알루미늄 함량의 표준 편차;

[0762] J] 10^{-4} 미만의 굴절률 균질성;

[0763] K] 원통형 형태;

[0764] L] 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만 또는 300ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 500ppb 범위 또는 1 내지 300ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 100ppb의 범위에서 텅스텐 함량;

[0765] M] 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만 또는 300ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 500ppb 범위 또는 1 내지 300ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 100ppb의 범위에서 몰리브덴 함량;

[0766] 여기서, ppb 및 ppm은 석영 유리체의 총 중량에 각각 기초한다.

[0767] 바람직하게는, 석영 유리체는, 석영 유리체의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만, 특히 바람직하게는 100ppb 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량을 갖는다. 종종, 그러나, 석영 유리체는, 적어도 1ppb의 알루미늄과 다른 금속 함량을 갖는다. 이러한 금속은, 예를 들어, 나트륨, 리튬, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 게르마늄, 몰리브덴, 티타늄, 철 및 크롬이다. 이는, 원소, 이온, 또는 분자 또는 음

이온 또는 복합물의 일부로서 존재할 수 있다.

[0768] 석영 유리체는, 추가 구성분을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 석영 유리체는, 500ppm 미만, 예를 들어, 450ppm 미만, 특히 바람직하게는 400ppm 미만의 추가 성분을 포함하며, 각각의 경우 ppm은, 석영 유리체의 총 중량에 기초한다. 가능한 다른 구성분은, 예를 들어, 탄소, 불소, 요오드, 브롬 및 인이다. 이들은, 예를 들어, 원소, 이온, 또는 분자, 이온 또는 복합물의 일부로서 존재할 수 있다. 종종, 그러나, 석영 유리체는, 적어도 1ppb의 추가 구성분의 함량을 갖는다.

[0769] 바람직하게는, 석영 유리체는, 석영 유리체의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 5ppm 미만, 예를 들어, 4.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 4ppm 미만의 탄소를 포함한다. 종종, 그러나, 석영 유리체는 적어도 1ppb의 탄소 함량을 갖는다.

[0770] 바람직하게는, 석영 유리체는, 균질하게 분포된 OH 함량, Cl 함량 또는 Al 함량을 갖는다. 석영 유리체의 균질성의 지표는, OH 함량, Cl 함량, 또는 Al 함량의 표준 편차로서 표현될 수 있다. 표준 편차는, 이들의 산술 평균으로부터의 변수의 값, 여기서 OH 함량, 염소 함량, 또는 알루미늄 함량의 값의 폭의 측정이다. 표준 편차를 측정하기 위해, 문제의 구성요소의 샘플, 예를 들어, OH, 염소 또는 알루미늄에서 함량은, 적어도 7개의 측정 위치에서 측정된다.

[0771] 석영 유리체는, 바람직하게는 특색 조합 A]/B]/C] 또는 A]/B]/D] 또는 A]/B]/F], 좀 더 바람직하게는 특색 조합 A]/B]/C]/D] 또는 A]/B]/C]/F] 또는 A]/B]/D]/F], 특히 바람직하게는 특색 조합 A]/B]/C]/D]/F]를 갖는다.

[0772] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 [A]/B]/C]를 가지며, 여기서, OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 및 알루미늄 함량은 80ppb 미만이다.

[0773] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 [A]/B]/D]를 가지며, 여기서 OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 및 ODCs 함량은 $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/㎤$의 범위이다.

[0774] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 A]/B]/F]를 가지며, 여기서, OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 및 점도 (p=1013hPa)는, $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9의 범위이다.

[0775] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 A]/B]/C]/D]를 가지며, 여기서 OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 알루미늄 함량은 80ppb 미만이고, 및 DOCs 함량은 $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/㎤$의 범위이다.

[0776] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 A]/B]/C]/F]를 가지며, 여기서, OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 알루미늄 함량은 80ppb 미만이고, 및 점도 (p=1013 hPa)는 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9의 범위이다.

[0777] 석영 유리체는, 바람직하게는 특색 조합 A]/B]/D]/F]를 가지며, 여기서 OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, ODCs 함량은 $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/㎤$의 범위이고, 및 점도 (p=1013 hPa)는 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9의 범위이다.

[0778] 석영 유리체는, 바람직하게는, 특색 조합 A]/B]/C]/D]/F]를 가지며, 여기서 OH 함량은 400ppm 미만이고, 염소 함량은 100ppm 미만이며, 알루미늄 함량은 80 미만이고 및 ODCs 함량은 $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/㎤$의 범위이며, 및 점도 (p=1013 hPa)는 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9의 범위이다.

[0779] 본 발명의 제2 관점은, 하기 특색을 특징으로 하는, 이산화규소 과립 I이다:

[0780] [A] 200ppm 미만, 바람직하게는 150ppm 미만, 예를 들어, 100ppm 미만, 또는 50ppm 미만, 또는 1ppm 미만, 또는 500ppb 미만, 또는 200ppb 미만, 또는 1ppb 내지 200ppm 미만의 범위, 또는 1ppb 내지 100ppm, 또는 1ppb 내지 1ppm, 또는 10ppb 내지 500ppm, 또는 10ppb 내지 200ppb, 특히 바람직하게는 1ppb 내지 80ppb의 염소 함량; 및

[0781] [B] 200ppb 미만, 바람직하게는 100ppb 미만, 예를 들어, 50ppb 미만 또는1 내지 200ppb 또는 15 내지 100ppb, 특히 바람직하게는 1 내지 50ppb 범위의 알루미늄 함량,

[0782] 여기서, ppm 및 ppb는 이산화규소 과립 I의 총 중량에 각각 기초한다.

[0783] 본 발명의 제2 관점은, 바람직하게는, 본 발명의 제1 관점의 [C] 내지 [J]로서 열거된 단계 i.)에서 제공된 이산화규소 과립 I의 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘, 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 특징으로 한다.

[0784] 본 발명의 제3 관점은, 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립 I을 제조하기 위한 공정이다:

[0785] I. 이산화규소 분말을 제공하는 단계;

[0786] Ⅱ.1 액체를 제공하는 단계;

[0787] Ⅱ.2 상기 이산화규소 분말을 액체와 혼합하여 슬러리를 얻는, 혼합 단계;

[0788] Ⅱ.3 단계 Ⅱ.2 유래의 슬러리를 과립화하여 이산화규소 과립 I을 얻는, 과립화 단계.

[0789] 제3 관점의 공정 단계 I, Ⅱ.1 내지 Ⅱ.3은, 제1 관점의 상응하는 단계에서 바람직한 구체 예 및 진술에 필요한 부분만 약간 수정하여 적용된다.

[0790] 본 발명의 제4 관점은, 하기 특색을 특징으로 하는, 이산화규소 과립 Ⅱ이다:

[0791] (A) 500ppm 미만, 바람직하게는 400ppm 미만, 예를 들어, 350ppm 미만, 또는 바람직하게는 330ppm 미만 또는 1ppb 내지 500ppm 또는 10ppb 내지 450ppm, 특히 바람직하게는 50ppb 내지 300ppm의 염소 함량; 및

[0792] (B) 200ppb 미만, 예를 들어, 150ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 150ppb 또는 1 내지 100ppb, 특히 바람직하게는 1 내지 80ppb 범위의 알루미늄 함량;

[0793] 여기서, ppm 및 ppb는, 이산화규소 과립 Ⅱ의 총 중량에 각각 기초한다.

[0794] 바람직하게는, 본 발명의 제4 관점은, 본 발명의 제1 관점의 [C] 내지 [J]에서 이미 열거된 단계 i)에서 제공된 이산화규소 과립의 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 특징으로 한다.

[0795] 본 발명의 제5 관점은, 하기 공정 단계를 포함하는 이산화규소 과립 Ⅱ를 제조하는 공정이다:

[0796] I. 이산화규소 과립 I을 제공하는 단계, 특히 바람직하게는, 본 발명의 제2 관점에 따른 또는 본 발명의 제3 관점에 따른 공정에 따른 이산화규소 과립 I을 제공하는 단계; 및

[0797] Ⅱ. 단계 (I) 유래의 이산화규소 과립을 가공하여, 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는, 가공 단계.

[0798] 제5 관점의 공정 단계 (I) 및 (Ⅱ)는, 본 발명의 제1 관점의 맥락에서 이산화규소 과립 Ⅱ를 제조하기 위한 상응하는 단계의 바람직한 구체 예 및 진술에 필요한 부분만 약간 수정하여 적용된다.

[0799] 본 발명의 제6 관점은, 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 석영 유리체이다.

[0800] 바람직하게는, 석영 유리체는 하기 특색들 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0801] A] 500ppm 미만, 예를 들어, 400ppm 미만, 특히 바람직하게는 300ppm 미만의 OH 함량;

[0802] B] 200ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 예를 들어, 80ppm 미만, 특히 바람직하게는 60ppm 미만의 염소 함량;

[0803] C] 200ppb 미만, 예를 들어, 100ppb 미만, 특히 바람직하게는 80ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0804] D] $5 \cdot 10^{15}/㎤$ 미만, 예를 들어, $0.1 \cdot 10^{15}$ 내지 $3 \cdot 10^{15}/㎤$ 범위, 특히 바람직하게는 $0.5 \cdot 10^{15}$ 내지 $2.0 \cdot 10^{15}/㎤$의 범위에서 DOCs 함량;

[0805] E] 1ppm 미만, 예를 들어, 0.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 0.1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0806] F] $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9 및/또는 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 12.2 및/또는 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 11.5의 범위에서 점도 (p=1013 hPa);

[0807] G] 석영 유리체의 OH 함량 A]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 OH 함량의 표준 편차;

[0808] H] 석영 유리체의 염소 함량 B]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 염소 함량의 표준 편차;

[0809] I] 석영 유리체의 알루미늄 함량 C]에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 알루미늄 함량의 표준 편차;

[0810] K] 원통형 형태;

[0811] L] 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만 또는 300ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 500ppb 범위 또는 1 내지 300ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 100ppb의 범위에서 텅스텐 함량;

[0812] M] 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만 또는 300ppb 미만 또는 100ppb 미만 또는 1 내지 500ppb 범위 또는 1 내지 300ppb 범위, 특히 바람직하게는 1 내지 100ppb의 범위에서 몰리브덴 함량,

[0813] 여기서, ppb 및 ppm은, 석영 유리체의 총 중량에 각각 기초한다.

[0814] 본 발명의 제7 관점은, 하기 단계를 포함하는 광 가이드의 제조를 위한 공정이다:

[0815] A/ 다음을 제공하는 단계,

[0816] A1/ 단계 iv.)를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체, 또는

[0817] A2/ 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

[0818] B/ 상기 적어도 하나의 개구부를 통해 하나 또는 다수의 코어 막대를 석영 유리체 내로 도입하여, 전구체를 얻는, 도입 단계;

[0819] C/ 상기 전구체를 가온하에 인발하여 하나 이상의 코어 및 재킷 (M1)을 갖는 광 가이드를 얻는, 인발 단계.

[0820] 단계 A/

[0821] 단계 A/에 제공된 석영 유리체는, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체이다. 단계 A/에 제공된 석영 유리체는, 바람직하게는, 본 발명의 제6 관점에 따른 특색을 특징으로 한다. 단계 A/에 제공된 석영 유리체는, 바람직하게는, 단계 iv.)로서 석영 유리체로부터 중공체의 제조 단계를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있다. 특히 바람직하게는, 이렇게 얻은 석영 유리체는, 본 발명의 제6 관점에 따른 특색을 갖는다.

[0822] 단계 B/

[0823] 하나 또는 다수의 코어 막대는, 석영 유리체 (단계 B/)의 적어도 하나의 개구부를 통해 도입된다. 본 발명의 맥락에서 코어 막대는, 재킷, 예를 들어, 재킷 (M1)에 도입되도록 설계되고 광 가이드를 얻기 위해 가공되는 물건을 의미한다. 코어 막대는 석영 유리의 코어를 갖는다. 바람직하게는, 코어 막대는, 석영 유리의 코어 및 코어를 둘러싸는 재킷 층 (M0)을 포함한다. 각 코어 막대는, 석영 유리체에 적합하도록 선택된 형태를 갖는다. 바람직하게는, 코어 막대의 외관 형태는, 석영 유리체의 개구부의 형태에 상응한다. 특히 바람직하게는, 석영 유리체는 튜브이고, 코어 막대는 원형 단면을 갖는 막대이다.

[0824] 코어 막대의 직경은, 중공체의 내부 직경보다 작다. 바람직하게는, 코어 막대의 직경은, 중공체의 내부 직경보다 0.1 내지 3㎜ 작고, 예를 들어, 0.3 내지 2.5㎜ 더 작거나 또는 0.5 내지 2㎜ 더 작거나 또는 0.7 내지 1.5㎜ 작고, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.2㎜ 더 작다.

[0825] 바람직하게는, 석영 유리체의 내부 직경 대 코어 막대의 직경의 비는, 2:1 내지 1.0001:1의 범위, 예를 들어, 1.8:1 내지 1.01:1의 범위 또는 1.6:1 내지 1.005:1의 범위 또는 1.4:1 내지 1.01:1의 범위, 특히 바람직하게는 1.2:1 내지 1.05:1의 범위이다.

[0826] 바람직하게는, 코어 막대로 채워지지 않은 석영 유리체 내부의 영역은, 적어도 하나의 추가 구성요소, 예를 들어, 이산화규소 분말 또는 이산화규소 과립으로 채워질 수 있다.

[0827] 또 다른 석영 유리체에 이미 존재하는 코어 막대가 석영 유리체로 도입되는 것도 또한 가능하다. 이 경우에서 또 다른 석영 유리체는, 석영 유리체의 내부 직경보다 더 작은 외부 직경을 갖는다. 석영 유리체 내로 도입되는 코어 막대는, 또한 둘 이상의 추가 석영 유리체, 예를 들어, 3 또는 4 또는 5 또는 6 이상의 추가 석영 유리체

에 존재할 수 있다.

[0828] 이러한 방식으로 얻을 수 있는 하나 또는 다수의 코어 막대를 갖는 석영 유리체는, 이하에서 "전구체"로 지칭될 것이다.

[0829] 단계 C/

[0830] 전구체는 가온하에 인발된다 (단계 C/). 얻어진 생성물은, 하나 또는 다수의 코어 및 적어도 하나의 재킷 (M1)을 갖는 광 가이드이다.

[0831] 바람직하게는, 전구체의 인발은, 1 내지 100 m/h 범위의 속도로, 예를 들어, 2 내지 50 m/h 또는 3 내지 30 m/h 범위의 속도로 수행된다. 특히 바람직하게는, 석영 유리체의 인발은, 5 내지 25m/h 범위의 속도로 수행된다.

[0832] 바람직하게는, 인발은, 2500℃까지의 온도, 예를 들어, 1700 내지 2400℃의 온도, 특히 바람직하게는 2100 내지 2300℃ 범위의 온도에서 가온하에 수행된다.

[0833] 바람직하게는, 전구체는 외부로부터 전구체를 가열하는 오븐을 통해 보내진다.

[0834] 바람직하게는, 전구체는, 광 가이드의 원하는 두께가 달성될 때까지 늘려진다. 바람직하게는, 전구체는, 단계 A/에서 제공된 석영 유리체의 길이에 기초한 각 경우에서, 1,000 내지 6,000,000배 길이, 예를 들어, 10,000 내지 500,000배 길이 또는 30,000 내지 200,000배 길이로 늘려진다. 특히 바람직하게는, 전구체는 단계 A/에 제공된 석영 유리체의 길이에 기초한 각 경우에서, 100,000 내지 10,000,000배 길이, 예를 들어, 150,000 내지 5,800,000배 길이 또는 160,000 내지 640,000배 길이 또는 1,440,000 내지 5,760,000배 길이 또는 1,440,000 내지 2,560,000배 길이로 늘려진다.

[0835] 바람직하게는, 전구체의 직경은, 단계 A/에 제공된 석영 유리체의 직경에 기초한 각 경우에서, 100 내지 3,500의 범위, 예를 들어, 300 내지 3,000 또는 400 내지 800 또는 1,200 내지 2,400 또는 1,200 내지 1,600 범위의 배만큼 늘려서 감소된다.

[0836] 광 도파관으로 또한 지칭되는, 광 가이드는, 전자기 방사선, 특히 광을 전도하거나 또는 안내하는데 적절한 임의의 물질을 포함할 수 있다.

[0837] 방사선을 전도하거나 안내하는 것은, 방사선의 세기를 크게 방해하거나 감쇠 없이 광 가이드의 길이 연장부에 걸쳐 방사선을 전파시키는 것을 의미한다. 이를 위해, 방사선은 광 가이드의 일 단부를 통해 가이드 내로 연결된다. 바람직하게는, 광 가이드는, 170 내지 5000㎚의 파장 범위에서 전자기 방사선을 전도한다. 바람직하게는, 논의되고 있는 파장 범위에서 광 가이드에 의한 방사선의 감쇠는, 0.1 내지 10dB/km의 범위이다. 바람직하게는, 광 가이드는, 최대 50 Tbit/s까지의 전송 속도 (transfer rate)를 갖는다. 감쇠는, 바람직하게는, 1550㎚의 기준 파장에서 거론된다.

[0838] 광 가이드는, 바람직하게는, 6m 초과의 컬 파라미터 (curl parameter)를 갖는다. 본 발명의 맥락에서 컬 파라미터는, 외력이 없이 자유롭게 이동하는 섬유로서 존재하는, 섬유의, 예를 들어, 광 가이드의 또는 재킷 (M1)의 굽힘 반경 (bending radius)을 의미한다.

[0839] 광 가이드는 바람직하게는 유연하게 제조된다. 본 발명의 맥락에서 유연함은, 광 가이드가 20㎜ 이하, 예를 들어, 10㎜ 이하, 특히 바람직하게는 5㎜ 이하의 굽힘 반경을 특징으로 하는 것을 의미한다. 굽힘 반경은, 광 가이드의 파단 없이 및 방사선을 전도하는 광 가이드의 능력에 손상 없이, 형성될 수 있는 가장 작은 반경을 의미한다. 손상은, 광 가이드에서 굽힘을 통해 보내진 광의 0.1dB 초과의 감쇄가 있는 경우 존재한다. 감쇄는, 바람직하게는, 1550㎚의 기준 파장에 대해 제공된다.

[0840] 바람직하게는, 석영은, 이산화규소와, 석영의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 1 wt.% 미만의 기타 물질, 예를 들어, 0.5 wt.% 미만의 기타 물질, 특히 바람직하게는 0.3 wt.% 미만의 기타 물질로 구성된다. 더욱이, 바람직하게는, 석영은, 석영의 총 중량에 기초하여, 적어도 99 wt.%의 이산화규소를 포함한다.

[0841] 광 가이드는, 바람직하게는, 가늘고 긴 형태 (elongate form)를 갖는다. 광 가이드의 형태는, 이의 길이 연장부 (L) 및 이의 단면 (Q)에 의해 정의된다. 광 가이드는, 바람직하게는, 이의 길이 연장부 (L)를 따라 원형 외벽을 갖는다. 광 가이드의 단면 (Q)은, 광 가이드의 외벽에 수직인 평면에서 항상 결정된다. 광 가이드가 길이 연장부 (L)에서 만곡된 경우, 그 다음 단면 (Q)은 광 가이드 외벽 상에 지점에서 접선에 수직으로 결정된다. 광 가이드는, 바람직하게는, 0.04 내지 1.5㎜의 범위에서 직경 (d_L)을 갖는다. 광 가이드는, 바람직하게는, 1m 내지

100㎞의 범위에서 길이를 갖는다.

[0842] 본 발명에 따르면, 광 가이드는, 하나 또는 다수의 코어, 예를 들어, 하나의 코어 또는 둘의 코어 또는 셋의 코어 또는 넷의 코어 또는 다섯의 코어 또는 여섯의 코어 또는 일곱의 코어 또는 일곱 초과의 코어, 특히 바람직하게는 하나의 코어를 포함한다. 바람직하게는, 광 가이드를 통해 전도되는 전자기 방사선의 90% 초과, 예를 들어, 95% 초과, 특히 바람직하게는 98% 초과는, 코어에서 전도된다. 코어에서 광의 전송을 위해, 바람직한 파장 범위는, 광 가이드에 대해 이미 제공된 바와 같이, 적용된다. 바람직하게는, 코어의 물질은, 유리, 또는 석영 유리, 또는 이들 둘의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 특히 바람직하게는 석영 유리이다. 코어는, 서로 독립적으로, 동일 물질 또는 다른 물질로 만들어질 수 있다. 바람직하게는, 코어의 모두는, 동일 물질, 특히 바람직하게는 석영 유리로 만들어진다.

[0843] 각 코어는, 바람직하게는 원형의, 단면 (Q_K)를 갖고 및 길이 (L_K)를 갖는 가늘고 긴 형태를 갖는다. 코어의 단면 (Q_K)은 각 다른 코어의 단면 (Q_K)과 독립적이다. 코어의 단면 (Q_K)은 같거나 또는 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 단면 (Q_K)은 같다. 코어의 단면 (Q_K)은 코어의 외벽 또는 광 가이드의 외벽에 수직인 평면에서 항상 결정된다. 코어가 길이 연장부에서 만곡된 경우, 그 다음 단면 (Q_K)은 코어의 외벽 상에 지점에서 접선에 수직일 것이다. 코어의 길이 (L_K)는 각 다른 코어의 길이 (L_K)와 독립적이다. 코어의 길이 (L_K)는 같거나 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 길이 (L_K)는 같다. 각 코어는 바람직하게는 1m 내지 100㎞의 범위에서 길이 (L_K)를 갖는다. 각 코어는 직경 (d_K)을 갖는다. 코어의 직경 (d_K)은 각 다른 코어의 직경 (d_K)에 독립적이다. 코어의 직경 (d_K)은 같거나 또는 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 직경 (d_K)은 같다. 바람직하게는, 각 코어의 직경 (d_K)은, 0.1 내지 1000㎛, 예를 들어, 0.2 내지 100㎛ 또는 0.5 내지 50㎛, 특히 바람직하게는 1 내지 30 ㎛의 범위이다.

[0844] 각 코어는, 코어의 최대 연장부에 수직인 적어도 하나의 굴절률의 분포를 갖는다. "굴절률의 분포"는, 굴절률이 코어의 최대 연장부에 수직인 방향에서 변화하거나 또는 일정한 것을 의미한다. 굴절률의 바람직한 분포는, 굴절률의 동심원 분포에, 예를 들어, 굴절률의 동심원 프로파일에 상응하고, 여기서 최대 굴절률을 갖는 제1 영역은, 코어의 중심에 존재하고 및 더 낮은 굴절률을 갖는 또 다른 영역에 의해 둘러싸여 진다. 바람직하게는, 각 코어는, 이의 길이 (L_K)에 걸쳐 오직 하나의 굴절률 분포를 갖는다. 코어의 굴절률의 분포는, 각 다른 코어에서 굴절률의 분포에 독립적이다. 코어의 굴절률의 분포는 같거나 또는 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 굴절률의 분포는 같다. 원칙적으로, 코어가 다수의 다른 굴절률의 분포를 갖는 것도 또한 가능하다.

[0845] 코어의 최대 연장부에 수직인 굴절률의 각 분포는, 최대 굴절률 (n_K)를 갖는다. 코어의 최대 연장부에 수직인 굴절률의 각 분포는, 또한 더욱 낮은 굴절률을 가질 수 있다. 굴절률 분포의 최저 굴절률은, 바람직하게는, 굴절률의 분포의 최대 굴절률 (n_K)보다 0.5 이하이다. 굴절률 분포의 최저 굴절률은, 바람직하게는, 굴절률의 분포의 최대 굴절률 (n_K)보다 작은 0.0001 내지 0.15, 예를 들어, 0.0002 내지 0.1, 특히 바람직하게는 0.0003 내지 0.05이다.

[0846] 바람직하게는, 코어는, λ_r = 589㎚ (나트륨 D-라인)의 기준 파장, 20℃의 온도 및 정상 압력 (p = 1013 hPa)에서 측정된 각 경우에서, 1.40 내지 1.60의 범위, 예를 들어, 1.41 내지 1.59의 범위, 특히 바람직하게는 1.42 내지 1.58의 범위에서 굴절률 (n_K)을 갖는다. 이에 대한 자세한 내용은, 시험 방법 섹션을 참조한다. 코어의 굴절률 (n_K)은 각 다른 코어의 굴절률 (n_K)에 독립적이다. 코어의 굴절률 (n_K)은 같거나 또는 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 굴절률 (n_K)은 같다. 바람직하게는, 광 가이드의 각 코어는, 1.9 내지 2.5 g/㎤ 범위, 예를 들어, 2.0 내지 2.4 g/㎤ 범위, 특히 바람직하게는 2.1 내지 2.3 g/㎤의 범위에서 밀도를 갖는다. 바람직하게는, 코어는, 코어의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 100ppb 미만, 예를 들어, 20ppb 미만 또는 5ppb 미만, 특히 바람직하게는 1ppb 미만의 잔류 수분 함량을 갖는다. 코어의 밀도는, 각 다른 코어의 밀도와 독립적이다. 코어의 밀도는 같거나 또는 다를 수 있다. 바람직하게는, 모든 코어의 밀도는 같다.

[0847] 광 가이드가 하나 이상의 코어를 포함하는 경우, 그 다음 각 코어는, 다른 코어와 독립적으로, 전술된 특색을 특징으로 한다. 모든 코어가 동일한 특색을 갖는 것이 바람직하다.

[0848] 본 발명에 따르면, 코어는, 적어도 하나의 재킷 (M1)에 의해 둘러싸인다. 재킷 (M1)은, 바람직하게는, 코어의

전체 길이에 걸쳐 코어를 둘러싼다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 외부 표면, 즉, 코어의 전체 외벽의 적어도 95%, 예를 들어, 적어도 98%, 또는 적어도 99%, 특히 바람직하게는 100%에 대해 코어를 둘러싼다. 종종, 코어는, 단부까지 (각 경우에서 마지막 1-5 cm) 재킷 (M1)에 의해 전체적으로 둘러싸인다. 이는, 기계적 손상으로부터 코어를 보호하는 역할을 한다.

[0849] 재킷 (M1)은, 코어의 단면 (Q_K)의 프로파일을 따라 적어도 하나의 지점 (P)보다 더 낮은 굴절률을 갖는, 이산화규소를 포함하는, 임의의 물질을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 코어의 단면 (QK)의 프로파일에서 적어도 하나의 지점은, 코어의 중심에 놓이는 지점이다. 더욱이, 바람직하게는, 코어의 단면의 프로파일에서의 지점 (P)은, 코어에서 최대 굴절률 (n_{Kmax})을 갖는 지점이다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 코어의 단면 (Q)의 프로파일에서 적어도 하나의 지점에서 코어 (n_K)의 굴절률보다 적어도 0.0001 더 낮은 굴절률 (n_{M1})을 갖는다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 0.0001 내지 0.5의 범위, 예를 들어, 0.0002 내지 0.4의 범위, 특히 바람직하게는 0.0003 내지 0.3 범위의 양만큼 코어 (n_K)의 굴절률보다 더 낮은 굴절률 (n_{M1})을 갖는다.

[0850] 재킷 (M1)은, 바람직하게는, 0.9 내지 1.599의 범위, 예를 들어, 1.30 내지 1.59의 범위, 특히 바람직하게는 1.40 내지 1.57의 범위에서 굴절률 (n_{M1})을 갖는다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 일정한 굴절률 (n_{M1})을 갖는 광 가이드의 영역을 형성한다. 일정한 굴절률을 갖는 영역은, 굴절률이 0.0001 초과만큼 굴절률 (n_{M1})의 평균으로부터 벗어나지 않는 영역을 의미한다.

[0851] 원칙적으로, 광 가이드는 추가 재킷을 포함할 수 있다. 특히 바람직하게는, 추가 재킷 중 적어도 하나, 바람직하게는 이들 중 몇 가지 또는 모두의 굴절률은, 각 코어의 굴절률 (n_K)보다 낮다. 바람직하게는, 광 가이드는 재킷 (M1)을 둘러싸는 1 또는 2 또는 3 또는 4 또는 4 초과의 추가 재킷을 갖는다. 바람직하게는, 재킷 (M1)을 둘러싸는 추가 재킷은, 재킷 (M1)의 굴절률 (n_{M1})보다 낮은 굴절률을 갖는다.

[0852] 바람직하게는, 광 가이드는, 코어를 둘러싸고 및 재킷 (M1)으로 둘러싸인, 즉, 코어와 재킷 (M1) 사이에 위치하는, 하나 또는 둘 또는 셋 또는 넷 또는 넷 초과의 추가 재킷을 갖는다. 더욱이, 바람직하게는, 코어와 재킷 (M1) 사이에 위치된 추가 재킷은, 재킷 (M1)의 굴절률 (n_{M1})보다 더 높은 굴절률을 갖는다.

[0853] 바람직하게는, 굴절률은, 광 가이드의 코어로부터 최외측 재킷으로 감소한다. 코어로부터 최외측 재킷으로 굴절률의 감소는, 단계적으로 또는 연속적으로 발생할 수 있다. 굴절률에서 감소는, 다른 섹션을 가질 수 있다. 더욱이, 바람직하게는, 굴절률은, 적어도 하나의 섹션에서 단계적일 수 있고 및 적어도 하나의 다른 섹션에서 연속적일 수 있다. 단계들은 같거나 또는 다른 높이일 수 있다. 감소하는 굴절률을 갖는 섹션들 사이에 증가하는 굴절률 섹션을 갖는 섹션들을 배열하는 것은 확실히 가능하다.

[0854] 다른 재킷의 다른 굴절률은, 예를 들어, 재킷 (M1), 추가 재킷 및/또는 코어의 도핑에 의해 구성될 수 있다.

[0855] 코어의 제조의 방식에 의존하여, 코어는, 제조 후에 제1 재킷 층 (M0)을 이미 가질 수 있다. 코어에 직접 이웃하는 이 재킷 층 (M0)은, 때로는 일체형 재킷 층으로도 불린다. 재킷 층 (M0)은, 재킷 (M1) 및 만약 이들이 존재한다면, 추가 재킷보다 코어의 중간 지점에 더 가깝게 위치된다. 재킷 층 (M0)은, 보통 광 전도 또는 방사선 전도를 위한 역할을 하지 않는다. 오히려, 재킷 층 (M0)은, 방사선이 전송되는 경우, 코어 내부에 방사선을 유지시키는데 더 역할을 한다. 따라서, 코어에서 전도되는 방사선은, 바람직하게는, 코어로부터 재킷 층 (M0)까지 경계면에서 반사된다. 코어에서 재킷 층 (M0)까지의 경계면은, 바람직하게는, 굴절률에서 변화를 특징으로 한다. 재킷 층 (M0)의 굴절률은, 바람직하게는, 코어의 굴절률 (n_K)보다 더 낮다. 바람직하게는, 재킷 층 (M0)은, 코어와 동일한 물질을 포함하지만, 도핑 또는 첨가제 때문에 코어보다 낮은 굴절률을 갖는다.

[0856] 바람직하게는, 적어도 재킷 (M1)은, 이산화규소로 제조되며 및 하기 특색 중 적어도 하나, 바람직하게는 몇 가지 또는 모두를 갖는다:

[0857] a) 10ppm 미만, 예를 들어, 5ppm 미만, 특히 바람직하게는 1ppm 미만의 OH 함량;

[0858] b) 200ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 예를 들어, 80ppm 미만, 특히 바람직하게는 60ppm 미만의 염소 함량;

[0859] c) 200ppb 미만, 바람직하게는 100ppb 미만, 예를 들어, 80ppb 미만, 특히 바람직하게는 60ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0860] d) 5×10^{15}/㎤ 미만, 예를 들어, 0.1×10^{15} 내지 3×10^{15}/㎤, 특히 바람직하게는 0.5×10^{15} 내지 2.0×10^{15}/㎤의 ODCs 함량;

[0861] e) 1ppm 미만, 예를 들어, 0.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 0.1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0862] f) $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃)/dPas) = 12.9 및/또는 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1300℃)/dPas) = 12.2 및/또는 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃)/dPas) = 11.5의 범위에서 점도 (p=1013 hPa);

[0863] g) 6m 초과의 컬 파라미터;

[0864] h) 재킷 (M1)의 OH 함량 a)를 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 OH 함량의 표준 편차;

[0865] i) 재킷 (M1)의 염소 함량 b)에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 염소 함량의 표준 편차;

[0866] j) 재킷 (M1)의 알루미늄 함량 c)에 기초하여, 10% 이하, 바람직하게는 5% 이하의 알루미늄 함량의 표준 편차;

[0867] k) $1\cdot10^{-4}$ 미만의 굴절률 균질성;

[0868] l) 1150 내지 1250℃, 특히 바람직하게는 1180 내지 1220℃의 범위에서 변태점 (transformation point) (Tg),

[0869] 여기서, ppb 및 ppm은, 재킷 (M1)의 총 중량에 각각 기초한다.

[0870] 바람직하게는, 재킷은 $1\cdot10^{-4}$ 미만의 굴절률 균질성을 갖는다. 굴절률 균질성은, 샘플에서 측정된 모든 굴절률의 평균값에 기초하여, 샘플의, 예를 들어, 재킷 (M1)의 또는 석영 유리체의 각 위치에서 굴절률의 최대 편차를 나타낸다. 평균값을 측정하기 위해, 굴절률은, 적어도 7개의 측정 위치에서 측정된다.

[0871] 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 재킷 (M1)의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 1000ppb 미만, 예를 들어, 500ppb 미만, 특히 바람직하게는 100ppb 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량을 갖는다. 종종, 그러나, 재킷 (M1)은, 적어도 1ppb의 알루미늄과 다른 금속의 함량을 갖는다. 이러한 금속은, 예를 들어, 나트륨, 리튬, 칼륨, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 게르마늄, 구리, 몰리브덴, 티타늄, 철 및 크롬이다. 이들은, 예를 들어, 원소로, 이온으로, 또는 분자 또는 이온 또는 복합물의 일부로 존재할 수 있다.

[0872] 재킷 (M1)은, 추가 구성분을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 재킷은, 500ppm 미만, 예를 들어, 450ppm 미만, 특히 바람직하게는 400ppm 미만의 추가 구성분을 포함하고, 각 경우에서 ppm은, 재킷 (M1)의 총 중량에 기초한다. 가능한 추가 구성분은, 예를 들어, 탄소, 불소, 요오드, 브롬 및 인이다. 이들은, 원소로, 이온으로, 또는 분자, 이온 또는 복합물의 일부로 존재할 수 있다. 종종, 그러나, 재킷 (M1)은, 적어도 1ppb의 추가 구성분의 함량을 갖는다.

[0873] 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 재킷 (M1)의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 5ppm 미만, 예를 들어, 4ppm 미만 또는 3ppm 미만, 특히 바람직하게는 2ppm 미만의 탄소를 포함한다. 종종, 그러나, 재킷 (M1)은, 적어도 1ppb의 탄소 함량을 갖는다.

[0874] 바람직하게는, 재킷 (M1)은, OH 함량, Cl 함량 또는 Al 함량의 균질한 분포를 갖는다.

[0875] 광 가이드의 바람직한 구체 예에서, 재킷 (M1)은, 재킷 (M1) 및 코어의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 80wt.%, 예를 들어, 적어도 85wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 90wt.%의 중량으로 기여한다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 재킷 (M1)의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 80wt.%, 예를 들어, 적어도 85wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 90wt.%의 중량으로 기여하고, 코어 및 추가 재킷은 재킷 (M1)과 코어 사이에 위치된다. 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 광 가이드의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 적어도 80wt.%, 예를 들어, 적어도 85wt.%, 특히 바람직하게는 적어도 90wt.%의 중량으로 기여한다.

[0876] 바람직하게는, 재킷 (M1)은, 2.1 내지 2.3 g/㎤, 특히 바람직하게는 2.18 내지 2.22 g/㎤의 범위에서 밀도를 갖는다.

[0877] 본 발명의 제8 관점은, 하기 단계들을 포함하는 공정에 의해 얻을 수 있는, 광 가이드와 관련된다:

[0878] A/ 다음을 제공하는 단계,

[0879] A1/ 단계 iv.)를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는

중공체, 또는

[0880] A2/ 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

[0881] B/ 상기 적어도 하나의 개구부를 통해 하나 또는 다수의 코어 막대를 석영 유리체 내로 도입하여, 전구체를 얻는, 도입 단계;

[0882] C/ 단계 B/의 전구체를 가온하에 인발하여 하나 또는 다수의 코어 및 재킷 (M1)을 갖는 광 가이드를 얻는, 인발 단계.

[0883] 단계 A/, B/ 및 C/는, 바람직하게는, 본 발명의 제7 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0884] 광 가이드는, 바람직하게는, 본 발명의 제7 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0885] 본 발명의 제9 관점은, 하기 단계를 포함하는 발광체의 제조를 위한 공정에 관한 것이다:

[0886] (i) 다음을 제공하는 단계,

[0887] (i-1) 단계 iv.)를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체, 또는

[0888] (i-2) 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체를 얻으며;

[0889] (ii) 선택적으로 중공체에 전극을 설비하는 단계;

[0890] (iii) 상기 중공체를 가스로 충전하는 단계.

[0891] 단계 (i)

[0892] 단계 (i)에서, 중공체는 제공된다. 단계 (i)에서 제공된 중공체는, 적어도 하나의 개구부, 예를 들어, 하나의 개구부 또는 둘의 개구부 또는 셋의 개구부 또는 넷의 개구부, 특히 바람직하게는 하나의 개구부 또는 둘의 개구부를 포함한다.

[0893] 바람직하게는, 적어도 하나의 주입구를 갖는 중공체는, 단계 iv.)를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 단계 (i)에서 제공된다 (단계 (i-1)). 바람직하게는, 중공체는, 본 발명의 제1 또는 제6 관점의 맥락에서 기재된 특색을 갖는다.

[0894] 바람직하게는, 단계 (i)에서 제공된 중공체는, 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체로부터 얻을 수 있다 (단계 (i-2)). 중공체를 얻기 위해 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체를 가공하기 위한 많은 가능성이 있다.

[0895] 바람직하게는, 둘의 개구부를 갖는 중공체는, 본 발명의 제1 관점의 단계 iv.)와 유사한 석영 유리체에서 형성될 수 있다.

[0896] 개구부를 갖는 중공체를 얻기 위한 석영 유리체의 가공은, 원칙적으로, 개구부를 갖는 유리 중공체의 제조에 적절하고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 공정에 의해 수행될 수 있다. 예를 들어, 가압, 블로잉, 흡입 (sucking) 또는 이들의 조합을 포함하는 공정은 적절하다. 예를 들어, 용융에 의해 개구부를 폐쇄하여 둘의 개구부를 갖는 중공체로부터 하나의 개구부를 갖는 중공체를 형성하는 것도 또한 가능하다.

[0897] 얻어진 중공체는, 바람직하게는, 본 발명의 제1 및 제6 관점의 맥락에서 기재된 특색을 갖는다.

[0898] 중공체는, 중공체의 총 중량에 기초한 각 경우에서, 바람직하게는 98 내지 100wt.% 범위, 예를 들어, 99.9 내지 100wt.% 범위, 특히 바람직하게는 100wt.%의 이산화규소를 포함하는 물질로 제조된다.

[0899] 중공체가 제조되는 물질은, 바람직하게는, 하기 특색 중 적어도 하나, 바람직하게는 몇 개, 예를 들어, 둘, 또는 바람직하게는 모두를 갖는다:

[0900] HK1. 물질의 총 중량에 기초하여, 95 wt.% 초과, 바람직하게는 97 wt.% 초과, 특히 바람직하게는 99 wt.% 초과의 이산화규소 함량;

[0901] HK2. 2.1 내지 2.3 g/㎤, 특히 바람직하게는 2.18 내지 2.22 g/㎤의 범위에서 밀도;

[0902] HK3. 중공체 내부에 생성된 광의 양에 기초하여, 10 내지 100% 범위, 예를 들어, 30 내지 99.99% 범위, 특히 바

람직하게는 50 내지 99.9%의 범위에서, 350 내지 750㎚의 가시 범위 내에 적어도 하나의 파장에서 광 전달성(light transmissibility);

[0903] HK4. 500ppm 미만, 예를 들어, 400ppm 미만, 특히 바람직하게는 300ppm 미만의 OH 함량;

[0904] HK5. 200ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 예를 들어, 80ppm 미만, 특히 바람직하게는 60ppm 미만의 염소 함량;

[0905] HK6. 200ppb 미만, 예를 들어, 100ppb 미만, 특히 바람직하게는 80ppb 미만의 알루미늄 함량;

[0906] HK7. 5ppm 미만, 예를 들어, 4.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 4ppm 미만의 탄소 함량;

[0907] HK8. $5 \cdot 10^{15}/㎤$ 미만의 ODCs 함량;

[0908] HK9. 1ppm 미만, 예를 들어, 0.5ppm 미만, 특히 바람직하게는 0.1ppm 미만의 알루미늄과 다른 금속의 금속 함량;

[0909] HK10. $\log_{10}$ (η(1250℃) = 11.4 내지 $\log_{10}$ (η(1250℃) = 12.4 및/또는 $\log_{10}$ (η(1300℃) = 11.1 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃) = 11.7 및/또는 $\log_{10}$ (η(1350℃) = 10.5 내지 $\log_{10}$ (η(1350℃) = 11.1의 범위에서 점도(p=1013 hPa);

[0910] HK11. 1150 내지 1250℃의 범위, 특히 바람직하게는 1180 내지 1220℃의 범위에서 변태점 (Tg);

[0911] 여기서, ppm 및 ppb는, 중공체의 총 중량에 각각 기초한다.

[0912] 단계 (ii)

[0913] 바람직하게는, 단계 (i)의 중공체는, 가스로 채우기 전에, 전극, 바람직하게는 2개의 전극으로 설비된다. 바람직하게는, 전극은 전류의 공급원에 연결된다. 바람직하게는, 상기 전극들은 발광체 소켓 (socket)에 연결된다.

[0914] 전극의 물질은, 바람직하게는, 금속의 군으로부터 선택된다. 원칙적으로, 전극 물질은, 발광체의 작동 조건하에서 전극으로서, 산화되지 않고, 부식되지 않으며, 용융되지 않거나 또는 그렇지 않으면 이의 형태 또는 전도도에 손상되는 임의의 금속으로부터 선택될 수 있다. 전극 물질은, 바람직하게는, 철, 몰리브덴, 구리, 텅스텐, 레늄, 금 및 백금 또는 이들로부터 선택된 적어도 둘로 이루어진 군으로부터 선택되고, 텅스텐, 몰리브덴 또는 레늄이 바람직하다.

[0915] 단계 (iii)

[0916] 단계 (i)에서 제공되고 및 선택적으로 단계 (ii)에서 전극이 설비된 중공체는, 가스로 충전된다.

[0917] 충전은, 충전에 적절하고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 공정으로 수행될 수 있다. 바람직하게는, 가스는, 적어도 하나의 개구부를 통해 중공체 내로 주입된다.

[0918] 바람직하게는, 중공체는, 가스로 충전되기 전에 진공 처리되고, 바람직하게는 2 mbar 미만의 압력으로 진공 처리된다. 가스의 후속 도입에 의해, 중공체는 가스로 충전된다. 이들 단계는, 공기 불순물, 특히 산소를 감소시키기 위해 반복될 수 있다. 바람직하게는, 이들 단계는, 공기, 특히 산소와 같은, 기타 가스 불순물의 양이 충분히 낮아질 때까지, 적어도 두 번, 예를 들어, 적어도 세 번 또는 적어도 네 번, 특히 바람직하게는 적어도 다섯 번 반복된다. 이러한 절차는, 하나의 개구부를 갖는 중공체에 대해 특히 바람직하다.

[0919] 중공체는 둘 이상의 개구부를 포함하고, 중공체는 개구부 중 하나를 통해 충전되는 것이 바람직하다. 가스로 충전되기 전에 중공체에 존재하는 공기는, 적어도 하나의 추가 개구부를 통해 배출될 수 있다. 가스는, 공기, 특히, 산소와 같은, 기타 가스 불순물의 양이 충분히 낮아질 때까지 중공체를 통해 주입된다.

[0920] 바람직하게는, 중공체는, 불활성 가스 또는 둘 이상의 불활성 가스의 조합, 예를 들어, 질소, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤, 크세논 또는 이들의 둘 이상의 조합, 특히 바람직하게는 크립톤, 크세논 또는 질소 및 아르곤의 조합으로 충전될 수 있다. 발광체의 중공체에 대한 더욱 바람직한 충전 물질은 중수소 (deuterium) 및 수은이다.

[0921] 바람직하게는, 중공체는, 추가 가공 동안 가스가 배출되지 않도록, 추가 가공 동안 외부로부터 공기가 유입되지 않도록, 또는 둘 모두가 되도록, 가스를 충전한 후에 폐쇄된다. 폐쇄는, 캡 (cap)을 배치하거나 또는 용융시켜 수행될 수 있다. 적절한 캡은, 예를 들어, 중공체, 또는 발광체 소켓 상으로 용융되는, 예를 들어, 석영 유리 캡이다. 바람직하게는, 중공체는 용융에 의해 폐쇄된다.

[0922] 본 발명의 제9 관점에 따른 발광체는, 중공체 및 선택적으로 전극을 포함한다. 발광체는, 바람직하게는 하기 특색 중 적어도 하나, 예를 들어, 적어도 둘 또는 적어도 셋 또는 적어도 넷, 특히 바람직하게는 적어도 다섯을 갖는다:

[0923] I.) 0.1 ㎤ 내지 10㎥, 예를 들어, 0.3 ㎤ 내지 8㎥ 범위, 특히 바람직하게는 0.5 ㎤ 내지 5㎥의 범위에서 부피;

[0924] Ⅱ.) 1㎜ 내지 100m의 범위, 예를 들어, 3㎜ 내지 80m의 범위, 특히 바람직하게는 5㎜ 내지 50m의 범위에서 길이;

[0925] Ⅲ.) 2 내지 360° 범위, 예를 들어, 10 내지 360° 범위, 특히 바람직하게는 30 내지 360° 의 범위에서 방사각(angle of radiation);

[0926] IV.) 145 내지 4000㎚의 파장 범위, 예를 들어, 150 내지 450㎚의 파장 범위, 또는 800 내지 4000㎚의 파장 범위, 특히 바람직하게는 160 내지 280㎚의 파장 범위에서 광의 방사선;

[0927] V.) 1 mW 내지 100 kW의 범위, 특히 바람직하게는 1 kW 내지 100 kW의 범위 또는 1 내지 100 Watt의 범위에서 전력.

[0928] 본 발명의 제10 관점은, 하기 단계를 포함하는 공정에 의해 얻을 수 있는, 발광체에 관한 것이다:

[0929] (i) 다음을 제공하는 단계,

[0930] (i-1) 단계 iv.)를 포함하는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체, 또는

[0931] (i-2) 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체, 여기서, 상기 석영 유리체는 먼저 가공 처리되어, 중공체를 얻으며;

[0932] (ii) 선택적으로, 중공체에 전극을 설비하는 단계;

[0933] (iii) 상기 중공체를 가스로 충전하는 단계.

[0934] 단계 (i), (ii) 및 (iii)은, 바람직하게는, 제9 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0935] 발광체는, 바람직하게는, 제9 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0936] 본 발명의 제11 관점은, 하기 단계를 포함하는 성형체의 제조를 위한 공정에 관한 것이다:

[0937] (1) 본 발명의 제1 또는 제6 관점에 따른 석영 유리체를 제공하는 단계;

[0938] (2) 상기 석영 유리체를 형성하여 성형체를 얻는 단계.

[0939] 단계 (1)에서 제공된 석영 유리체는, 본 발명의 제6 관점에 따른 석영 유리체 또는 본 발명의 제1 관점에 따른 공정에 의해 얻을 수 있는 석영 유리체이다. 바람직하게는, 제공된 석영 유리체는, 본 발명의 제1 또는 제6 관점의 특색을 갖는다.

[0940] 단계 (2)

[0941] 단계 (1)에서 제공되는 석영 유리체를 형성하기 위해, 원칙적으로, 석영 유리를 형성하기에 적절하고 및 기술분야의 당업자에게 알려진 임의의 공정은, 가능하다. 바람직하게는, 석영 유리체는, 본 발명의 제1, 제7 및 제9 관점의 맥락에서 기재된 바와 같이 형성되어, 성형체를 얻는다. 더욱이, 바람직하게는, 성형체는 유리 블로어(glass blowers)에 대해 알려진 기술에 의해 형성될 수 있다.

[0942] 성형체는, 원칙적으로, 석영 유리에서 형성 가능한 임의의 형상을 취할 수 있다. 바람직한 성형체는, 예를 들어:

[0943] - 원형 바닥이 있는 플라스크 및 스탠딩 플라스크와 같은, 적어도 하나의 개구부를 갖는 중공체,

[0944] - 이러한 중공체에 대한 고정장치 및 캡,

[0945] - 보울 및 보트 (웨이퍼 캐리어)와 같은 개방 제품,

[0946] - 개방 또는 폐쇄 가능하도록 배열된, 도가니,

[0947] - 시트 및 창,

[0948] - 큐빗 (cuvettes),

[0949] - 튜브 및 중공 실린더, 예를 들어, 반응 튜브, 섹션 튜브, 입방형 챔버,

[0950] - 예를 들어, 원형 또는 각진, 대칭 또는 비대칭 형식의 막대, 바 및 블록,

[0951] - 일측 단부 또는 양측 단부가 막힌 튜브 및 중공 실린더,

[0952] - 돔 (domes) 및 종 (bells),

[0953] - 플랜지,

[0954] - 렌즈 및 프리즘,

[0955] - 서로 용접된 부품,

[0956] - 만곡된 부품, 예를 들어, 볼록 또는 오목 표면 및 시트, 만곡된 막대 및 튜브.

[0957] 바람직한 구체 예에 따르면, 성형체는, 형성 후에 처리될 수 있다. 이를 위해, 원칙적으로, 석영 유리체의 후처리에 적절하고 및 본 발명의 제1 관점과 연관하여 기재된 모든 공정은 가능하다. 바람직하게는, 성형체는, 예를 들어, 드릴링, 호닝, 외부 그라인딩, 크기 또는 인발에서 감소에 의해 기계적으로 가공될 수 있다.

[0958] 본 발명의 제12 관점은, 하기 단계를 포함하는 공정에 의해 얻을 수 있는 성형체에 관한 것이다:

[0959] (1) 본 발명의 제1 또는 제6 관점에 따른 석영 유리체를 제공하는 단계;

[0960] (2) 상기 석영 유리체를 형성하여 성형체를 얻는, 형성 단계.

[0961] 단계 (1) 및 (2)는, 바람직하게는, 제7 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0962] 성형체는, 바람직하게는, 제11 관점의 맥락에서 기재된 특색을 특징으로 한다.

[0963] 본 발명의 제13 관점은, 광 가이드, 발광체, 램프 및 성형체로 이루어진 군으로부터 선택된 생산물 및 석영 유리를 제조하는 데 이산화규소 과립을 사용하는 방법이고, 여기서 이산화규소 분말은:

[0964] A) 200ppm 미만의 염소 함량; 및

[0965] B) 200ppb 미만의 알루미늄 함량을 가지며,

[0966] 여기서, ppm 및 ppb는 이산화규소 과립의 총 중량에 각각 기초한다.

[0967] 도 1은, 본 발명에 따른 석영 유리체의 제조를 위한 공정 (100)의 단계 (101 내지 104)를 함유하는 흐름도를 나타낸다. 제1단계 (101)에서, 이산화규소 과립은 제공된다. 제2단계 (102)에서, 유리 용융물은 이산화규소 과립으로부터 제조된다.

[0968] 바람직하게는, 몰드는, 오븐으로 도입될 수 있거나 또는 오븐에서 제거될 수 있는 용융에 대해 사용된다. 이러한 몰드는 종종 그래파이트로 제조된다. 이들은, 주형 물품 (cast item)에 음형 (negative form)을 제공한다. 이산화규소 과립은, 몰드 내로 충전되고 및 단계 (103)에서 몰드에서 먼저 용융된다. 이어서, 석영 유리체는, 용융물을 냉각시켜 동일한 몰드에서 형성된다. 이것은, 그 다음, 예를 들어, 선택적인 단계 (104)에서, 몰드에서 제거되고 및 더욱 가공된다. 이 절차는 불연속적이다. 용융물의 형성은, 바람직하게는, 감압, 특히 진공에서 수행된다. 더욱이, 단계 (103) 동안, 환원성, 수소 함유 분위기로 간헐적으로 오븐을 충전하는 것이 가능하다.

[0969] 또 다른 절차에서, 행잉 또는 스탠딩 도가니는, 바람직하게 사용된다. 용융은, 바람직하게는, 환원성, 수소 함유 분위기에서 수행된다. 제3단계 (103)에서, 석영 유리체는 형성된다. 석영 유리체의 형성은, 바람직하게는, 도가니로부터 유리 용융물의 적어도 일부를 제거하는 단계 및 냉각시키는 단계에 의해 수행된다. 제거는, 바람직하게는, 도가니의 하부 말단에서 노즐을 통해 수행된다. 이 경우에, 석영 유리체의 형태는, 노즐의 디자인에 의해 결정될 수 있다. 이러한 방식에서, 예를 들어, 고형체는, 얻어질 수 있다. 중공체는, 예를 들어, 만약 노즐이 부가적으로 맨드릴을 갖는다면, 얻어진다. 특히, 단계 (103)에서, 석영 유리체의 제조를 위한 공정의 이러한 예로는, 바람직하게는, 연속적으로 수행된다. 선택적인 단계 (104)에서, 중공체는, 고체 석영 유리체로부터 형성될 수 있다.

[0970] 도 2는, 이산화규소 과립 I의 제조를 위한 공정 (200)의 단계들 (201, 202 및 203)을 함유하는 흐름도를 나타낸

다. 제1단계 (210)에서, 이산화규소 분말은 제공된다. 이산화규소 분말은, 바람직하게는, 규소 함유 물질, 예를 들어, 실록산, 실리콘 알콕사이드 또는 실리콘 할라이드가 발열성 공정에서 이산화규소로 전환되는, 합성 공정으로부터 얻어진다. 제2단계 (202)에서, 이산화규소 분말은, 액체, 바람직하게는 물과 혼합되어, 슬러리를 얻는다. 제3단계 (203)에서, 슬러리에 함유된 이산화규소는, 이산화규소 과립으로 전환된다. 과립화는 분무 과립화에 의해 수행된다. 이를 위해, 슬러리는, 분무탑으로 노즐을 통해 분무되고 및 건조되어 미소체를 얻으며, 여기서, 노즐과 슬러리 사이에 접촉 표면은, 유리 또는 플라스틱을 포함한다.

[0971] 도 3은, 이산화규소 과립 Ⅱ의 제조를 위한 공정 (300)의 단계들 (301, 302, 303 및 304)을 함유하는 흐름도를 나타낸다. 단계들 (301, 302 및 303)은, 도 2에 따른 단계들 (201, 202 및 203)에 상응하게 진행한다. 단계 (304)에서, 단계 (303)에서 얻어진 이산화규소 과립 I은, 가공되어 이산화규소 과립 Ⅱ를 얻는다. 이것은, 바람직하게는, 염소 함유 분위기에서 이산화규소 과립 I을 가온하여 수행된다.

[0972] 도 4는, 광 가이드의 제조를 위한 공정의 단계들 (401, 403 및 404)뿐만 아니라 선택적인 단계 (402)를 함유하는 흐름도를 나타낸다. 제1단계 (401)에서, 석영 유리체는, 바람직하게는, 공정 (100)에 따라 제조된 석영 유리체가 제공된다. 이러한 석영 유리체는, 고체 또는 중공 석영 유리체일 수 있다. 제2단계 (402)에서, 단계 (104)에 상응하는 중공 석영 유리체는, 단계 (401)에 제공된 고체 석영 유리체로부터 형성된다. 제3단계 (403)에서, 하나 또는 하나 초과의 코어 막대는 중공에 도입된다. 제4단계 (404)에서, 하나 또는 하나 초과의 코어 막대가 설비된 석영 유리체는, 가공되어 광 가이드를 얻는다. 이를 위해, 하나 또는 하나 초과의 코어 막대가 설비된 석영 유리체는, 바람직하게는, 가온에 의해 연질되고 및 원하는 두께의 광 가이드가 도달될 때까지, 신장된다.

[0973] 도 5는, 발광체의 제조를 위한 공정의 단계들 (501, 503, 및 504)뿐만 아니라 선택적인 단계 (502)를 함유하는 흐름도를 나타낸다. 제1단계 (501)에서, 석영 유리체는, 바람직하게는, 공정 (100)에 따라 제조된 석영 유리체가 제공된다. 이러한 석영 유리체는, 고체 또는 중공 석영 유리체일 수 있다. 단계 (501)에 제공된 석영 유리체가 고체인 경우, 이것은, 제2단계 (502)에서 선택적으로 형성되어, 단계 (104)에 상응하는 중공 석영 유리체를 얻는다. 선택적인 제3단계에서, 중공 석영 유리체는, 전극이 설비된다. 제4단계 (504)에서, 중공 석영 유리체는, 가스, 바람직하게는 아르곤, 크립톤, 크세논 또는 이의 조합으로 충전된다. 바람직하게는, 고체 석영 유리체는, 먼저 제공되고 (501), 중공체를 얻기 위해 형성되며 (502), 전극 (503)이 설비되고 및 가스로 충전된다 (504).

[0974] 도 6에서, 행잉 도가니를 갖는 오븐 (800)의 바람직한 구체 예는, 나타낸다. 도가니 (801)는 오븐 (800)에서 행잉으로 배열된다. 도가니 (801)는, 이의 상부 영역에 행거 어셈블리 (802), 뿐만 아니라 고체 주입구 (803) 및 배출구로서 노즐 (804)을 갖는다. 도가니 (801)는, 이산화규소 과립 (805)으로 고체 주입구 (803)를 통해 충전된다. 작동에서, 이산화규소 과립 (805)은, 도가니 (801)의 상부 영역에 존재하고, 반면에 유리 용융물 (806)은, 도가니의 하부 영역에 존재한다. 도가니 (801)는, 도가지 벽 (810)의 외부 측면 상에 배열된, 가열 소자 (807)에 의해 가열될 수 있다. 오븐은 또한 가열 소자 (807)와 오븐의 외벽 (808) 사이에 단열층 (809)을 갖는다. 단열층 (809)과 도가니 벽 (810) 사이에 공간은, 가스로 채워질 수 있고, 및 이 목적을 위해 가스 주입구 (811) 및 가스 배출구 (812)를 갖는다. 석영 유리체 (813)는, 노즐 (804)을 통해 오븐으로부터 제거될 수 있다.

[0975] 도 7에서, 스탠딩 도가니를 갖는 오븐 (900)의 바람직한 구체 예는 나타낸다. 도가니 (901)는, 오븐 (900)에 스탠딩으로 배열된다. 도가니 (901)은, 스탠딩 구역 (902), 고체 주입구 (903) 및 배출구로서 노즐 (904)을 갖는다. 도가니 (901)는, 주입구 (903)를 통해 이산화규소 과립 (905)으로 채워진다. 작동에서, 이산화규소 과립 (905)은, 도가니의 상부 영역에 존재하고, 반면에 유리 용융물 (906)은 도가니의 하부 영역에 존재한다. 도가니는, 도가니 벽 (910)의 외부 측면 상에 배열된, 가열 소자 (907)에 의해 가열될 수 있다. 오븐은, 또한 가열 소자 (907)와 외벽 (908) 사이에 단열층 (909)을 갖는다. 단열층 (909)과 도가니 벽 (910) 사이에 공간은 가스로 채워질 수 있고, 및 이 목적을 위해 가스 주입구 (911) 및 가스 배출구 (912)를 갖는다. 석영 유리체 (913)는, 노즐 (904)를 통해 도가니 (901)로부터 제거될 수 있다.

[0976] 도 8에서, 도가니 (1000)의 바람직한 구체 예를 나타낸다. 도가니 (1000)는, 고체 주입구 (1001) 및 배출구로서 노즐 (1002)을 갖는다. 도가니 (1000)는, 고체 주입구 (1001)를 통해 이산화규소 과립 (1003)으로 채워진다. 작동에서, 이산화규소 과립 (1003)은, 도가니 (1000)의 상부 영역에서 안식 콘 (reposing cone: 1004)으로 존재하고, 반면에 유리 용융물 (1005)은, 도가니의 하부 영역에 존재한다. 도가니 (1000)는, 가스로 채워질 수 있다. 이것은, 가스 주입구 (1006) 및 가스 배출구 (1007)를 갖는다. 가스 주입구는, 이산화규소 과립 위에 도가니 벽에 장착된 플러싱 링 (flushing ring)이다. 도가니의 내부에서 가스는, 용융 수준 및/또는 도가니 벽 근

처의 안식 콘 위에 닫힌 (여기서 도시되지 않은 가스 피드를 갖는) 플러싱 링을 통해 방출되고 및 도가니 (100)의 뚜껑 (1008)에 링으로 배열된, 가스 배출구 (1007)의 방향으로 흐른다. 이 방식에서 생성된 가스 흐름 (1010)은, 도가니 벽에 따라 이동하고, 및 이를 커버한다. 석영 유리체 (1009)는, 노즐 (1002)을 통해 도가니 (1000)로부터 제거될 수 있다.

[0977] 도 9에서, 이산화규소의 분무 과립화를 위한 분무탑 (1100)의 바람직한 구체 예를 나타낸다. 분무탑 (1100)은, 이산화규소 분말 및 액체를 함유하는 가압된 슬러리가 분무탑으로 주입되는 피드 (1101)을 포함한다. 파이프라인의 말단에서, 노즐 (1102)을 통해 슬러리는 미세하게 펼쳐진 분포로서 분무탑으로 도입된다. 바람직하게는, 노즐은 상향으로 기울어, 슬러리가 노즐 방향에서 미세 액적으로서 분무탑으로 분무되고, 및 그 다음 중력의 영향하에 활 모양으로 하방으로 떨어진다. 분무탑의 상부 말단에는, 가스 주입구 (1103)가 있다. 가스 주입구 (1103)을 통한 가스의 도입에 의해, 가스 흐름은, 노즐 (1102)에서 슬러리의 배출구 방향에 반대 방향으로 생성된다. 분무탑 (1100)은 또한 스크리닝 장치 (1104) 및 체가름 장치 (1105)를 포함한다. 정의된 입자 크기보다 작은 입자는, 스크리닝 장치 (1104)에 의해 추출되고, 및 방출 (1106)을 통해 제거된다. 스크리닝 장치 (1104)의 추출 강도는, 추출될 입자의 입자 크기에 상응하도록 구성될 수 있다. 정의된 입자 크기 이상의 입자는, 체가름 장치 (1105)에 의해 체가름되고 및 방출 (1107)을 통해 제거된다. 체가름 장치 (1105)의 체가름 투과성 (sieve permeability)은, 체가름될 입자 크기에 상응하게 선택될 수 있다. 잔여 입자인, 원하는 입자 크기를 갖는 이산화규소 과립은, 배출구 (1108)을 통해 제거된다.

[0978] 도 10에서, 코어 (1201) 및 상기 코어 (1201)를 둘러싸는 재킷 (M1) (1202)를 갖는 본 발명에 따른 광 가이드 (1200)를 관통하는 개략적인 단면을 나타낸다.

[0979] 도 11은, 케이블 구조를 갖는 가이드 (1300)의 평면도를 개략적으로 나타낸다. 코어 (1301) 및 상기 코어 (1301) 주위에 재킷 (M1) (1302)의 배열을 나타내기 위해, 코어 (1301)의 일부는 재킷 (M1) (1302) 없이 나타낸다. 통상적으로, 그러나, 코어 (1301)는, 재킷 (M1) (1302)에 의해 이의 전체 길이에 걸쳐 피복된다.

[0980] 도 12는, 도가니 (1400)의 바람직한 구체 예를 나타낸다. 도가니는, 고체 주입구 (1401) 및 배출구 (1402)를 갖는다. 작동에서, 이산화규소 과립 (1403)은, 도가니 (1400)의 상부 영역에서 안식 콘 (1404)에 존재하고, 반면에, 유리 용융물 (1405)은, 도가니의 하부 영역에서 존재한다. 도가니 (1400)는, 가스 주입구 (1406) 및 가스 배출구 (1407)를 갖는다. 가스 주입구 (1406) 및 가스 배출구 (1407)는, 이산화규소 과립 (1403)의 안식 콘 (1404) 위에 배열된다. 가스 배출구 (1407)는, 가스 피드 (1408)를 위한 파이프라인 및 배출구 가스의 이슬점을 측정하기 위한 장치 (1409)를 포함한다. 장치 (1409)는, 이슬점 미러 습도계 (여기서 도시되지 않음)를 포함한다. 이슬점을 측정하기 위한 도가니와 장치 (1409) 사이에 간격은, 변할 수 있다. 석영 유리체 (1410)는, 도가니 (1400)의 배출구 (1402)를 통해 제거될 수 있다.

[0981] 도 13은, 진공 소결 공정, 가스압 소결 공정 및 특히 이의 조합을 위해 적절한 오븐 (1500)의 바람직한 구체 예를 나타낸다. 오븐은, 외부로부터 내부로 내압 재킷 (1501) 및 단열층 (1502)을 갖는다. 이에 의해 둘러싸인, 오븐 내부로 지칭되는, 공간은, 가스 피드 (1504)를 통해 가스 또는 가스 혼합물로 충전될 수 있다. 더욱이, 오븐 내부는, 가스가 제거될 수 있는 가스 배출구 (1505)를 갖는다. 가스 피드 (1504)와 가스 배출구 (1505)에서 가스 제거 사이에 가스 수송 균형에 따라서, 과압, 진공 또는 또한 가스 흐름은, 오븐 (1500)의 내부에서 생성될 수 있다. 더욱이, 가열 소자 (1506)는, 오븐 내부 (1500)에 존재한다. 이들은, 단열층 (1502) 상에 종종 장착된다 (여기서 도시되지 않음). 용융 물질을 오염으로부터 보호하기 위해, 가열 소자 (1506)로부터 오븐 챔버 (1503)를 분리시키는, 오븐의 내부에 소위 "라이너 (liner)" (1507)가 있다. 용융될 물질 (1509)을 갖는 몰드 (1508)는, 오븐 챔버 (1503)로 도입될 수 있다. 몰드 (1508)는, 측면 상에 개방될 수 있거나 (여기서 도시됨) 또는 용융 물질 (1509)을 완전히 둘러쌀 수 있다 (도시되지 않음).

[0982] 도 14는, 성형체의 제조를 위한 공정의 단계들 (1601 및 1602)을 함유하는 흐름도를 나타낸다. 제1단계 (1601)에서, 석영 유리체는 제공되는데, 바람직하게는 공정 (100)에 따라 제조된 석영 유리체가 제공된다. 이러한 석영 유리체는, 고체 또는 중공체 석영 유리체일 수 있다. 제2단계 (1602)에서, 성형체는, 단계 (1601)에 제공된 고체 석영 유리체로부터 형성된다.

[0983] 시험 방법

[0984] a. 가상 온도 (Fictive temperature)

[0985] 가상 온도는, 약 606cm^{-1}에서 라만 산란 강도 (Raman scattering intensity)를 사용하는 라만 분광계에 의해 측정된다. 절차 및 분석은, Pfleiderer 등의 기고문인; "The UV-induced 210nm absorption band in fused Silica

with different thermal history and stoichiometry"; Journal of Non-Crystalline Solids, volume 159 (1993), pages 145-153에 기재된다.

[0986] b. OH 함량

[0987] 유리의 OH 함량은, 적외선 분광법에 의해 측정된다. D. M. Dodd & D. M. Fraser "Optical Determinations of OH in Fused Silica" (J.A.P. 37, 3991 (1966))의 방법은, 사용된다. 그 안에 지명된 장치 대신에, FTIR-분광계 (Fourier transform infrared spectrometer, current System 2000 of Perkin Elmer)는 사용된다. 스펙트럼의 분석은, 원칙적으로, 약 3670cm^{-1}에서 흡수 밴드 또는 약 7200cm^{-1}에서 흡수 밴드에 대해 수행될 수 있다. 밴드의 선택은, OH 흡수를 통한 투과 손실 (transmission loss)이 10 내지 90%인 것에 기초하여 만들어진다.

[0988] c. 산소 결핍 중심 (ODCs)

[0989] 정량적 검출을 위해, ODC(I) 흡수는, McPherson, Inc. (USA)의 진공 UV 분광기, 모델 VUVAS 2000을 사용하여 1-2㎜ 두께의 프로브 (probe)에서 투과 측정에 의해 165㎚에서 측정된다.

[0990] 그 다음:

[0991] $N = \alpha / \sigma$

[0992] N = 결함 농도 (defect concentration) [1/㎠]

[0993] α = ODC(I) 밴드의 광학적 흡수 [1/cm, base e]

[0994] σ = 유효 단면적 [㎠]

[0995] 여기서, 유효 단면적은, $\sigma = 7.5 \cdot 10^{-17}$㎠로 설정된다 (L. Skuja, "Color Centers and their Transformations in Glassy SiO_2", Lectures of the summer school "Photosensitivity in optical Waveguides and glasses", July 13-18 1998, Vitznau, Switzerland).

[0996] d. 원소 분석

[0997] d-1) 고체 샘플은 분쇄된다. 그 다음, 약 20g의 샘플은, 내-HF 용기 (HF-resistant vessel) 내로 이를 충분히 도입시키고, 이를 HF로 피복시키며, 및 100℃에서 1시간 동안 열처리하여 세정된다. 냉각 후, 산은 버리고 및 샘플은 고순도의 물로 여러 번 세정된다. 그 다음, 용기 및 샘플은, 건조 캐비닛 (drying cabinet)에서 건조된다.

[0998] 다음, 약 2g의 고체 샘플 (전술된 바와 같이 세정된 분쇄 물질; 전-처리 없는 더스트 등)은, 내-HF 추출 용기에서 칭량되고, 및 15㎖ HF (50 wt.%)에 용해된다. 추출 용기는 밀폐되고, 및 샘플이 완전히 용해될 때까지 100℃에서 열처리된다. 그 다음, 추출 용기는 개방되고, 및 용액이 완전히 증발될 때까지, 100℃에서 더욱 열 처리된다. 한편, 추출 용기는, 15㎖의 고순도 물로 3x 채워진다. 1㎖ HNO_3는, 추출된 불순물을 용해시키기 위해, 추출 용기 내로 도입되고, 및 고순도 물로 15㎖까지 채워진다. 샘플 용액은 그 다음 준비된다.

[0999] d-2) ICP-MS/ICP-OES 측정

[1000] OES 또는 MS의 여부는 예상된 원소 농도에 의존하여 사용된다. 통상적으로, MS의 측정은 1ppb이며, 및 OES의 경우는 (칭량된 샘플에 기초한 각 경우에서) 10ppb이다. 측정 장치로 원소 농도의 측정은, 장치 제조업자 (ICP-MS: Agilent 7500ce; ICP-OES: Perkin Elmer 7300 DV)의 규정에 따라 및 보정을 위해 인증된 기준 액체 (reference liquids)를 사용하여 수행된다. 장치에 의해 측정된 용액 (15㎖)의 원소 농도는, 그 다음 프로브의 최초 중량 (2g)에 기초하여 전환된다.

[1001] 주의: 산, 용기, 물 및 장치가 논의가 되고 있는 원소 농도를 측정하기 위해 충분히 순수해야 한다는 것을 명심해야 한다. 이것은, 석영 유리 없는 블랭크 샘플 (blank sample)을 추출하여 점검된다.

[1002] 다음 원소는, 이러한 방식으로 측정된다: Li, Na, Mg, K, Ca, Fe, Ni, Cr, Hf, Zr, Ti, (Ta), V, Nb, W, Mo, Al.

[1003] d-3) 액체로서 존재하는 샘플의 측정은, 전술한 바와 같이 수행되며, 여기서, 단계 d-1)에 따른 샘플 준비는 생략된다. 15㎖의 액체 샘플은, 추출 플라스크로 도입된다. 최초 샘플 중량에 기초한 전환은 이루어지지 않는다.

[1004] e. 액체의 밀도의 결정

[1005] 액체의 밀도를 측정하기 위해, 액체의 정밀하게 한정된 부피는, 액체 및 이의 구성분에 대해 불활성인 측정 장치 내로 칭량되고, 여기서, 용기의 빈 중량 및 충전 중량은 측정된다. 밀도는, 도입된 액체의 부피로 나눈 두 중량 측정들 사이에 차이로 제공된다.

[1006] f. 불화물 결정

[1007] 15g의 석영 유리 샘플은, 분쇄되고, 및 70℃에서 질산으로 처리하여 세정된다. 샘플은, 그 다음 고순도 물로 여러 번 세척되고 및 그 다음 건조된다. 2g의 샘플은, 니켈 도가니 내로 칭량되고 및 10g Na_2CO_3 및 0.5g ZnO로 커버된다. 도가니는, Ni-뚜껑으로 밀폐되고 및 1시간 동안 1000℃에서 세게 가열된다. 니켈 도가니는, 그 다음 물로 채워지고, 및 용융물 케이크 (melt cake)가 완전히 용해될 때까지 끓여진다. 용액은, 200㎖ 측정 플라스크로 이동되고 및 고순도 물로 200㎖까지 채워진다. 용해되지 않은 구성분의 침전 후에, 30㎖는 취해지고 및 100㎖ 측정 플라스크로 이동되며, 0.75㎖의 빙초산 및 60㎖의 TISAB는 첨가되고 및 고순도 물로 채워진다. 샘플 용액은, 150㎖ 유리 비이커로 이동된다.

[1008] 샘플 용액에서 불화물 함량의 측정은, 예상된 농도 범위에 적절한, 이온 민감성 (불화물) 전극에 의해 및 제조업자에 의해 조건으로 요구된 디스플레이 장치에 의해 수행되고, 여기서, 불화물 이온 민감성 전극 및 R503/D을 갖는 기준 전극 F-500는, Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH사의 pMX 3000/pH/ION에 연결된다. 용액 내에 불화물 농도, 희석 인자 및 샘플 중량을 이용하여, 석영 유리 내에 불화물 농도는 계산된다.

[1009] g. 염소의 결정 (≥50ppm)

[1010] 15g의 석영 유리 샘플은 분쇄되고, 70℃에서 질산으로 처리하여 세정된다. 이어서, 샘플은 고순도 물로 여러 번 헹궈지고, 및 그 다음 건조된다. 2g의 샘플은, 그 다음 압력 용기용 PTFE-인서트 (PTFE-insert) 내로 채워지고, 15㎖ NaOH로 용해되며 (c=10mol/ℓ), PTFE 뚜껑으로 밀폐되고, 및 압력 용기에 놓여진다. 이것은, 밀폐되고, 24시간 동안 155℃에서 열 처리된다. 냉각 후, PTFE 인서트는 제거되고 및 용액은 100㎖ 측정 플라스크에 전체적으로 이동된다. 거기에, 10㎖ HNO_3 (65 wt.%) 및 15㎖ 아세테이트 버퍼는 첨가되고, 냉각되며 및 고순도 물로 100㎖로 채워진다. 샘플 용액은, 150㎖ 유리 비이커로 이동된다. 샘플 용액은, 5 내지 7의 범위에서 pH 값을 갖는다.

[1011] 샘플 용액에 염화물 함량의 측정은, 예상되는 농도 범위에 적절한 이온 민감성 (염소) 전극, 및 제조업자에 의해 조건으로 요구된 디스플레이 장치에 의해 수행되고, 여기서, 타입 Cl-500의 전극 및 타입 R-503/D의 기준 전극은 Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH의 pMX 3000/pH/ION에 부착된다.

[1012] h. 염소 함량 (< 50ppm)

[1013] 석영 유리에서 0.1ppm까지의 염소 함량 < 50ppm은, 중성자 활성화 분석 (NAA)에 의해 측정된다. 이를 위해, 각각이 3㎜ 직경 및 1㎝ 길이인, 3개의 드릴 코어 (보어 (bores))는, 석영 유리체로부터 제조된다. 상기 드릴 코어/보어는 그 다음, 분석을 위해 연구소, 이 경우, Johannes-Gutenberg University in Mainz, Germany의 핵 화학 연구소에 제공된다. 염소로 샘플의 오염을 배제하기 위해, 측정 직전에 현장에서 HF 욕조에서 샘플의 철저한 세정은 조치된다. 각 보어는 여러 번 측정된다. 결과 및 보어는, 그 다음 연구소로부터 다시 돌려받는다.

[1014] i. 광학 특성

[1015] 석영 유리 샘플의 투과 (transmission)는, Perkin Elmer로부터의 상용 격자- 또는 FTIR-분광계 (Lambda 900 [190-3000nm] 또는 System 2000 [1000-5000nm])로 측정된다. 선택은, 요구된 측정 범위에 의해 결정된다.

[1016] 절대 투과를 측정하기 위해, 샘플 몸체는, 평행 평면에 대해 연마되고 (표면 거칠기 RMS <0.5nm), 및 표면은, 초음파 처리에 의해 모든 잔류물이 제거된다. 샘플 두께는 1㎝이다. 불순물, 도펀트 등으로 인해 예상된 강한 투과 손실의 경우, 더 두껍거나 또는 얇은 샘플은 선택되어, 장치의 측정 범위 내에서 유지될 수 있다. 샘플 두께 (측정 길이)는, 샘플을 통한 방사선의 통로 때문에 오직 경미한 가상실제 (slight artefacts)가 생성되게 선택되고 및 동시에 충분하게 검출 가능한 결과는 측정된다.

[1017] 불투명도의 측정에서, 샘플은 적분구 (integrating sphere)의 전면에 놓인다. 불투명도는, 식: $O = 1/T = I_0/I$에 따라 측정된 투과 값 T를 사용하여 계산된다.

[1018] j. 튜브 또는 막대의 굴절률 및 굴절률의 분포

[1019] 튜브/막대의 굴절률 분포는, York Technology Ltd. Preform Profiler P102 또는 P104에 의해 특징화될 수 있다. 이를 위해, 막대는 측정 챔버에 눕혀 놓이고, 및 챔버는 기밀하게 밀폐된다. 측정 챔버는 그 다음, 633㎚에서 최외각 유리 층의 것과 매우 유사한, 633㎚의 시험 파장에서 굴절률을 갖는 침유 (immersion oil)로 채워진다. 레이저 빔은, 그 다음 측정 챔저를 통과한다. (방사선의 방향에서) 측정 챔버 뒤에는, (측정 챔버를 빠져나오는 방사선과 비교한 측정 챔버를 진입하는 방사선의) 편차 각을 측정하는 검출기가 장착된다. 막대의 굴절률의 분포의 방사 대칭의 가정하에, 굴절률의 대립적인 분포는, 역 아벨 변환 (inverse Abel transformation)에 의해 재구성될 수 있다. 이들 계산은, 장치 제조업자 York의 소프트웨어에 의해 수행된다.

[1020] 샘플의 굴절률은, 전술된 것과 유사한 York Technology Ltd. Preform Profiler P104로 측정된다. 등방성 샘플 (isotropic samples)의 경우에서, 굴절률의 분포의 측정은, 오직 하나의 값의, 굴절률을 제공한다.

[1021] k. 탄소 함량

[1022] 이산화규소 과립 및 이산화규소 분말의 표면 탄소 함량의 정량적 측정은, 이산화탄소를 얻기 위해 산소로 모든 표면 탄소 오염원 (SiC는 제외)의 완전 산화에 의해, 미국의 Leco Corporation의 탄소 분석기 RC612로 수행된다. 이를 위해, 4.0g의 샘플은 칭량되고 및 석영 유리 디쉬 (dish)에서 탄소 분석기 내로 도입된다. 샘플은, 순수 산소에 잠겨지고, 및 900℃에 180초 동안 가열된다. 형성된 CO_2는, 탄소 분석기의 적외선 검출기에 의해 측정된다. 이들 측정 조건하에서, 검출 한계 (detection limit)는, ≤ 1ppm (중량-ppm) 탄소에 놓인다.

[1023] 상기에서 지명된 탄소 분석기를 사용하는 이 분석에 적절한 석영 유리 보트는, 본 경우에서, Deslis Laborhandel, Flurstraße 21, D-40235 Dusseldorf (Germany), Deslis-No. LQ-130XL로부터, 실험 용품 마켓에서 LECO number 781-335로 LECO 분석기용 소모품으로 얻을 수 있다. 이러한 보트는, 폭/길이/높이의 치수가 25㎜/60㎜/15㎜를 갖는다. 석영 유리 보트는, 샘플 물질로 이의 높이의 반까지 채워진다. 이산화규소 분말의 경우, 1.0 g 샘플 물질의 샘플 중량은 도달될 수 있다. 더 낮은 검출 한계는, 그 다음 <1 중량 ppm 탄소이다. 동일한 보트에서, 4g의 이산화규소 과립의 샘플 중량은, 동일한 충전 높이에 도달된다 (100 내지 500㎛의 범위에서 평균 입자 크기). 더 낮은 검출 한계는, 약 0.1 중량 ppm 탄소이다. 더 낮은 검출 한계는, 샘플의 측정 표면 적분 (measurement surface integral)이 빈 샘플의 측정 표면 적분의 세배를 초과하지 않을 경우 도달된다 (빈 샘플 = 상기 공정이지만 빈 석영 유리 보트로 수행).

[1024] l. 컬 파라미터 (curl parameter)

[1025] 컬 파라미터 (또한, "섬유 컬"로 불림)는, DIN EN 60793-1-34:2007-01 (표준 IEC 60793-1-34:2006의 독일 버전)에 따라 측정된다. 측정은, 부속서 A의 섹션 A.2.1, A.3.2 및 A.4.1 ("extrema technique")에 기재된 방법에 따라 이루어진다.

[1026] m. 감쇠

[1027] 감쇠는, DIN EN 60793-1-40:2001 (표준 IEC 60793-1-40:2001의 독일 버전)에 따라 측정된다. 측정은, λ의 파장 = 1550㎚에서 부속서 ("cut-back method")에 기재된 방법에 따라 이루어진다.

[1028] n. 슬러리의 점도

[1029] 슬러리는, 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)를 이용하여 30 wt.% 고체 함량의 농도로 설정된다. 점도는, 그 다음 Anton-Paar의 MCR102로 측정된다. 이를 위해, 점도는 5rpm에서 측정된다. 측정은, 23℃의 온도 및 1013hPa의 공기압에서 이루어진다.

[1030] o. 요변성 (Thixotropy)

[1031] 슬러리의 농도는, 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)를 이용하여 30 wt.%의 고체의 농도로 설정된다. 요변성은, 그 다음 콘 및 플레이트 배열을 가진 Anton-Paar의 MCR102로 측정된다. 점도는, 5 rpm 및 50 rpm에서 측정된다. 제1 및 제2 값의 몫 (quotient)은, 요변성 지수를 제공한다. 측정은, 23℃의 온도에서 이루어진다.

[1032] p. 슬러리의 제타 전위 (zeta potential)

[1033] 제타 전위 측정을 위해, 제타 전위 셀 (Flow Cell, Beckman Coulter)은 사용된다. 샘플은, 1g/L 농도의 20㎖ 용액을 얻기 위해 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)에서 용해된다. pH는, 0.1mol/L 및

1mol/L의 농도를 갖는 HNO_3 용액 및 0.1mol/L의 농도를 갖는 NaOH 용액의 첨가를 통해 7로 설정된다. 측정은, 23℃의 온도에서 이루어진다.

[1034] q. 슬러리의 등전점 (Isoelectric point)

[1035] 등전점, 제타 전위 측정 셀 (Flow Cell, Beckman Coulter) 및 자동적정기 (DelsaNano AT, Beckman Coulter)는, 사용된다. 샘플은, 1g/L 농도를 갖는 20㎖ 용액을 얻기 위해 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)에서 용해된다. pH는, 0.1mol/L 및 1mol/L의 농도를 갖는 HNO_3 용액 및 0.1mol/L 농도를 갖는 NaOH 용액을 첨가시켜 변화된다. 등전점은, 제타 전위가 0인 pH 값이다. 측정은, 23℃의 온도에서 이루어진다.

[1036] r. 슬러리의 pH 값

[1037] 슬러리의 pH 값은, Wissenschaftlich-Technische-Werkstätten GmbH의 WTW 3210을 사용하여 측정된다. WTW의 pH 3210 Set 3은, 전극으로 사용된다. 측정은, 23℃의 온도에서 이루어진다.

[1038] s. 고체 함량

[1039] 샘플의 칭량된 부분 (m_1)은 500℃에서 4시간 동안 가열되고, 냉각 후 재칭량 (m_2)된다. 고체 함량 (w)은 m_2/m_1*100 [Wt.%]로 제공된다.

[1040] t. 벌크 밀도

[1041] 벌크 밀도는, Powtec의 SMG 697로 표준 DIN ISO 697:1984-01에 따라 측정된다. 벌크 물질 (이산화규소 분말 또는 과립)은, 덩어리지지 않는다.

[1042] u. 다짐 밀도 (과립)

[1043] 다짐 밀도는, 표준 DIN ISO 787:1995-10에 따라 측정된다.

[1044] v. 기공 크기 분포의 측정

[1045] 기공 크기 분포는, (480 mN/m의 표면 장력 및 140° 의 접촉각으로) DIN 66133에 따라 측정된다. 3.7㎚보다 더 작은 기공 크기의 측정을 위해, Porotec의 Pascal 400은 사용된다. 3.7㎚ 내지 100㎛의 기공 크기의 측정을 위해, Porotec의 Pascal 140은 사용된다. 샘플은, 측정 전 압력 처리에 적용된다. 이를 위해, 수동 수압 (hydraulic press)은 사용된다 (Specac Ltd.의 Order-Nr. 15011, River House, 97 Cray Avenue, Orpington, Kent BR5 4HE, U.K.). 250mg의 샘플 물질은, Specac Ltd.의 13㎜ 내부 직경을 갖는 펠릿 다이 내로 칭량되고 및 디스플레이에 따라, 1t로 로딩된다. 이 로딩은 5초 동안 유지되고, 및 필요하다면, 재조정된다. 샘플 상에 로딩은 그 다음 면해지고, 및 샘플은, 재순환 공기 건조 캐비닛에서 4시간 동안 105±2℃로 건조된다.

[1046] 샘플은, 0.001g의 정확도로 타입 10의 투과도계 (penetrometer) 내로 칭량되고, 및 측정의 우수한 재현성을 제공하기 위해, 이것은, 사용된 스템 부피 (stem volume), 즉, 투과도계를 채우기 위해 잠재적으로 사용된 Hg 부피의 퍼센트가 총 Hg 부피의 20% 내지 40%의 범위에 있도록 선택된다. 투과도계는, 그 다음 50㎛ Hg로 천천히 진공 처리되며, 및 이 압력에서 5분 동안 그대로 둔다. 다음의 파라미터: 총 기공 부피, 총 기공 표면적 (원통형 기공으로 가정함), 평균 기공 반경, 모달 기공 반경 (modal pore radius) (가장 빈번하게 발생하는 기공 반경), 피크 n.2 기공 반경 (㎛)은, 측정 장치의 소프트웨어에 의해 직접적으로 제공된다.

[1047] w. 일차 입자 크기

[1048] 일차 입자 크기는, 주사 전자 현미경 (SEM) 모델 Zeiss Ultra 55를 사용하여 측정된다. 샘플은, 몹시 묽은 현탁액을 얻기 위해, 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)에서 현탁된다. 현탁액은, 초음파 프로브 (UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20kHz)로 1분 동안 처리되고, 및 그 다음 탄소 접착 패드 (carbon adhesive pad)에 적용된다.

[1049] x. 현탁액에서 평균 입자 크기

[1050] 현탁액에서 평균 입자 크기는, 레이저 편향 방법을 사용하는, 사용자 매뉴얼에 따라, Malvern Instruments Ltd., UK로부터 이용 가능한, Mastersizer 2000을 사용하여 측정된다. 샘플은, 1g/L의 농도를 갖는 20㎖ 현탁액을 얻기 위해, 탈염수 (Direct-Q 3UV, Millipore, 수질: 18.2 MΩcm)에서 현탁된다. 현탁액은, 1분 동안 초음파 프로브 (UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20 kHz)로 처리된다.

[1051] y. 고체의 입자 크기 및 코어 크기

[1052] 고체의 입자 크기 및 결정립 크기는, 사용자 매뉴얼에 따라, Retsch Technology GmbH, Deutschland로부터 이용 가능한, Camsizer XT를 사용하여 측정된다. 소프트웨어는, 샘플에 대해 D_{10}, D_{50} 및 D_{90} 값을 제공한다.

[1053] z. BET 측정

[1054] 비 표면적의 측정을 위해, DIN ISO 9277:2010에 따른 정적 체적 (static volumetric) BET 방법은, 사용된다. BET 측정을 위해, SMART 방법 ("Sorption Method with Adaptive dosing Rate")에 따라 작동하는, "NOVA 3000" 또는 "Quadrasorb" (Quantachrome로부터 이용 가능함)은, 사용된다. 미세기공 분석은, t-플롯 공정 (t-plot process) (p/p0 = 0.1-0.3)을 사용하여 수행되고 및 중간기공 분석은, MBET 공정 (p/p0 = 0.0-0.3)을 사용하여 수행된다. 기준 물질로서, Quantachrome로부터 이용 가능한, 표준 알루미나 SARM-13 및 SARM-214는 사용된다. 측정 셀의 무부하 중량 (tare weight) (세정 및 건조)은 칭량된다. 측정 셀의 타입은, 도입된 샘플 물질 및 필러 막대 (filler rod)가 가능한 만큼 측정 셀을 채우도록 및 이용할 수 없는 공간 (dead space)이 최소로 감소되도록 선택된다. 샘플 물질은, 측정 셀 내로 도입된다. 샘플 물질의 양은, 측정값의 예상된 값이 10-20㎡/g에 상응하도록 선택된다. 측정 셀은, BET 측정 장치 (필러 막대 없음)의 굽는 위치 (baking positions)에 고정되고 및 <200 mbar로 진공 처리된다. 진공 처리의 속도는, 물질이 측정 셀로부터 누출되지 않도록 설정된다. 굽기는 이 상태로 1시간 동안 200℃에서 수행된다. 냉각 후에, 샘플로 충전된 측정 셀은 칭량된다 (원시 값 (raw value)). 무부하 중량은, 그 다음 샘플의 중량 = 순 중량 (net weight) = 중량의 원시 값으로부터 차감된다. 충전 막대는, 그 다음 측정 셀 내로 도입되고, 이는 BET 측정 장치의 측정 위치에 다시 고정된다. 측정의 시작 전에, 샘플 식별부호 및 샘플 중량은, 소프트웨어로 입력된다. 측정은 시작된다. 질소 가스 (N2 4.0)의 포화 압력 (saturation pressure)은 측정된다. 측정 셀은, 진공 처리되고 및 질소 욕조를 사용하여 77K에 이르기까지 냉각된다. 이용할 수 없는 공간은, 헬륨 가스를 사용하여 (He 4.6) 측정된다. 측정 셀은, 다시 진공 처리된다. 적어도 5개의 측정 지점으로 다중점 분석은 수행된다. N2 4.0은 흡수성 (absorptive)으로 사용된다. 비표면적은 ㎡/g로 제공된다.

[1055] za. 유리체의 점도

[1056] 유리의 점도는, DIN ISO 7884-4:1998-02 표준에 따라 Windows 10에서 제조업자의 소프트웨어 WinTA (현 버전 9.0)를 갖는 TA Instruments의 타입 401의 빔 굽힘 점도계를 사용하여 측정된다. 지지체들 사이에 지지 폭은, 45mm이다. 직사각형 단면을 갖는 샘플 막대는, 끝이 절단된다 (샘플의 상부 및 하부 측은, >1000의 그릿 (grit)을 갖는 그릿 페이퍼 또는 이와 유사한 것을 사용하여 그라인딩/연마시켜 만들어진다). 가공 후에 샘플 표면은 결정립 크기 = 9㎛ & RA = 0.15㎛를 갖는다. 샘플 막대는 다음의 치수를 갖는다: 길이 = 50mm, 폭 = 5mm & 높이 = 3mm (순서: 표준 문서에서와 같이, 길이, 폭, 높이). 세 개의 샘플은, 측정되고 및 평균은 계산된다. 샘플 온도는, 샘플 표면에 대해 꼭 맞는 열전대 (thermocouple)를 사용하여 측정된다. 다음의 파라미터는 사용된다: 가열 속도 = 25K에서 최대 1500℃까지, 로딩 중량 = 100g, 최대 굽힘 = 3000㎛ (표준 문서로부터의 편차).

[1057] zb. 이슬점 측정

[1058] 이슬점은 Michell Instruments GmbH, D-61381 Friedrichsdorf의 "Optidew"라고 불리는 이슬점 미러 습도계를 사용하여 측정된다. 이슬점 미러 습도계의 측정 셀은, 오븐의 가스 배출구로부터 100cm의 거리에 배열된다. 이를 위해, 측정 셀을 갖는 측정 장치는, T-피스 및 호스 (Swagelok PFA, 외경 : 6mm)를 통해 오븐의 가스 배출구에 가스 연통 (gas communication)으로 연결된다. 측정 셀에서의 과압은 10±2 mbar이다. 측정 셀을 통한 가스의 통과 흐름은 1-2 표준 리터/분 (standard litre/min)이다. 측정 셀은, 25℃의 온도, 30%의 상대 습도, 1013hPa의 평균 압력을 갖는 실내에 있다.

[1059] zc. 잔류 수분 (물 함량)

[1060] 이산화규소 과립의 샘플의 잔류 수분의 측정은, Mettler Toledo의 Moisture Analyzer HX204를 사용하여 수행된다. 상기 장치는 열중량분석의 원리를 사용하여 작용한다. HX204는, 가열 소자로서 할로겐 광원이 장착된다. 건조 온도는 220℃이다. 샘플의 출발 중량은 10g±10%이다. "표준" 측정 방법은 선택된다. 건조는, 중량 변화가 1 mg/140s 이하로 도달할 때까지 수행된다. 잔류 수분은, 초기 중량과 샘플의 최종 중량 사이에 차이를, 샘플의 초기 중량으로 나눈 것으로 제공된다.

[1061] 이산화규소 분말의 잔류 수분 측정은, DIN EN ISO 787-2:1995 (2h, 105℃)에 따라 수행된다.

[1062] [109] 실시 예

[1063] 본 발명은 하기 실시 예에서 더욱 예시된다. 본 발명은 실시 예에 의해 제한되지 않는다.

[1064] A. 1. 이산화규소 분말의 제조 (OMCTS 방법)

[1065] 실록산을 공기 (A)로 분무화 (atomising)하여 형성된 에어로졸은, 산소 농축 공기 (B)와 수소의 혼합물을 점화시켜 형성된 화염으로 압력하에 도입된다. 더욱이, 화염을 둘러싸는 가스 흐름 (C)은, 도입되고, 및 공정 혼합물은 공정 가스로 나중에 냉각된다. 생성물은, 필터에서 분리된다. 공정 파라미터는, 표 1에 제공되고, 및 그 결과로 생긴 생성물의 사양은, 표 2에 제공된다. 본 실시 예에 대한 실험적 데이터는 A1-x로 나타낸다.

[1066] 2. 변형 1: 증가된 탄소 함량

[1067] 공정은 A.1에서 기재된 바와 같이 수행되나, 실록산의 연소는, 일정량의 탄소가 또한 형성되는 방식으로 수행된다. 본 실시 예의 실험 데이터는 A2-x로 나타낸다.

표 1

[1068]

실시 예		A1-1	A2-1	A2-2
에어로졸 형성				
실록산		OMCTS*	OMCTS*	OMCTS*
피드 속도	kg/h (kmol/h)	10 (0.0337)	10 (0.0337)	10 (0.0337)
공기의 피드 속도 (A) 압력	Nm^3/h barO	14 1.2	10 1.2	12 1.2
버너 피드				
산소 풍부 공기 (B) O_2-함량	Nm^3/h Vol.%	69 32	65 30	68 32
총 O_2 피드 속도	Nm^3/h kmol/h	25.3 1.130	21.6 0.964	24.3 1.083
수소 피드 속도	Nm^3/h kmol/h	27 1.205	27 1.205	12 0.536
탄소 화합물의 피드 물질 양	 Nm^3/h	--	--	 메탄 5.5
공기 흐름 (C)	Nm^3/h	60	60	60
화학 양론 비				
V		2.099	1.789	2.011
X		0.938	0.80	2.023
Y		0.991	0.845	0.835

[1069] V = 실록산의 완전 산화를 위해 사용된 O_2/요구된 O_2의 몰 비; X = 몰 비 O_2/H_2; Y = (OMCTS + 연료 가스의 화학량론적 전환을 위해 사용된 O_2/요구된 O_2의 몰 비); barO = 과압;

[1070] *OMCTS = 옥타메틸시클로테트라실록산.

표 2

[1071]

실시 예		A1-1	A2-1	A2-2
BET	m^2/g	30	33	34
벌크 밀도	g/mℓ	0.114±0.011	0.105±0.011	0.103±0.011
다짐 밀도	g/mℓ	0.192±0.015	0.178±0.015	0.175±0.015
일차 입자 크기	nm	94	82	78
입자 크기 분포 D_{10}	㎛	3.978±0.380	5.137±0.520	4.973±0.455
입자 크기 분포 D_{50}	㎛	9.383±0.686	9.561±0.690	9.423±0.662
입자 크기 분포 D_{90}	㎛	25.622±1.387	17.362±0.921	18.722±1.218
C 함량	ppm	34±4	73±6	80±6

Cl 함량	ppm	< 60	< 60	< 60
Al 함량	ppb	20	20	20
Al 이외 금속의 총 함량	ppb	< 700	< 700	< 700
잔류 수분 함량	wt.%	0.02-1.0	0.02-1.0	0.02-1.0
물 4%에서 pH 값 4% (IEP)	-	4.8	4.6	4.5
5 rpm에서 점도, 수성 현탁액 30 Wt-%, 23 ℃	mPas	753	1262	1380
알칼리 토금속 함량	ppb	538	487	472

[1072] B. 1. 이산화규소 분말의 제조 (규소 공급원: $SiCl_4$)

[1073] 사염화규소 ($SiCl_4$)의 일부는 온도 (T)에서 증발되고, 및 산소 풍부 공기 및 수소의 혼합물을 점화시켜 형성된 버너의 화염에 압력 (P)으로 도입된다. 배출구로 평균 정규화된 가스 흐름은 일정하게 유지된다. 공정 혼합물은 그 다음 공정 가스로 냉각된다. 생성물은 여과기에서 분리된다. 공정 파라미터는, 표 3에 제공되고 및 그 결과로 생긴 생성물의 사양은 표 4에 제공된다. 이들은 B1-x로 표시한다.

[1074] 2. 변형 1: 증가된 탄소 함량

[1075] 공정은 B.1.에서 기재된 대로 수행하였으나, 사염화규소의 버닝 (burning)은, 상당한 양의 탄소가 형성되도록 수행된다. 본 실시 예에 대한 실험데이터는 B2-x로 나타낸다.

표 3

[1076]

실시 예		B1-1	B2-1
에어로졸 형성			
사염화규소 피드	kg/h (kmol)	50 (0.294)	50 (0.294)
온도 T 압력 p	℃ barO	90 1.2	90 1.2
버너 피드			
산소 풍부 공기, 그 내에 O_2 함량	Nm^3/h Vol.%	145 45	115 30
탄소 화합물의 피드 물질 양	 Nm^3/h	--	 메탄 2.0
수소 피드	Nm^3/h kmol/h	115 5.13	60 2.678
화학 양론 비			
X		0.567	0.575
Y		0.946	0.85

[1077] X = 몰비로서 O_2/H_2; Y = $SiCl_4 + H_2 + CH_4$와의 화학양론적 반응에 요구된 사용 된 O_2/O_2의 몰 비; barO = 과압.

표 4

[1078]

실시 예		B1-1	B2-1
BET	m^2/g	49	47
벌크 밀도	g/mℓ	0.07±0.01	0.06±0.01
다짐 밀도	g/mℓ	0.11±0.01	0.10±0.01
일차 입자 크기	nm	48	43
입자 크기 분포 D10	㎛	5.0±0.5	4.5±0.5
입자 크기 분포 D50	㎛	9.3±0.6	8.7±0.6
입자 크기 분포 D90	㎛	16.4±0.5	15.8±0.7
C 함량	ppm	< 4	76
Cl 함량	ppm	280	330
Al 함량	ppb	20	20

Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Hf, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Ti, V, W, Zn, Zr의 농도의 총량	ppb	< 1300	< 1300
잔류 수분 함량	wt.%	0.02-1.0	0.02-1.0
물 4%에서 pH 값 4% (IEP)	pH	3.8	3.8
5 rpm에서 점도, 수성 현탁액 30 Wt-%, 23℃	mPas	5653	6012
알칼리 토금속 함량	ppb	550	342

[1079] C. 스팀 처리

[1080] 이산화규소 분말의 입자 흐름은 스탠딩 칼럼의 상부를 통해 도입된다. 온도 (A) 및 공기에서 스팀은 칼럼의 하부를 통해 주입된다. 칼럼은, 내부에 위치된 히터에 의해 칼럼의 상부에서 온도 (B) 및 칼럼의 하부에서 제2온도 (C)로 유지된다. 칼럼을 떠난 후 (유지 시간 (D)), 이산화규소 분말은, 특히 표 6에 나타낸 특성을 갖는다. 공정 파라미터는 표 5에 제공된다.

표 5

[1081]

실시 예			C-1	C-2
추출물: 생성물 유래			B1-1	B2-1
추출물 피드		kg/h	100	100
스팀 피드		kg/h	5	5
스팀 온도 (A)		℃	120	120
공기 피드		Nm^3/h	4.5	4.5
칼럼 높이 내부 직경		 m mm	 2 600	 2 600
T (B)	℃		260	260
T (C)	℃		425	425
이산화규소 분말의 유지 시간 (D)	s		10	10

표 6

[1082]

실시 예		C-1	C-2
물 4%에서 pH 값 4% (IEP)	-	4.6	4.6
Cl 함량	ppm	< 60	< 60
C 함량	ppm	< 4	36
5 rpm에서 점도, 수성 현탁액 30 Wt-%, 23℃	mPas	1523	1478

[1083] 실시 예 C-1 및 C-2에서 얻은 이산화규소 분말 각각은, 현탁액 중 중간 pH 값뿐만 아니라 낮은 염소 함량을 갖는다. 실시 예 C-2의 탄소 함량은, C-1보다 높다.

[1084] D. 중화제로 처리

[1085] 이산화규소 분말의 입자 흐름은, 스탠딩 칼럼의 상부를 통해 도입된다. 중화제 및 공기는 칼럼의 하부를 통해 주입된다. 칼럼은, 내부에 위치된 히터에 의해 칼럼의 상부에서 온도 (B) 및 칼럼의 하부에서 제2온도 (C)로 유지된다. 칼럼을 떠난 후 (유지 시간 (D)), 이산화규소 분말은, 특히 표 8에 나타낸 특성을 갖는다. 공정 파라미터는 표 7에 제공된다.

표 7

[1086]

실시 예		D-1
추출물: 생성물 유래		B1-1
추출물 피드	kg/h	100
중화제		암모니아
중화제 피드	kg/h	1.5
중화제 사양		Air Liquide로부터 구입가능: 암모니아 N38, 순도 = 99.98 Vol.%

공기 피드	Nm^3/h	4.5
칼럼 높이 내부 직경	 m mm	 2 600
T (B)	℃	200
T (C)	℃	250
이산화규소 분말의 유지 시간 (D)	s	10

표 8

[1087]

실시 예		D-1
물 4%에서 pH 값 4% (IEP)	-	4.8
Cl 함량	ppm	210
C 함량	ppm	< 4
5 rpm에서 점도, 수성 현탁액 30 Wt-%, 23℃	mPas	821

[1088] E. 1. 이산화규소 분말로부터 이산화규소 과립의 제조

[1089] 이산화규소 분말은 완전 탈염수에서 분산된다. 이를 위해, Gustav Eirich 기계 공장에서 타입 R의 고효율 혼합 장치 (intensive mixer)는 사용된다. 그 결과로 생긴 현탁액은, 막 펌프 (membrane pump)로 펌핑되고, 및 이에 의해 가압되며 및 노즐에 의해 액적으로 전환된다. 이들은 분무탑에서 건조되고, 및 탑의 바닥 상에 수집된다. 공정 파라미터는, 표 9에 제공되고, 얻어진 과립의 특성은 표 10에 제공된다. 본 실시 예의 실험 데이터는 E1-x로 표시된다.

[1090] 2. 변형 1: 증가된 탄소 함량

[1091] 본 공정은 E.1에서 기재된 것과 유사하다. 부가적으로, 탄소 분말은, 현탁액으로 분산된다. 이들 실시 예에 대한 실험데이터는, E2-x로 표시된다.

[1092] 3. 변형 2: 규소의 첨가

[1093] 본 공정은 E.1에서 기재된 것과 유사하다. 부가적으로, 규소 성분은 현탁액으로 분산된다. 이들 실시 예에 대한 실험데이터는, E3-1로 식별된다.

표 9

[1094]

실시 예		E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2
추출물 = 생성물 유래		A1-1	A2-1	B1-1	C-1	C-2	A1-1	A1-1	A2-1
추출물의 양	Kg	10	10	10	10	10	10	10	10
탄소 분말 물질 최대 입자 크기 양		--	--	--	--	--	 C** 75㎛ 1g	--	--
규소 성분 물질		--	--	--	--	--	--	규소 분말 ***	--
결정립 크기 (d50) 양 탄소 함량								8㎛ 1000ppm 0.5ppm	
Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Hf, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Ti, V, W, Zn, Zr의 농도의 총량								5ppm	
물	등급* Liter	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4
분산액 고체 함량	 Wt.%	 65	 65	 65	 65	 65	 65	 65	 65

노즐									
직경	mm	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2
온도	℃	25	25	25	25	25	25	25	25
압력	Bar	16	16	16	16	16	16	16	16
설치 높이	m	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
분무탑									
높이	m	18.20	18.20	18.20	18.20	18.20	18.20	18.20	18.20
내부 직경	m	6.30	6.30	6.30	6.30	6.30	6.30	6.30	6.30
T (도입 가스)	℃	380	380	380	380	380	380	380	380
T (배기가스)	℃	110	110	110	110	110	110	110	110
공기 흐름	m^3/h	6500	6500	6500	6500	6500	6500	6500	6500

[1095] 설치 높이 = 노즐과 중력의 방향으로 분무탑 내부의 가장 낮은 지점 사이의 거리. *FD = 완전 탈염된, 전도도 ≤ 0.1 μS;

[1096] **C 006011 : 그래파이트 분말, 최대 입자 크기: 75㎛, 고순도 (Goodfellow GmbH, Bad Nauheim (Germany)로부터 이용 가능함);

[1097] *** Wacker Chemie AG (Munich, Germany)로부터 이용 가능함.

표 10

[1098]

실시예		E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2
BET	m^2/g	30	33	49	49	47	28	31	35
벌크밀도	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
다짐밀도	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
평균입자크기	㎛	255	255	255	255	255	255	255	255
입자크기분포 D_{10}	㎛	110	110	110	110	110	110	110	110
입자크기분포 D_{50}	㎛	222	222	222	222	222	222	222	222
입자크기분포 D_{90}	㎛	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
종횡비 W/L (폭 대 길이)	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
C 함량	ppm	< 4	39	< 4	< 4	32	100	< 4	39
Cl 함량	ppm	< 60	< 60	280	<60	<60	<60	<60	< 60
Al 함량	ppb	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, Zr의 농도의 총량	ppb	< 700	< 700	< 1300	< 1300	< 1300	< 700	< 700	< 700
잔류 수분 함량	wt.%	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3	< 3
알칼리 토금속 함량	ppb	538	487	550	550	342	538	538	487
기공 부피	ml/g	0.33	0.33	0.45	0.45	0.45	0.33	0.33	0.33
안식각	°	26	26	26	26	26	26	26	26

[1099] 과립은 모두 개방 기공이 있고, 균일하며 및 구형의 형상을 갖는다 (모두 미세현미경 조사). 그들은 함께 달라붙거나 또는 결합하지 않는 경향이 있다.

[1100] F. 이산화규소 과립의 세정

[1101] 이산화규소 과립은 먼저 온도 (T1)에서 산소 또는 질소 (표 11, 참조)로 선택적으로 처리된다. 뒤이어, 이산화규소 과립은, 동향-흐름의 염소 함유 성분으로 처리되고, 여기서 온도는 온도 (T2)로 상승한다. 공정 파라미터는, 표 11에 제공되고, 및 얻은 처리된 과립의 특성은 표 12에 제공된다.

표 11

[1102]

실시예		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F2-1	F3-1	F3-2
추출물 = 생성물유래		E1-1	E1-2	E1-3	E1-4	E1-5	E2-1	E3-1	E3-2
로터리 킬른[1)] 길이 내부직경	 cm cm	 200 10		 200 10	 200 10	 200 10		 200 10	 200 10
처리량	kg/h	2		2	2	2		2	2
회전속도	rpm	2		2	2	2		2	2
T1	℃	1100	NA	1100	1100	1100	NA	1100	1100
분위기		순수 O_2	NA	순수 O_2	순수 O_2	순수 O_2	NA	N_2	N_2
반응물		O_2	NA	O_2	O_2	O_2	NA	없음	없음
피드		3001/h	NA	3001/h	3001/h	3001/h	NA		
잔류수분함량	wt.%	<1	< 3	<1	<1	<1	< 3	<1	<1
T2	℃	1100	1100	1100	1100	1100	1100	NA	NA
동향-흐름									
성분 1: HCl	l/h	50	50	50	50	50	50	NA	NA
성분 2: Cl_2 성분 3: N_2	l/h l/h	0 50	15 35	0 50	0 50	0 50	15 35	NA NA	NA NA
총 동향-흐름	l/h	100	100	100	100	100	100	NA	NA

[1103] [1)]로터리 킬른의 경우, 처리량은 제어 변수로서 선택된다. 이것은, 작동 동안에, 로터리 킬른에서 배출되는 질량 흐름의 무게가 측정되고, 및 그 다음 이에 맞춰 로터리 킬른의 회전 속도 및/또는 경사도가 조정된다는 것을 의미한다. 예를 들어, 처리량에서 증가는, a) 회전 속도를 증가시키거나, b) 수평으로부터 로터리 킬른의 경사도를 증가시키거나, 또는 a) 및 b)의 조합에 의해 달성될 수 있다.

표 12

[1104]

실시예		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F2-1	F3-1	F3-2
BET	㎡/g	25	27	43	45	40	23	25	26
C 함량	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 함량	ppm	100-200	100-200	300-400	100-200	100-200	100-200	<60	<60
Al 함량	ppb	20	20	20	20	20	20	20	20
기공 부피	㎣/g	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, Zr의 농도 총량	ppb	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<700	<700
알칼리토금속함량	ppb	115	55	95	115	40	35	136	33
다짐밀도	g/㎤	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

[1105] F1-2, F2-1 및 F3-2의 경우, 세정 단계 이후의 과립은, 현저히 감소된 탄소 함량을 나타낸다 (예를 들어, F1-1과 같은, 저 탄소 과립). 특히, F1-2, F1-5, F2-1 및 F3-2는, 현저히 감소된 알칼리 토금속의 함량을 나타낸다. SiC 형성은 관찰되지 않았다.

[1106] G. 가온에 의한 이산화규소 과립의 처리

[1107] 이산화규소 과립은, 용융 오븐의 업스트림에 위치되고 및 또 다른 중간 챔버를 통해 용융 오븐에 흐름 연결(flow connection)로 연결된 로터리 킬른의 형태에서 예연소실 (prechamber)에서 온도 처리에 적용된다. 로터리 킬른는, 흐름 방향에서 증가하는 온도 프로파일을 특징으로 한다. 더욱 처리된 이산화규소 과립은 얻어진다. 실시 예 G4-2에서, 가온에 의한 처리는, 로터리 킬른에서 혼합하는 동안 수행되지 않는다. 공정 파라미터는, 표

13에 제공되며 및 얻어진 처리된 과립의 특성은 표 14에 제공된다.

표 13

[1108]

실시 예		G1-1	G1-2	G1-3	G1-4	G1-5
추출물 = 생성물 유래		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5
규소 성분 물질 양		--	--	--	--	--
로터리 킬른[1)] 길이 내부 직경	 cm cm	 200 10	 200 10	 200 10	 200 10	 200 10
처리량	kg/h	8	5	5	5	5
회전 속도	rpm	30	30	30	30	30
T1 (로터리 킬른 주입구)	℃	RT	RT	RT	RT	RT
T2 (로터리 킬른 배출구)	℃	500	500	500	500	500
분위기						
가스, 흐름 방향		공기, 대류 없음	O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름
가스 흐름의 총 처리량	Nm^3/h		0.6	0.6	0.6	0.6

[표 13 계속]

실시 예		G2-1	G3-1	G3-2	G4-1	G4-2
추출물 = 생성물 유래		F2-1	F3-1	F3-2	F1-1	F1-1
규소 성분 물질 양		--	--	---	규소분말*** 0.01%	규소분말*** 0.01%
로터리 킬른[1)] 길이 내부 직경	 cm cm	 200 10	 200 10	 200 10	 200 10	NA
처리량	kg/h	5	5	5	5	
회전 속도	rpm	30	30	30	30	
T1 (로터리 킬른 주입구)	℃	RT	RT	RT	RT	
T2 (로터리 킬른 배출구)	℃	500	500	500	500	
분위기						
가스, 흐름 방향		O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름	O_2, 역 흐름	
가스 흐름의 총 처리량	Nm^3/h	0.6	0.6	0.6	0.6	

[1109]

[1110] ***결정립 크기 D_{50} = 8㎛; 탄소 함량 ≤ 0.5ppm; 총 외부 금속 ≤ 5ppm; Wacker Chemie AG (Munich, Germany)로부터 이용 가능함. RT = 실온

[1111] [1)]로터리 킬른의 경우, 처리량은 제어 변수로서 선택된다. 이것은, 작동 동안에, 로터리 킬른에서 배출되는 질량 흐름의 무게가 측정되고, 및 그 다음 이에 맞춰 로터리 킬른의 회전 속도 및/또는 경사도가 조정된다는 것을 의미한다. 예를 들어, 처리량에서 증가는, a) 회전 속도를 증가시키거나, b) 수평으로부터 로터리 킬른의 경사도를 증가시키거나, 또는 a) 및 b)의 조합에 의해 달성될 수 있다.

표 14

[1112]

실시 예		G1-1	G1-2	G1-3	G1-4	G1-5	G2-1	G3-1	G3-2	G4-1	G4-2
BET	m^2/g	22	23	38	42	37	22	22	21	22	24
수 함량	ppm	500	100	100	100	100	100	500	100	500	<10000
C 함량	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 함량	ppm	100-200	100-200	300-400	100-200	100-200	100-200	<60	<60	100-200	100-200

Al 함량	ppb	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, Zr의 농도 총량	ppb	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200	≤200
알칼리 토금속 함량	ppb	115	55	95	115	40	35	136	33	115	115
안식각	°	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26

[1113] 이 처리로 인해, G3-1 및 G3-2는, 이전 (각각 E3-1 및 E3-2)과 비교하여 현저히 감소된 알칼리 토금속 함량을 나타낸다.

[1114] H. 석영 유리를 얻기 위한 과립의 용융

[1115] 표 15의 라인 2에 따른 이산화규소 과립은, 수직 도가니 인발 공정 (vertical crucible drawing process)에서 석영 유리 튜브를 제조하는데 사용된다. 스탠딩 용융 도가니를 포함하는 스탠딩 오븐의 구조, 예를 들어, H5-1은, 도 7에 개략적으로 나타내고, 및 행잉 용융 도가니를 갖는 모든 다른 실시 예에 대해, 도 6은 개략적인 표현으로 역할을 한다. 이산화규소 과립은 고체 피드를 통해 도입되고, 및 용융 도가니의 내부는, 가스 혼합물로 플러싱된다. 용융 도가니에서, 이산화규소 과립의 안식 콘 (reposing cone)이 위치하는 경우 유리 용융물은 형성된다. 용융 도가니의 하부 영역에서, 용융 유리는, (선택적으로 맨드릴을 갖는) 다이를 통해 유리 용융물로부터 제거되고 및 관형 스레드 (tubular thread)의 형태로 수직으로 아래로 당겨진다. 설비의 산출량은, 유리 용융물의 중량, 노즐을 통과하는 유리의 점도, 및 노즐에 의해 제공된 홀의 크기로부터 결과한다. 이산화규소 과립의 피드 속도 및 온도를 변화시켜, 산출량은 원하는 수준으로 설정될 수 있다. 공정 파라미터는, 표 15 및 표 17에 제공되고, 및 몇몇 경우에서, 표 19에, 및 형성된 석영 유리체의 특성은 표 16 및 표 18에 제공된다.

[1116] 실시 예 H7-1에서, 가스 분배 링은, 플러싱 가스가 유리 용융물의 표면에 가깝게 주입되게, 용융 도가니 내에 배열된다. 이러한 배열의 예는, 도 8에 나타낸다.

[1117] 실시 예 H8-x에서, 이슬점은 가스 배출구에서 측정된다. 측정 원리는 도 12에 나타낸다. 용융 도가니의 배출구와 이슬점의 측정 위치 사이에서, 가스 흐름은 100cm의 거리를 커버한다.

표 15

[1118]

실시 예		H1-1	H1-2	H1-3	H1-4	H1-5	H3-1	H3-2	H4-1	H4-2
추출물=생성물 유래		G1-1	G1-2	G1-3	G1-4	G1-5	G3-1	G3-2	G4-1	G4-2
용융 도가니 타입		행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니	행잉 금속 시트 도가니
금속타입		텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐
길이		200	150	150	150	150	200	150	200	200
내부직경	cm cm	40	25	25	25	25	40	25	40	40
처리량	kg/h	30	20	20	20	20	30	20	30	30
T1 (용융 도가니의 가스실)	℃	300	300	300	300	300	300	300	300	300
T2 (유리 용융물)	℃	2100	2100	2100	2100	2100	2100	2100	2100	2100
T3 (노즐)	℃	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900
분위기/플러싱 가스										
He										
농도	Vol.%	50	50	50	50	50	50	50	50	50

H_2										
농도	Vol.%	50	50	50	50	50	50	50	50	50
총 가스 흐름 처리량	Nm^3/h	4	4	4	4	4	2	4	2	2
O_2	ppm	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100

표 16

[1119]

실시 예		H1-1	H1-2	H1-3	H1-4	H1-5
C 함량	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 함량	ppm	100-200	100-200	300-400	100-200	100-200
Al 함량	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, Zr의 농도 총량	ppb	<400	<400	<400	<400	<400
OH 함량	ppm	400	400	400	400	400
알칼리 토금속 함량	ppb	115	55	95	115	40
ODC 함량	$1/cm^3$	$4*10^{15}$	$2*10^{16}$	$4*10^{15}$	$4*10^{15}$	$4*10^{15}$
기공 부피	mL/g	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
관형 스레드/석영 유리체의 외경	cm	19.7	3.0	19.7	19.7	19.7
점도	Lg(η/dPas)					
@1250℃		11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13
@1300℃		11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1
@1350℃		10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07

[1120] "±" 값은 표준 편차이다.

[표 16 계속]

실시 예		H3-1	H3-2	H4-1	H4-2
C 함량	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 함량	ppm	<60	<60	100-200	100-200
Al 함량	ppb	20	20	20	20
Ca, Co, Cr, Cu, Fe, Ge, Hf, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Ti, V, W, Zn, Zr의 농도 총량	ppb	<400	<400	<400	<400
OH 함량	ppm	80	400	80	80
알칼리 토금속 함량	ppb	136	33	115	115
ODC 함량	$1/cm^3$	$5*10^{18}$	$2*10^{16}$	$5*10^{18}$	$8*10^{18}$
기공 부피	mL/g	0.1	0.1	0.1	0.1
관형 스레드/석영 유리체의 외경	cm	19.7	3.0	19.7	19.7
점도	Lg(η/dPas)				
@1250℃		12.16±0.2	11.69±0.13	12.16±0.2	12.16±0.2
@1300℃		11.49±0.15	11.26±0.1	11.49±0.15	11.49±0.15
@1350℃		10.88±0.1	10.69±0.07	10.88±0.1	10.88±0.1

[1121]

[1122] "±" 값은 표준 편차이다.

표 17

[1123]

실시 예		H5-1	H6-1	H7-1	H8-1	H8-2	H8-3	H8-4
추출물=생성물 유래		G1-1	G1-1	G1-1	G1-1	G1-1	G1-1	G1-1
용융 도가니								
타입		스탠딩 소결 도가니	행잉 소결 도가니	행잉 금속판 도가니	행잉 금속판 도가니	행잉 금속판 도가니	행잉 금속판 도가니	행잉 금속판 도가니
		텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐	텅스텐
금속타입		--	--	가스 분배링	이슬점 측정	이슬점 측정	이슬점 측정	이슬점 측정
부가적 피팅 및 고정장치				200	200	200	200	200
길이	cm	250 40	250 36	200 40	200 40	40	40	40
내부 직경	cm							
처리량	kg/h	40	35	30	30	30	30	30
T1 (용융 도가니의 가스실)	℃	300	400	300	300	300	300	300
T2 (유리 용융물)	℃	2100	2150	2100	2100	2100	2100	2100
T3 (노즐)	℃	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900
분위기								
He								
농도	Vol.%	30	50	50	50	50	50	50
H_2								
농도	Vol.%	70	50	50	50	50	50	50
총 가스 흐름 처리량	Nm^3/h	4	4	8	8	4	3	2
O_2	ppm	<100	<100	≤10	≤100	≤100	≤100	≤100

표 18

[1124]

실시 예		H5-1	H6-1	H7-1	H8-1	H8-2	H8-3	H8-4
C 함량	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 함량	ppm	100-200	100-200	100-200	100-200	100-200	100-200	100-200
Al 함량	ppb	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, Zr의 농도의 총량	ppb	<400	<400	<400	<400	<400	<400	<400
OH 함량	ppm	400	400	400	250	400	500	800
알칼리 토 금속함량	ppb	115	115	115	115	115	115	115
ODC 함량	$1/cm^3$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$	$<4*10^{15}$
W, Mo, Re, Ir, Os 함량	ppb	<300ppb	<300ppb	<100ppb	<50ppb	<100ppb	<5ppm	100ppm
관형 스레드/석영 유리 체의 외경	cm	26.0	19.7	19.7	19.7	19.7	19.7	19.7
점도	lg(η/dPas)							
@1250℃		11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13	12.06±0.15	11.69±0.13	11.69±0.13	11.63±0.13
@1300℃		11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1	11.38±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1	11.22±0.1
@1350℃		10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07	10.75±0.08	10.69±0.07	10.69±0.07	10.65±0.07

표 19

[1125]

실시 예		H-7-1	H8-1	H8-2	H8-3	H8-4
분배 링 (용융 도가니 내에 가스 주입구), 유리 용융물 위 높이	cm	2	--	--	--	--
가스 배출구의 위치		용융 도가니의 뚜껑	용융 도가니의 뚜껑	용융 도가니의 뚜껑	용융 도가니의 뚜껑	용융 도가니의 뚜껑
가스 흐름의 이슬점 용융 도가니로 도입 전		-90	-90	-90	-90	-90
용융 도가니로부터 제거 후		-10	-30	-10	0	+10

[1126] I. 석영 유리체의 후 가공

[1127] 실시 예 H1-1에서 얻고 및 이미 인발된 석영 유리체 (1000kg, 표면적 = 110㎡, 지름 = 1.65 cm, 총 길이 2120m)는, 스코어링 (scoring) 및 스트라이킹 (striking)에 의해 200cm의 길이를 갖는 조각으로 절단된다. 말단 표면은, 평평한 말단 표면을 얻기 위해 소잉 (sawing)에 의해 후 가공된다. 석영 유리체 (I-1)의 얻어진 배치 (batch)는, HF 욕조 (V = 2㎥)에 30분간 딥핑하여 세정된 후, 완전 탈염수로 헹궈진다 (석영 유리체 (I-1')을 얻음).

[1128] J. "사용된 산" (사용 후 HF 욕조)

[1129] 실시 예 I (V = 2㎥)에서 딥핑 욕조에 액체는, 석영 유리체 (I-1')의 처리 직후 및 추가 처리 없이 시험된다. 전술된 처리를 위해 사용된 액체는, 표 20에 제공된 특성에 의해 처리 전 및 후를 특징으로 한다.

표 20

[1130]

원소	단위	석영 유리체의 처리 전	110㎡의 표면적 및 질량 m=1000kg의 석영 유리체의 처리 후
Al	ppm	0.04	0.8
내화성 금속 (W, Mo, ...)	ppm	0	0.15
전체로서, 전체 리스트*에 따른 추가 금속	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	wt.%	40	35
Si-F 화합물의 함량	wt.%	4	6
밀도	g/㎤	1.14	1.123

[1131] K. 과립의 수송력 (Transportability) (안식각)

[1132] 23 내지 26° 의 안식각 (이산화규소 과립)을 갖는 벌크 상품 및 더 큰 안식각을 갖는 것들, 예를 들어, 31 내지 36° 의 안식각을 갖는 석영 유리의 결정립은, 조사된다. 23 내지 26° 의 안식각을 갖는 벌크 상품은, 수평으로부터 30° 경사진 수송 튜브 (transport tube)를 통해 물질 수송에서 우수한 흐름 특성을 갖는 경향이 있다. 더 큰 안식각을 갖는 벌크 상품의 경우, 간헐적 시프트 (intermittent shifts)를 특징으로 하는 불규칙한 수송은 동일한 배열에서 관찰된다.

[1133] L. 어떤 과립의 융융 거동 (입자 크기 D_{50})

[1134] E1-1의 과립화 공정을 변화시켜, 표 21에 나타낸 입자 크기를 갖는 과립은 형성된다.

표 21

[1135]

실시 예	이산화규소 과립의 입자 크기 분포 D_{50}	잔류 수분	기포	용융시 크러스트 형성
#1	100㎛	+	-	강한 크러스트 형성
#2	130㎛	+	-	크러스트 형성
#3	160㎛	0	0	크러스트 형성 없음
#4	190㎛	0	0	크러스트 형성 없음
#5	222㎛	0	0	크러스트 형성 없음
#6	260㎛	0	0	크러스트 형성 없음
#7	290㎛	+	0	크러스트 형성 없음
#8	330㎛	++	+	크러스트 형성 없음
#9	400㎛	++	++	크러스트 형성 없음

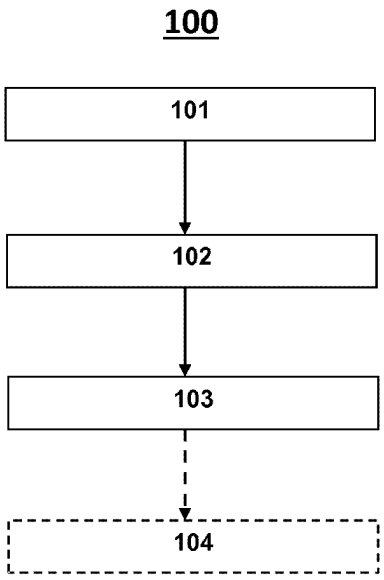
[1136] 0 = 전혀 내지 거의 없음; + = 많음; ++ = 매우 많음;

[1137] 350㎛까지의 D_{50}을 갖는 입자 크기 분포는, 분무탑으로 주입된 공기 흐름의 온도 및 처리량을 변화시켜 및 노즐의 분무 압력을 변화시켜 얻어진다. 350㎛ 초과의 D_{50}을 갖는 입자 크기 분포는, 더 작은 입자 크기로부터 체가름질하여 얻어진다. E1-1을 변화시켜 얻어진 과립은, F1-1 및 G1-1과 유사하게 더욱 처리되고, H1-1과 유사하게 용융된 다음 및 최종적으로 인발하여 석영 유리 막대를 얻는다. 잔류 수분은, 시험 방법에 제공된 방법에 따라 측정된다. 석영 유리 막대에서 유리 기포의 존재는, 시각적으로 결정된다.

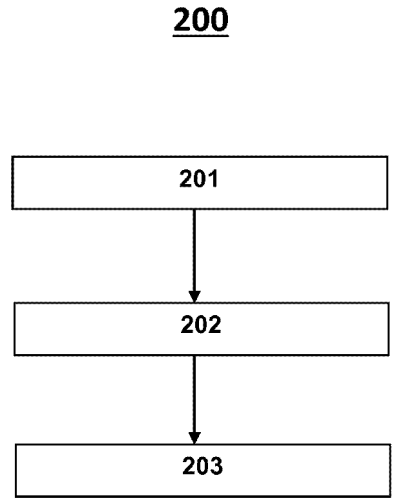
[1138] 낮은 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는 이산화규소 과립은, 정전하를 띠는 경향이 있는 것으로 밝혀졌다. 이것은, 용융 전에 과립 수송에서 스톨링으로 이어질 수 있다. 더욱이, 이러한 과립은, 더 높은 소결 활동도를 갖는다. 유리 용융물에 대한 크러스트의 형성은, 발생한다. 결과적으로, 크러스트의 파괴로부터 결과하는 불순물은, 석영 유리 막대로 도입된다. 높은 입자 크기 분포 D_{50}을 갖는 이산화규소 과립은, 불규칙하게 용융된다. 큰 기포 및 함유물 (불균질)의 형성은, 이로부터 인발된 석영 유리 막대를 결과한다.

도면

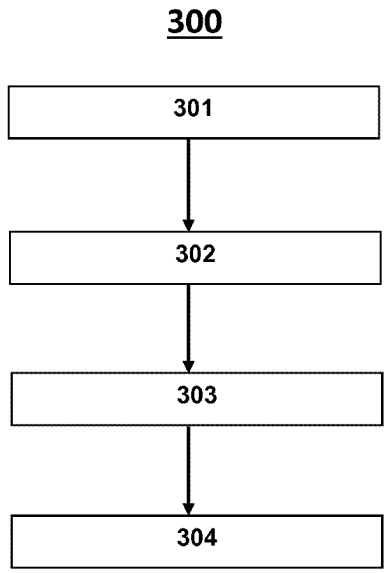
도면1



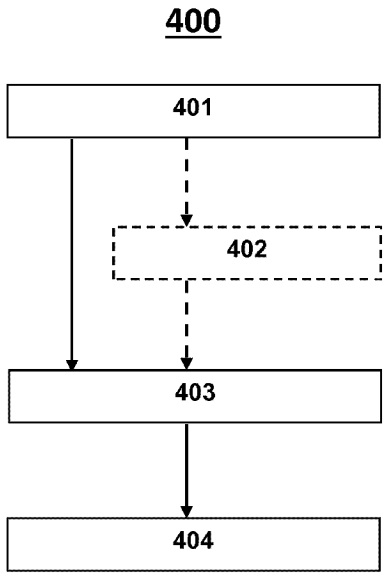
도면2



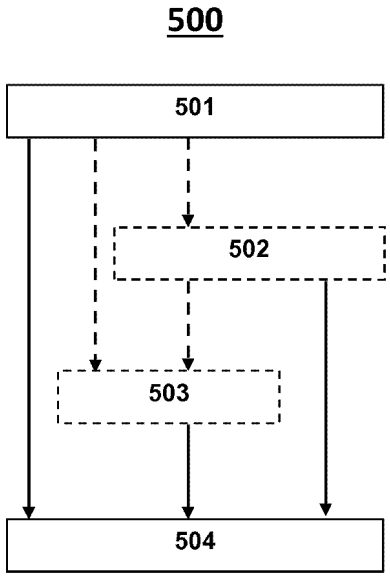
도면3



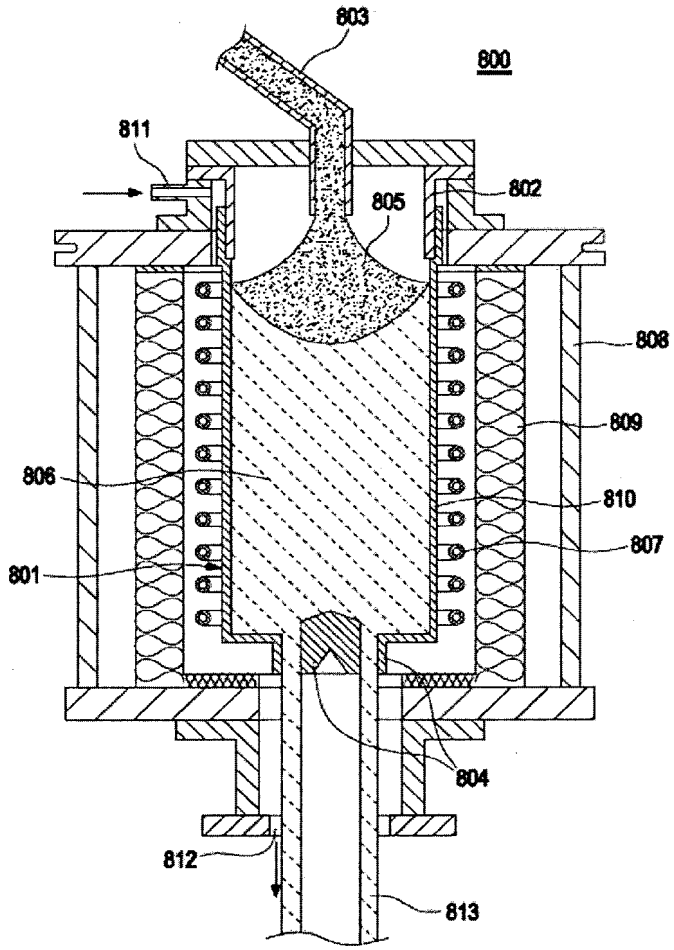
도면4



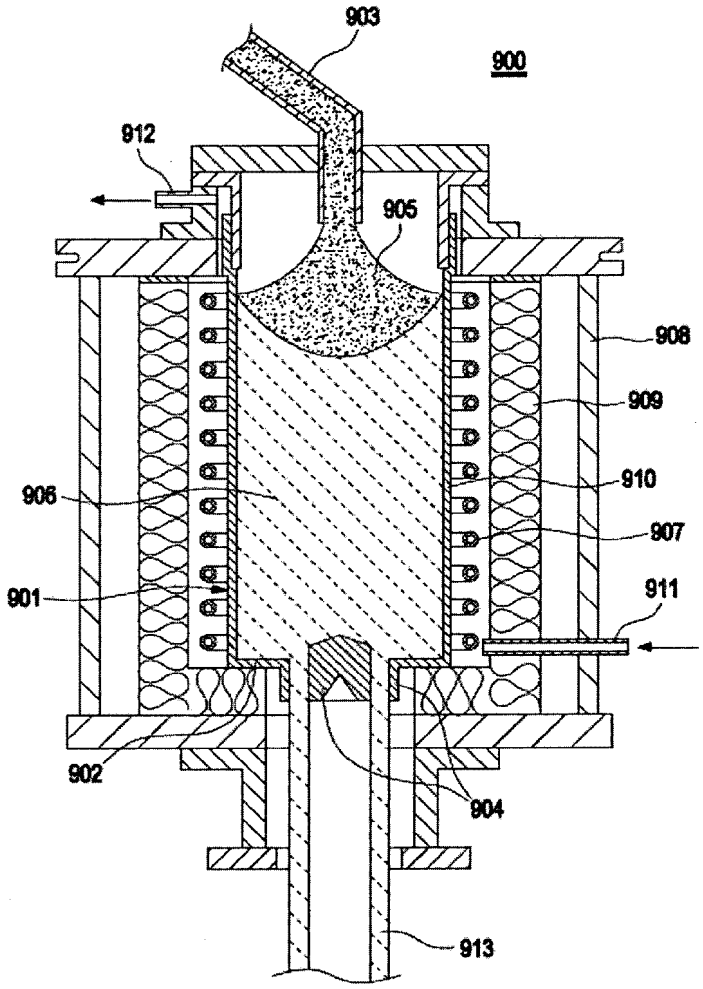
도면5



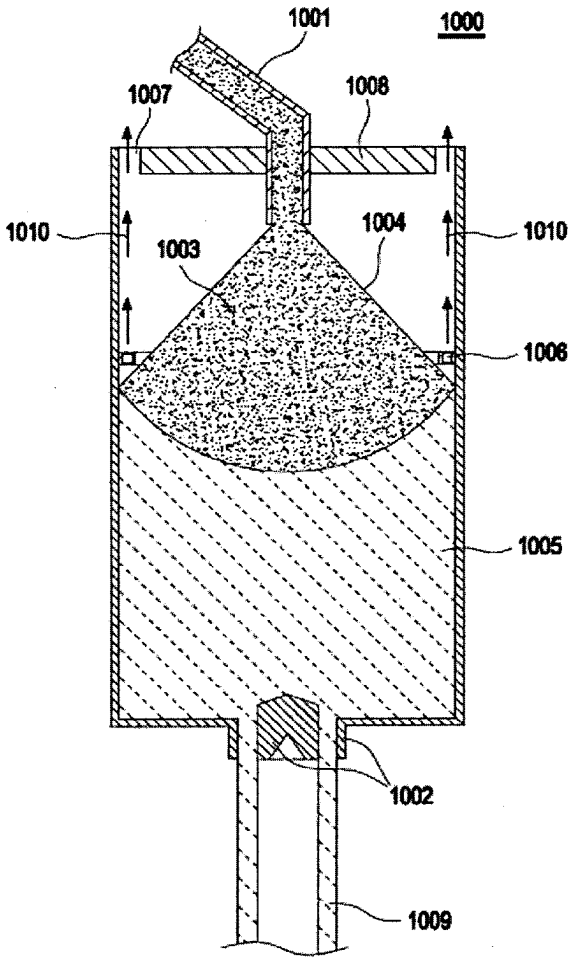
도면6



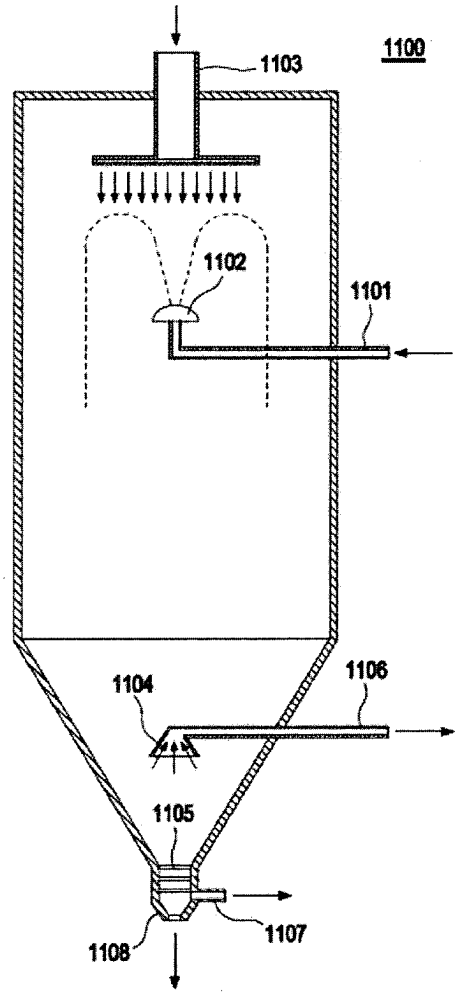
도면7



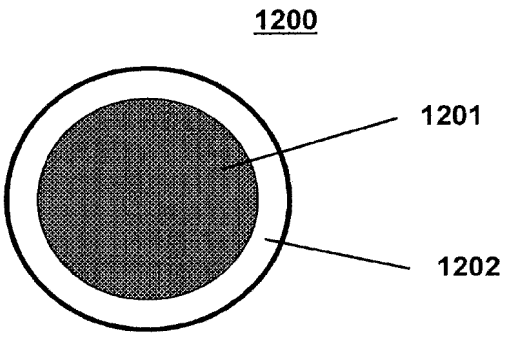
도면8



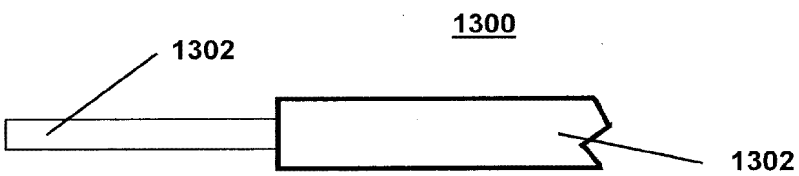
도면9



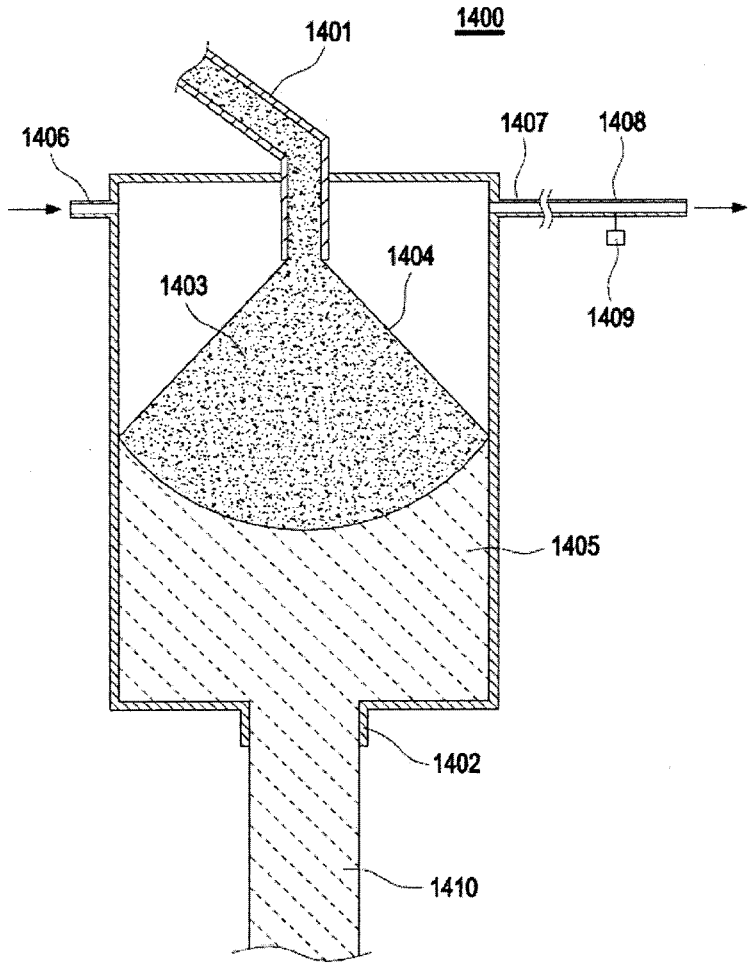
도면10



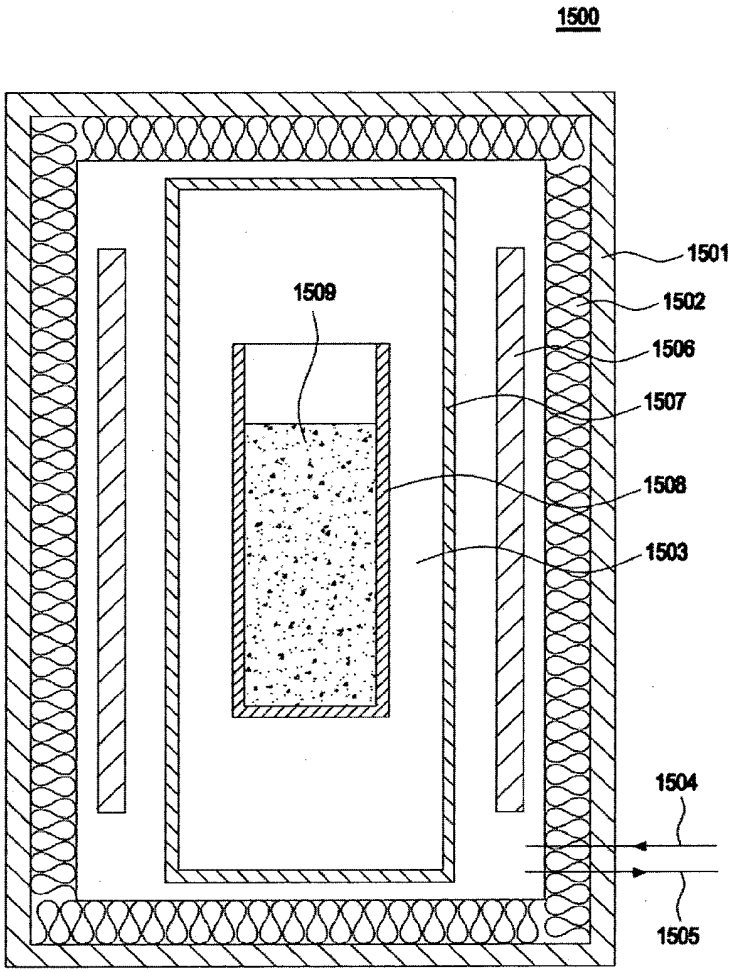
도면11



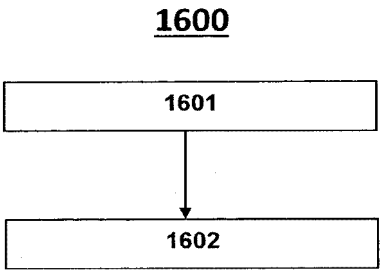
도면12



도면13


1500
1501
1509
1502
1506
1507
1508
1503
1504
1505

도면14


1600
1601
1602