

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】令和 3 年 3 月 18 日 (2021.3.18)

【公開番号】特開 2018-172270 (P2018-172270A)

【公開日】平成 30 年 11 月 8 日 (2018.11.8)

【年通号数】公開・登録公報 2018-043

【出願番号】特願 2018-65443 (P2018-65443)

【国際特許分類】

C 03 B 20/00 (2006.01)

C 03 C 3/06 (2006.01)

C 03 C 12/00 (2006.01)

【F I】

C 03 B 20/00 F

C 03 B 20/00 K

C 03 B 20/00 A

C 03 C 3/06

C 03 C 12/00

【手続補正書】

【提出日】令和 3 年 2 月 3 日 (2021.2.3)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも部分的に、希土類金属ドーブされた石英ガラスからなる構成部品の製造方法であって、

(a) ボイドを含む希土類金属でドーブされた  $\text{SiO}_2$  原材料からなる中間生産物を準備する工程、

(b) 該中間生産物を、内側部が炭素質のモールド壁により境界形成された焼結モールド中に導入する工程、

(c) 前記モールド壁と前記中間生産物との間に遮蔽を配置して、 $1500$  を上回る最高温度でのガス圧焼結により該中間生産物を溶融することで構成部品を得る工程を含む製造方法において、

少なくとも  $2\text{ mm}$  の層厚を有する非晶質  $\text{SiO}_2$  粒子のバルク材料であって、その軟化温度がドーブされた  $\text{SiO}_2$  原材料の軟化温度よりも少なくとも  $20$  高いバルク材料を遮蔽として使用し、かつ該バルク材料が、方法工程による中間生産物の溶融の開始時にはガス透過性であり、そして該バルク材料が、溶融の間に焼結して加圧ガスに対して気密な外層となり、かつ、前記バルク材料は、 $0.8 \times 10^{-11} \text{ m}^2$  から  $3 \times 10^{-11} \text{ m}^2$  の間のダルシー係数によって規定されるガス透過率を有することを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記バルク材料は、 $0.75 \text{ g/cm}^3 \sim 1.3 \text{ g/cm}^3$  の範囲内のかさ密度を有することを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記  $\text{SiO}_2$  粒子は、 $150 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$  の範囲内の平均粒度 ( $D_{50}$  値) を有することを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

方法工程(c)によるガス圧焼結は、1600 を上回る最高温度で行われることを特徴とする、請求項1から3までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

SiO<sub>2</sub>バルク材料の軟化温度は、ドープされたSiO<sub>2</sub>原材料の軟化温度よりも、少なくとも50 だけ高いが、200 以下であることを特徴とする、請求項1から4までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】

前記SiO<sub>2</sub>粒子は、2 m<sup>2</sup>/g未満のBET表面積を有することを特徴とする、請求項1から5までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】

前記SiO<sub>2</sub>粒子は、1 m<sup>2</sup>/g未満のBET表面積を有し、それらの粒子は、開気孔を有しないことを特徴とする、請求項6に記載の方法。

【請求項8】

前記バルク材料は、 $0.8 \times 10^{-11} \text{ m}^2$ から $1.3 \times 10^{-11} \text{ m}^2$ の間のダルシー係数によって規定されるガス透過率を有することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項9】

前記バルク材料は、 $1.6 \times 10^{-11} \text{ m}^2 \sim 3 \times 10^{-11} \text{ m}^2$ の範囲内のダルシー係数によって規定されるガス透過率を有し、前記バルク材料は、150 μmから250 μmの間のD<sub>10</sub>値、および350 μmから450 μmの間のD<sub>90</sub>値を特徴とする粒度分布を有することを特徴とする、請求項1から6までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項10】

前記バルク材料は、40%～50%の範囲内の初期有効気孔率を有することを特徴とする、請求項1から9までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項11】

前記SiO<sub>2</sub>粒子は、少なくとも99.9%のSiO<sub>2</sub>含有量を有する石英ガラスからなり、その粘度は、1200 の温度で少なくとも $10^{12.5} \text{ dPa} \cdot \text{s}$ であることを特徴とする、請求項1から10までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項12】

前記SiO<sub>2</sub>粒子は、1000質量ppb未満の不純物Fe、Cu、CrおよびTiの全含有量を有することを特徴とする、請求項1から11までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項13】

前記SiO<sub>2</sub>粒子は、200質量ppb未満の不純物Fe、Cu、CrおよびTiの全含有量を有することを特徴とする、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

前記ガス透過性バルク材料は、少なくとも5mmの平均層厚を有する層として中間生産物を包囲することを特徴とする、請求項1から13までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項15】

前記中間生産物の溶融の間に、前記遮蔽はガラス化してクラッド材となり、かつガス圧処理が完了した後に、該クラッド材は除去されることを特徴とする、請求項1から14までのいずれか1項に記載の方法。

【請求項16】

前記ガス圧焼結は、以下の方法工程：

(a) 中間生産物を、負圧をかけて維持しながら、1000 から1300 の間の範囲内の温度に加熱することを含む前処理工程と、

(b) 該中間生産物を、負圧で1500 を上回る温度で、かつ少なくとも30分間の溶融時間にわたり溶融することで、バルク材料が焼結して、ガス不透過性の外層が形成される工程と、

(c) 溶融された中間生産物を、1500 を上回る温度で不活性ガス雰囲気中で2 barから20 barの間の範囲内の過圧下で少なくとも30分間の時間にわたり圧力処理す

る工程と

を含むことを特徴とする、請求項 1 から 1 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 7】

前記中間生産物は、一時的に少なくとも 5 0 体積 % の濃度のヘリウムおよび / または水素を含有する雰囲気さらされることを特徴とする、請求項 1 6 に記載の方法。