



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004130850/15, 06.03.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
06.03.2003(30) Конвенционный приоритет:  
18.03.2002 (пп.1-15) DE 10211958.9

(43) Дата публикации заявки: 10.06.2005

(45) Опубликовано: 20.03.2007 Бюл. № 8

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2078034 C1, 27.04.1997. RU 2130425  
C1, 20.05.1999. RU 2061111 C1, 27.05.1996. US  
6007883 A, 28.12.1999. US 6180077 B1,  
30.01.2001. US 5037625 A, 06.08.1991.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:  
18.10.2004(86) Заявка РСТ:  
EP 03/02316 (06.03.2003)(87) Публикация РСТ:  
WO 03/078321 (25.09.2003)Адрес для переписки:  
101000, Москва, М.Златоустинский пер., 10,  
кв.15, "ЕВРОМАРКПАТ", пат.пов.  
И.А.Веселицкой, рег. № 11

(72) Автор(ы):

Хольгер СЦИЛЛАТ (DE),  
Фритц ШВЕРТФЕГЕР (DE),  
Бернд ХАКК (DE),  
Маркус ШЕФЕР (DE)

(73) Патентообладатель(и):

Ваккер-Хеми АГ. (DE)

RU 2 295 492 C2

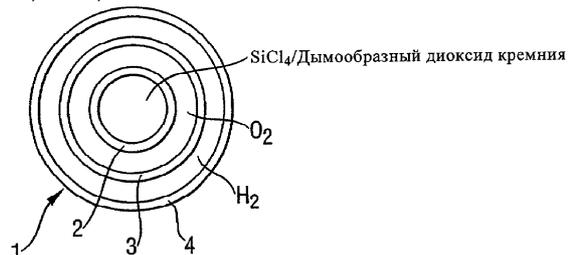
RU 2 295 492 C2

## (54) ВЫСОКОЧИСТЫЙ ПОРОШКОВЫЙ ДИОКСИД КРЕМНИЯ, СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к производству диоксида кремния. Предложен диоксид кремния в виде порошка, содержащего примесей менее 500 част./млрд, и не содержащего углерода, предпочтительно содержание в нем примесей составляет менее 150 част./млрд, из которых на долю Си приходится менее 1 част./млрд, на долю Fe приходится менее 25 част./млрд, на долю Ni приходится менее 2 част./млрд, на долю Cr приходится менее 2 част./млрд, на долю Ti приходится менее 3 част./млрд, на долю Al приходится менее 31 част./млрд, на долю Са приходится менее 65 част./млрд, на долю Mg приходится менее 12 част./млрд, на долю Na приходится менее 12 част./млрд, на долю K

приходится менее 6 част./млрд и на долю Li приходится менее 1 част./млрд. Диоксид кремния получают путем гидролиза  $\text{SiCl}_4$  в пламени устройства, где все поверхности контакта не содержат металлы. Изобретение обеспечивает получение высокочистого продукта. 7 н. и 8 з.п. ф-лы, 6 ил., 1 табл.



Фиг.1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2004130850/15, 06.03.2003**(24) Effective date for property rights: **06.03.2003**(30) Priority:  
**18.03.2002 (cl.1-15) DE 10211958.9**(43) Application published: **10.06.2005**(45) Date of publication: **20.03.2007 Bull. 8**(85) Commencement of national phase: **18.10.2004**(86) PCT application:  
**EP 03/02316 (06.03.2003)**(87) PCT publication:  
**WO 03/078321 (25.09.2003)**Mail address:  
**101000, Moskva, M.Zlatoustinskij per., 10,  
kv.15, "EVROMARKPAT", pat.pov.  
I.A.Veselitskoj, reg. № 11**(72) Inventor(s):  
**Khol'ger STsILLAT (DE),  
Fritts ShVERTFEGER (DE),  
Bernd KhAKK (DE),  
Markus SheFER (DE)**(73) Proprietor(s):  
**Vakker-Khemi AG. (DE)**(54) **HIGH-PURITY POWDER SILICON DIOXIDE AND METHOD AND DEVICE FOR PRODUCTION OF SILICON DIOXIDE**

(57) Abstract:

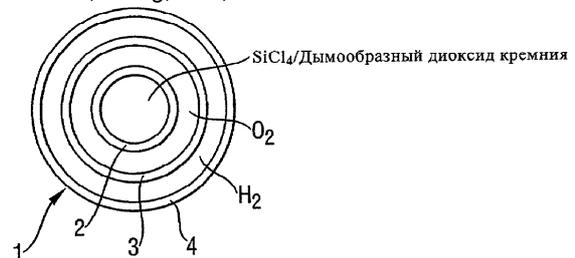
FIELD: production of silicon dioxide.

SUBSTANCE: powder silicon dioxide contains admixtures lesser than 500 parts per billion and contains no carbon, preferably content of admixtures is lesser than 150 part per billion: Cu is lesser than 1 part per billion; Fe is lesser than 25 parts per billion; Ni is lesser than 2 parts per billion; Cr is lesser than 2 parts per billion; Ti is lesser than 3 parts per billion; Al is lesser than 31 parts per billion; Ca is lesser than 65 parts per billion; Mg is lesser than 12 parts per billion; Na is lesser than 12 parts per billion; K is lesser than 6 parts per billion and Li is lesser than 1 part

per billion. Silicon dioxide is produced by hydrolysis of  $\text{SiCl}_4$  in flame of device where all contact surfaces do not contain metals.

EFFECT: enhanced efficiency of production of high-purity product.

15 cl, 6 dwg, 1 tbl, 7 ex



Фиг. 1

Настоящее изобретение относится к высокочистому порошковому диоксиду кремния, а также к способу и устройству для его получения в горячей зоне.

Высокочистый порошковый диоксид кремния находит применение во многих областях техники. В качестве примера при этом можно назвать его применение для изготовления  
5 волоконных световодов, кварцевых тиглей для вытягивания монокристаллов кремния, а также для изготовления оптоэлектронных элементов (например линз и зеркал) и для получения наполнителей для пассивных элементов в электронике и полировальных суспензий для (химико-механического) полирования полупроводниковых пластин. Необходимой предпосылкой применения порошкового диоксида кремния в подобных целях  
10 является его высокая чистота.

При передаче информации по изготовленным из  $\text{SiO}_2$  волоконным световодам, используемым в волоконно-оптических линиях связи, не должна снижаться интенсивность  
служащего носителем информации оптического излучения в результате его поглощения из-за  
15 его рассеяния из-за наличия в материале волокна примесей, таких как ОН, железо и медь, и в результате его рассеяния из-за наличия в материале волокна пузырьков, центров кристаллизации и неоднородностей. Образование центров кристаллизации обусловлено наличием в материале волокна примесей, таких как кальций и магний.

В процессе вытягивания монокристаллов кремния в кварцевых тиглях происходит коррозионное разрушение их внутренней поверхности, интенсивность которого зависит от  
20 количества и типа примесей в материале тигля. Коррозия сокращает потенциальную продолжительность процесса вытягивания монокристалла. Помимо этого с увеличением количества примесей пропорционально возрастает и количество центров кристаллизации, на которых при охлаждении монокристалла могут образовываться выделения кислорода.

В оптических стеклах такие примеси, как, например, натрий и переходные металлы,  
25 снижают их прозрачность для оптического излучения. Поэтому концентрация переходных металлов в оптическом стекле не должна превышать 100 част./млрд. Только при соблюдении этого условия удастся получить оптическое стекло с прозрачностью более 99,5% для оптического излучения с длиной волны 248 нм и более 98% для оптического излучения с длиной волны 193 нм. Помимо этого порошки диоксида кремния, используемые  
30 для изготовления волоконных световодов, кварцевых тиглей и оптических стекол, не должны содержать органические примеси, поскольку в противном случае на стадии спекания в изделии могут образовываться многочисленные пузырьки.

Высокочистый  $\text{SiO}_2$  может также использоваться в качестве наполнителя в эпоксидных смолах для защиты кристаллов интегральных схем (ИС) при условии, что концентрация  
35 таких элементов, как железо, натрий и калий, не превышает 0,2 част./млн, а концентрация таких элементов, как алюминий и титан, не превышает 1 част./млн. Эти элементы изменяют температурный коэффициент расширения, электропроводность и коррозионную стойкость пассивных элементов ИС. В результате диоксид кремния может перестать выполнять функцию по защите кристалла ИС.

40 Полировальные суспензии используются для непосредственного полирования поверхности полупроводниковых элементов. В используемом с этой целью диоксиде кремния концентрация, например, алюминия не должна превышать 4 част./млн.

Один из известных методов получения порошкового диоксида кремния основан на гидролизе кремнийсодержащих соединений-предшественников. Этот метод может  
45 заключаться, например, в гидролизе  $\text{SiCl}_4$  в воде в присутствии органического растворителя (фирма Degussa, DE 3937394), в смешении гексафторсиликата аммония сначала с аммиачной водой, а затем - с плавиковой кислотой (фирма Nissan, JP 04-175218) или в осаждении диоксида кремния добавлением к силикатам щелочных металлов разбавленной неорганической кислоты (фирма Nippon, EP 0409167, университет г.Вухан,  
50 CN 1188075). Образующийся при этом диоксид кремния называют также осажденной кремниевой кислотой, которая используется преимущественно в качестве носителя катализаторов и в качестве наполнителя для эпоксидной смолы, применяемой для защиты устройств с большими интегральными схемами (БИС) и сверхбольшими интегральными

схемами (СБИС). Описанным выше методом получают пористые и содержащие пузырьки частицы не абсолютно сферической формы с неудовлетворительной подвижностью (сыпучестью). К другому существенному недостатку этого метода следует отнести сравнительно низкую предельно достижимую степень чистоты получаемых им продуктов, поскольку самой технологией его проведения обусловлено загрязнение конечного продукта определенными примесями, такими как OH, C, F, N и щелочные металлы, в частности Na и K. Этими недостатками обусловлено высокое рассеяние и поглощение света в изготовленных из полученного этим методом диоксида кремния изделиях, а также снижение их механической прочности и теплостойкости. По указанным причинам принципиально исключается возможность использования этого метода в областях, связанных с изготовлением волоконных световодов, кварцевых тиглей и оптических стекол.

Применение природного кварца в указанных выше областях также исключается, поскольку его чистота не удовлетворяет строгим требованиям, предъявляемым к степени чистоты материала, идущего на изготовление вышеописанных изделий. Вместе с тем предпринимался целый ряд попыток повышения степени чистоты кварца до приемлемого уровня за счет дополнительной очистки недостаточно чистого кварца на дополнительной стадии технологического процесса. В соответствии с предложенным в DE 3123024 (фирма Siemens) способом для этой цели было предложено получать из природного кварца путем его расплавления тонкие волокна и затем подвергать их многостадийному выщелачиванию с применением соответствующих кислот и щелочей. Этот способ благодаря большой площади поверхности волокон и малой их толщине позволяет снизить концентрацию в них ионов переходных металлов до менее 1 част./млн. Рентабельным такой способ является при использовании получаемых с его помощью волокон непосредственно для изготовления волоконных световодов. Для применения же в иных целях и для изготовления формованных изделий иной геометрической формы очищенные таким путем волокна требуется подвергать согласно DE 3741393 (фирма Siemens) дальнейшей переработке, в ходе которой очищенные волокна измельчают, из измельченных волокон добавлением к ним воды, диспергаторов и других вспомогательных веществ приготавливают шликер и затем путем шликерного литья формируют заготовки, которые в завершение подвергают спеканию, что в конечном итоге приводит к получению сложного в осуществлении и трудоемкого технологического процесса со множеством источников загрязнения диоксида кремния примесями.

Согласно EP 0737653 (фирма Heraeus) было предложено подвергать природный кварц измельчению, просеиванию, предварительному нагреву до 1000°C, обработке с помощью  $Cl_2/HCl$ , охлаждению и десорбции. Подобный способ, который связан с высокими затратами времени на его проведение, позволяет снизить содержание железа в конечном продукте до 70 част./млрд. Однако этот способ не позволяет значительно уменьшить содержание таких примесей, как щелочноземельные металлы и Al, которые, как известно, являются затравками для кристобалита и тем самым ухудшают, например, качество тиглей, поскольку подобные элементы образуют плохо летучие хлориды (содержание элементов до обработки: Na 1100 част./млрд, K 1050 част./млрд, Li 710 част./млрд, Ca > 370 част./млрд, Al 16000 част./млрд, Fe 410 част./млрд; содержание элементов после обработки: Na менее 10 част./млрд, K > 80 част./млрд, Li 700 част./млрд, Ca > 120 част./млрд, Al 16000 част./млрд, Fe > 30 част./млрд).

В соответствии с предложенным в US 4818510 (фирма Quarz Technology) способом кварц можно дополнительно очищать с помощью HF. Однако HF лишь избирательно реагирует с определенными элементами, например с железом, с которыми это вещество образует легко растворимые комплексы.

Дополнительной очистке подвергали также гранулированный диоксид кремния. Согласно предложенному в US 6180077 и EP 1088789 (фирма Heraeus) способу сначала получают гранулированный  $SiO_2$ , который затем очищают при высокой температуре с помощью HCl. Преимущество, связанное с обработкой диоксида кремния в гранулированном виде, состоит в том, что гранулят имеет большую площадь поверхности и поэтому легче и

быстрее поддается воздействию HCl. Дополнительная очистка этим способом гранулята, содержащего Na в количестве менее 50 част./млрд, Fe в количестве 250 част./млрд, Al в количестве менее 1 част./млн, позволяет достичь исключительно высокой степени его чистоты (Na 5 част./млрд, Fe 10 част./млрд, Al 15 част./млрд). Присущий же этому

5 способу недостаток состоит в необходимости связанного с высокими затратами времени получения высокопористого гранулированного диоксида кремния (объем пор  $0,5 \text{ см}^3$ , диаметр пор 50 нм, удельная поверхность, определяемая методом Браунауэра-Эммета-Теллера по адсорбции азота (БЭТ-поверхность),  $100 \text{ м}^2/\text{г}$ , плотность  $0,7 \text{ г}/\text{см}^3$ , крупность гранул 180-500 мкм), который еще не является готовым продуктом и который еще

10 требуется подвергать спеканию. Помимо этого с наличием у такого гранулята высокой пористости связана опасность образования в сформованном изделии, например в тигле, газовых включений, остающихся в нем после спекания.

В соответствии с предложенным в US 4956059 (фирма Heraeus) способом при дополнительной очистке гранулированного диоксида кремния к нему в дополнение к его

15 обработке очищающими газами  $\text{Cl}_2/\text{HCl}$  при высокой температуре можно также прикладывать электрическое поле (обычно напряженностью 652 В/см). Электрическое поле позволяет усилить эффект дополнительной очистки гранулированного диоксида кремния, поскольку его воздействие направлено прежде всего на приобретающие в нем подвижность ионы щелочных металлов. Этот способ позволяет, в частности, снизить концентрацию

20 натрия с 1 част./млн до 50 част./млрд.

Согласно предложенному в EP 1006087 (фирма Heraeus) способу дополнительной очистки диоксида кремния загрязненный примесями порошок нагревают в потоке газа, что сопровождается размягчением примесей и образованием из них расплавленных

25 агломератов, и затем порошок направляют на отражающую поверхность, на которой остаются только прилипшие к ней состоящие в основном из примесей расплавленные агломераты. Этот способ целесообразно использовать только для очистки порошковых эдуктов (исходных материалов) с высоким содержанием в них загрязняющих примесей. Очевидно, однако, что этим способом невозможно удалить из порошка тугоплавкие оксиды, в частности MgO и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . К недостаткам этого способа следует отнести также

30 необходимость использования для его осуществления газа в больших объемах.

Получение диоксида кремния с высокой степенью чистоты (с содержанием примесных металлов менее 1 част./млн, содержанием C менее 5 част./млн, содержанием B менее 50 част./млрд, содержанием P менее 10 част./млрд) возможно с помощью золь-гелевого

35 процесса, при осуществлении которого сначала из органосилана и воды получают золь, а затем гель. На последующих технологических стадиях проводят сушку, кальцинирование в среде инертного газа и спекание (фирма Mitsubishi, EP 0831060, EP 0801026, EP 0474158). Этот процесс связан с исключительно высокими затратами времени. Помимо этого использование в этом процессе высокочистых органосиланов в качестве исходных материалов значительно удорожает его. Обычно в подобном процессе получения

40 высокочистого диоксида кремния используют растворитель, диспергатор и модификатор реологических свойств на органической основе, в связи с чем в готовом продукте могут присутствовать черные частички углерода, а также пузырьки CO и  $\text{CO}_2$ . Применение в этом процессе воды приводит к высокому содержанию OH в продукте и вследствие этого к образованию в нем пузырьков и снижению его теплостойкости. При использовании

45 изготовленных из диоксида кремния с подобными свойствами тиглей для вытягивания из них монокристаллов кремния по методу Чохральского присутствующие в таком материале пузырьки и поры будут увеличиваться в объеме под действием высокой температуры и пониженного давления. В процессе вытягивания монокристалла присутствующие в диоксиде кремния пузырьки не только являются причиной вскипания расплава кремния, но

50 и ответственны за образование дефектов в монокристалле и за снижение долговременной прочности тигля.

В принципе высокочистый диоксид кремния можно также получать методом химического осаждения из газовой фазы или внешнего парофазного осаждения (фирма Corning, US

5043002, US 5152819, EP 0471139, WO 01/17919, WO 97/30933, WO 97/22553, EP 0978486, EP 0978487, WO 00/17115) из высокочистых органосиланов или  $\text{SiCl}_4$  сжиганием их паров в пламени, образующемся при сгорании смеси кислорода и горючего газа. Однако этот метод позволяет получать не порошки, а стеклянные изделия определенной, простой геометрической формы. К подобного рода изделиям простой геометрической формы относятся оптические стекла и линзы. Этим же методом можно также получать стеклянные изделия с высокой степенью чистоты, служащие заготовками для последующего изготовления из них волоконных световодов путем вытягивания. Стеклянные изделия простой геометрической формы для изготовления из них стеклянных изделий любой произвольной формы необходимо сначала измельчать в порошок, а затем диспергировать, формовать и спекать. Однако подобная технология сопряжена с загрязнением порошка примесями, которые в большом количестве попадают в него главным образом на стадии измельчения стеклянного изделия. Другой недостаток этого метода состоит в том, что для получения продукта с особо высокой степенью чистоты требуется использовать дорогостоящие высокочистые органосиланы, например октаметилциклотетрасилоксан (ОМЦТС).

Слои из высокочистого  $\text{SiO}_2$  можно также получать осаждением на высокочистые подложки (например методом химического осаждения из газовой фазы в плазме или внешнего парофазного осаждения в плазме, GB 2208114, EP 1069083). Один из основных недостатков подобного способа получения высокочистого диоксида кремния состоит в достаточно низкой скорости его осаждения, составляющей лишь 150 нм/мин (см, например, J.C.Alonso и др., J. Vac. Sci. Technol. A13(6), 1995, с.2924 и далее). Помимо этого практическая реализация методов, основанных на осаждении слоев, связана с высокими производственными расходами. Кроме того, этими методами невозможно получать высокочистый диоксид кремния в виде порошка.

Простой альтернативой рассмотренным выше методам является получение диоксида кремния в пламени. В настоящее время известны 2 различных подхода по получению диоксида кремния подобным методом. Согласно JP 5-193908 (фирма Toyota/ShinEtsu) высокочистый диоксид кремния можно получать окислением высокочистого порошкового элементарного кремния его сжиганием в пламени  $\text{C}_3\text{H}_{2n+2}/\text{O}_2$ , при этом  $\text{C}_3\text{H}_{2n+2}$  требуется только для воспламенения горючей смеси. Однако непосредственно в самой этой публикации говорится о возникающей при осуществлении этого способа проблеме, состоящей в том, что большое количество частиц остается по завершении реакции несгоревшими. При этом достаточно сложно обеспечить полное окисление исходных частиц по всей их толще, если только они не являются исключительно мелкими (0,2 мкм). Однако и в этом случае столь мелкие частицы Si практически невозможно получить с достаточно высокой степенью чистоты.

В другом варианте из  $\text{SiCl}_4$  можно на первой стадии путем его гидролиза в пламени гремучего газа получать дымообразный (аэрозольный) порошковый диоксид кремния, а затем переводить его путем спекания на второй стадии в сплавленный порошковый диоксид кремния.

Под выражением "дымообразный (аэрозольный) диоксид кремния" подразумевается получаемый превращением силанов в высокотемпературном пламени высокодисперсный порошок, крупность частиц которого лежит в нанометровом диапазоне и который обычно представлен в виде прочных агрегатов и агломератов. Типичным примером дымообразного диоксида кремния служит выпускаемый фирмой Degussa продукт Aerosil® OX 50 с удельной БЭТ-поверхностью, равной 50 м<sup>2</sup>/г. Под "сплавленным диоксидом кремния" имеется в виду крупнозернистый стеклянный порошок со сферическими частицами. Типичным примером сплавленного диоксида кремния служит выпускаемый фирмой Токуяма продукт Excelica® SE-15 со средней крупностью частиц, равной 15 мкм.

В соответствии с US 5063179 (фирма Cabot) дымообразный диоксид кремния на второй стадии описанного выше способа (т.е. при получении сплавленного диоксида кремния) предлагается диспергировать в воде, фильтровать, сушить, дополнительно очищать с

помощью  $\text{SOCl}_2$  или  $\text{Cl}_2$  и спекать в печи. Однако и в этом случае концентрация примесей в полученном таким путем продукте, таких как Na и Fe, составляет порядка 1 част./млн (при общем содержании примесей менее 50 част./млн), т.е. все еще остается достаточно высокой.

5 Согласно JP 59-152215 и JP 5-330817 (фирма Nippon Aerosil) дымообразный порошковый диоксид кремния на второй стадии описанного выше способа (т.е. при получении сплавленного диоксида кремния) предлагается диспергировать, например, непосредственно с помощью шнекового транспортера, подавать в пламя гремучего газа и спекать с получением сплавленного порошкового диоксида кремния.

10 В соответствии с JP 5-301708 и JP 62-270415 (фирма Токуяма) для получения сплавленного диоксида кремния высокочистый дымообразный диоксид кремния предлагается обрабатывать парами  $\text{H}_2\text{O}$ , охлаждать, псевдоожигать и для спекания подавать с помощью шнекового транспортера в пламя гремучего газа.

15 В получаемом описанными выше методами продукте, т.е. в сплавленном диоксиде кремния, общее содержание примесей, к которым относятся элементы Cu, Fe, Ti, Al, Ca, Mg, Na, K, Ni, Cr и Li, превышает 1000 част./млрд. Согласно описанным выше методам для диспергирования и транспортирования дымообразного порошкового диоксида кремния используется, например, шнековый транспортер. Шнек представляет собой подвижную деталь, которая при контакте с порошковым диоксидом кремния подвержена износу, 20 проявляющемуся прежде всего в зоне кромок его винта. В результате этого шнек загрязняет порошковый диоксид кремния. Помимо шнека с абразивными частицами диоксида кремния контактируют и вследствие этого подвергаются интенсивному износу и 25 и иные компоненты установки. В качестве примера подобных компонентов можно назвать прежде всего сопло горелки, через которое порошковый диоксид кремния проходит с особо высокой скоростью.

В основу настоящего изобретения была положена задача получить порошковый диоксид кремния с особо высокой степенью чистоты. Еще одна задача настоящего изобретения состояла в разработке способа и устройства для рентабельного получения предлагаемого в изобретении порошка.

30 Первая из указанных выше задач решается с помощью порошкового диоксида кремния, общее содержание примесей в котором составляет менее 500 част./млрд.

В предпочтительном варианте общее содержание примесей в предлагаемом в изобретении порошковом диоксиде кремния составляет менее 150 част./млрд. Наиболее 35 предпочтительным является порошок, общее содержание примесей в котором составляет менее 150 част./млрд, из которых на долю Cu приходится менее 1 част./млрд, на долю Fe приходится менее 25 част./млрд, на долю Ni приходится менее 2 част./млрд, на долю Cr приходится менее 2 част./млрд, на долю Ti приходится менее 3 част./млрд, на долю Al приходится менее 31 част./млрд, на долю Ca приходится менее 65 част./млрд, на долю Mg приходится менее 12 част./млрд, на долю Na приходится менее 12 част./млрд, на долю K 40 приходится менее 6 част./млрд, а на долю Li приходится менее 1 част./млрд, и который помимо этого не содержит углерод.

Содержание примесей определяют масс-спектроскопическим анализом с индуктивно-связанной плазмой (с использованием прибора типа ICP-MS HP4500), предел обнаружения при котором составляет менее 1 част./млрд. Порошковый диоксид кремния может 45 представлять собой и дымообразный, и сплавленный диоксид кремния.

Удельная БЭТ-поверхность у частиц дымообразного диоксида кремния предпочтительно составляет от 50 до 300  $\text{м}^2/\text{г}$ , наиболее предпочтительно от 150 до 250  $\text{м}^2/\text{г}$ . Крупность первичных частиц при этом составляет от 1 до 1000 нм, предпочтительно от 5 до 100 нм, наиболее предпочтительно от 10 до 30 нм.

50 Средняя крупность частиц сплавленного порошкового диоксида кремния предпочтительно составляет от 100 до 200 мкм, более предпочтительно от 1 до 200 мкм, наиболее предпочтительно от 5 до 40 мкм. Помимо этого подобный порошок в предпочтительном варианте характеризуется узкими пределами его гранулометрического

состава при величине D(95)-D(5), равной менее 50 мкм, более предпочтительно при величине D(95)-D(5), равной менее 35 мкм, например, при средней крупности частиц D(50), равной 15 мкм, средней крупности частиц D(5), равной 1 мкм, и средней крупности частиц D(95), равной 50 мкм, более предпочтительно при средней крупности частиц D(5), равной 3 мкм, и средней крупности частиц D(95), равной 35 мкм (измеренной с помощью прибора CILAS 715).

Благодаря узким пределам гранулометрического состава предлагаемого в изобретении продукта отпадает необходимость в проведении дополнительных технологических стадий, таких как просеивание, а сам порошок можно непосредственно направлять на последующую переработку. Об однородном гранулометрическом составе сплавленного порошкового диоксида кремния, полученного, например, в соответствии с примером 4, свидетельствует приведенное на фиг.6 изображение.

Частицы предлагаемого в изобретении сплавленного диоксида кремния предпочтительно имеют сферическую морфологию и представлены в полностью остеклованном виде. Эти частицы в отличие от порошков, получаемых с помощью золь-гелевого процесса, не имеют пузырьков и углеродных примесей, наличие которых в готовом продукте обусловлено использованием в этом процессе органических растворителей, диспергаторов и модификаторов реологических свойств.

Предлагаемый в изобретении высокочистый дымообразный и сплавленный порошковый диоксид кремния могут использоваться во всех указанных выше при описании уровня техники областях. Предлагаемые в изобретении порошки пригодны преимущественно для изготовления формованных изделий, как это описано, например, в DE 19943103 (фирма Wacker Chemie GmbH).

Предлагаемый в изобретении порошок предпочтительно получать способом, заключающимся в получении высокочистого дымообразного порошкового диоксида кремния путем гидролиза высокочистого  $\text{SiCl}_4$  и отличающегося тем, что  $\text{SiCl}_4$  подвергают гидролизу до дымообразного порошкового диоксида кремния в устройстве с не содержащей металл поверхностью. Высокочистый  $\text{SiCl}_4$  подвергают гидролизу в пламени. Подобное пламя состоит из кислородсодержащего газа и газа, выбранного из группы, включающей углеводород и водород, предпочтительно из воздуха или кислорода и газа, выбранного из группы, включающей метан, пропан и водород, наиболее предпочтительно из кислорода и водорода. Предпочтительно проводить гидролиз в пламени  $\text{H}_2/\text{O}_2$ . В другом варианте гидролиз проводят в плазме, предпочтительно в высокочастотной плазме.

Процесс осаждения дымообразного порошкового диоксида кремния также предпочтительно проводить в устройстве с не содержащей металл поверхностью.

В качестве эдуктов могут использоваться также силаны, кремнийорганические соединения и галогенированные силаны с содержанием примесей менее 100 част./млрд. Предпочтительно использовать в качестве эдукта  $\text{SiCl}_4$  с содержанием примесей менее 100 част./млрд, наиболее предпочтительно  $\text{SiCl}_4$  с указанной в таблице 1 степенью чистоты.

Из предлагаемого в изобретении дымообразного порошкового диоксида кремния путем его спекания можно получить также предлагаемый в изобретении высокочистый сплавленный порошковый диоксид кремния.

В предпочтительном варианте высокочистый дымообразный порошковый диоксид кремния подвергают спеканию в устройстве, аналогичном тому, которое использовалось для получения предлагаемого в изобретении дымообразного порошкового диоксида кремния, в пламени  $\text{H}_2/\text{O}_2$  либо с помощью высокочастотной плазмы. Для регулирования крупности частиц сплавленного порошкового диоксида кремния к дымообразному диоксиду кремния дополнительно можно добавлять определенное количество воды.

Во избежание загрязнения получаемого продукта присутствующими в окружающей среде элементами, такими как Na, K, Mg или Ca, предпочтительно работать в условиях чистого помещения, соответственно в условиях ламинарного потока.

В этом случае предлагаемый в изобретении способ осуществляют в условиях чистого помещения с классом чистоты от 100000 до 1, предпочтительно от 10000 до 100, наиболее

предпочтительно 1000.

Альтернативно проведению предлагаемого в изобретении способа в условиях чистого помещения его можно также проводить при давлении от 0,913 до 1,513 бара, предпочтительно от 1,013 до 1,413 бара, наиболее предпочтительно от 1,020 до 1,200

5 бара. Создание в установке повышенного давления позволяет предотвратить попадание в нее загрязняющих продукт примесей.

При получении предлагаемого в изобретении порошка в пламени  $H_2/O_2$  предлагаемое в изобретении устройство для проведения этого процесса представляет собой сопло горелки, содержащее наружную трубку и расположенную внутри нее внутреннюю трубку, 10 через которую подается эдукт, выбранный из группы, включающей  $SiCl_4$ , смесь  $SiCl_4$  с  $O_2$ , дымообразный диоксид кремния и смесь дымообразного диоксида кремния с  $O_2$ , и отличающееся тем, что внутренняя трубка выполнена из кремнийсодержащего материала с кремнием в качестве основного компонента, например из кварцевого стекла, плавленного кварца,  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ , эмали и элементарного кремния.

15 Внутреннюю трубку предпочтительно изготавливать из кремнийсодержащего материала, который содержит кремний в качестве основного компонента и представляет собой, например, кварцевое стекло, плавленный кварц,  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ , эмаль или элементарный кремний и поверхность которого очищена хлорсодержащим газом, таким, например, как  $SOCl_2$ ,  $HCl$  или  $Cl_2$ .

20 В более предпочтительном варианте внутренняя трубка сопла горелки изготовлена из кварцевого стекла или из материала, поверхность которого покрыта кварцевым стеклом, которое при этом в наиболее предпочтительном варианте очищено хлорсодержащим газом, таким, например, как  $SOCl_2$ ,  $HCl$  или  $Cl_2$ .

В особо предпочтительном варианте все сопло горелки предлагается изготавливать из 25 кварцевого стекла или из материала с покрытой кварцевым стеклом поверхностью. Чистоту получаемого предлагаемым в изобретении способом продукта можно дополнительно повысить, если кварцевое стекло, из которого изготовлено сопло горелки, или кварцевое стекло, которым покрыта поверхность материала, из которого изготовлено сопло горелки, очищена при этом с помощью, например,  $SOCl_2$ ,  $HCl$  или  $Cl_2$ .

30 При изготовлении из кварцевого стекла только внутренней трубки для подачи дымообразного диоксида кремния, соответственно  $SiCl_4$  и при изготовлении остальной части сопла горелки, например, из стали чистота получаемого с использованием подобного сопла порошка хотя и оказывается несколько ниже чистоты порошка, получаемого с использованием целиком изготовленного из кварцевого стекла сопла 35 горелки, однако все еще остается выше чистоты известного порошкового диоксида кремния.

В соответствии с этим настоящее изобретение относится также к соплу горелки, содержащему наружную трубку и расположенную внутри нее внутреннюю трубку и отличающемуся тем, что внутренняя трубка изготовлена из кремнийсодержащего 40 материала с кремнием в качестве основного компонента. Такой материал предпочтительно выбран из группы, включающей кварцевое стекло, плавленный кварц,  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ , эмаль и элементарный кремний.

В предпочтительном варианте предлагаемое в изобретении сопло горелки изготовлено из материала, выбранного из группы, включающей кварцевое стекло, плавленный кварц, 45  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ , эмаль и элементарный кремний, наиболее предпочтительно из кварцевого стекла.

Предлагаемое в изобретении сопло горелки в предпочтительном варианте представляет собой сопло без предварительного смешивания горючих газов. С помощью подобного сопла горючие газы  $H_2$  и  $O_2$  подаются отдельно в камеру сгорания. В одном из вариантов 50 выполнения предлагаемого в изобретении сопла 1 горелки  $SiCl_4$ , соответственно дымообразный диоксид кремния предварительно смешиваются в форкамере 7 с одним из горючих газов, предпочтительно с  $O_2$ , и подаются в камеру сгорания. В этом случае сопло горелки состоит из внутренней трубки 5, служащей для подачи смеси из  $O_2$  и

дымообразного диоксида кремния (или  $\text{SiCl}_4$ ), и наружной трубки 6, служащей для подачи  $\text{H}_2$  (фиг.3 и 4).

В другом варианте выполнения предлагаемого в изобретении сопла 1 горелки оно обеспечивает отдельную подачу всех реагентов ( $\text{H}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{SiCl}_4$ , соответственно  
5 дымообразного диоксида кремния) в камеру сгорания. В этом случае сопло горелки состоит из концентрично расположенных трубок 2, 3, 4, служащих соответственно для подачи дымообразного диоксида кремния (или  $\text{SiCl}_4$ ),  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ . Подобное сопло горелки в одном из возможных вариантов его конструктивного исполнения в соответствии с этим вариантом состоит из внутренней трубки, служащей для подачи дымообразного диоксида  
10 кремния (или  $\text{SiCl}_4$ ), средней трубки, служащей для подачи  $\text{O}_2$ , и наружной трубки, служащей для подачи  $\text{H}_2$  (фиг.1).

Для получения предлагаемого в изобретении порошка в пламени  $\text{H}_2/\text{O}_2$  предпочтительно использовать горелку 10, оснащенную несколькими предлагаемыми в изобретении соплами 1. Горелка с одним соплом (фиг.1) позволяет получать порошок с узкими пределами  
15 гранулометрического состава, горелка с несколькими соплами, образованными 3-мя концентричными трубками для подачи эдуктов (фиг.2), позволяет получать порошок с особо узкими пределами гранулометрического состава, а горелка с несколькими соплами, образованными 2-мя концентричными трубками 5, 6 для подачи эдуктов (фиг.3 и 4), и с форкамерой для предварительного смешения  $\text{O}_2$  с дымообразным диоксидом кремния,  
20 позволяет получать порошок с наиболее узкими пределами гранулометрического состава. Горелка подобной конструкции обеспечивает оптимальное гомогенное распределение  $\text{SiCl}_4$  (соответственно дымообразного порошкового диоксида кремния при получении сплавленного порошкового диоксида кремния) в пламени.

В соответствии с этим в настоящем изобретении предлагается также горелка 10,  
25 содержащая от 1 до 30, предпочтительно от 6 до 13, более предпочтительно 7 предлагаемых в изобретении сопел. Обращенную к камере сгорания поверхность горелки также предпочтительно выполнить из кварцевого стекла или покрыть им. Подобная горелка 10 с 7-ю предлагаемыми в изобретении соплами 1 показана на фиг.4. На фиг.3 такая горелка схематично показана в виде сверху. На фиг.2 в виде сверху схематично показана  
30 горелка с 7-ю соплами, через которые все 3 эдукта подаются в камеру сгорания, как уже указывалось выше, отдельно. В варианте выполнения предлагаемого в изобретении сопла горелки с предварительным смешением  $\text{O}_2$  и дымообразного порошкового диоксида кремния перед их подачей в камеру сгорания дополнительно улучшается диспергирование дымообразного диоксида кремния в пламени.

При получении предлагаемого в изобретении порошка в плазме предлагаемое в изобретении устройство для проведения этого процесса представляет собой плазменную горелку 11, которая содержит сопло 12 для подачи порошка, промежуточную трубку 13 и наружную трубку 14 (фиг.5), при этом поверхность сопла для подачи порошка,  
35 промежуточной трубки и наружной трубки выполнена из кремнийсодержащего материала с кремнием в качестве основного компонента или покрыта таким материалом. Поверхность указанных компонентов плазменной горелки предпочтительно выполнять из материала, выбранного из группы, включающей кварцевое стекло, плавленый кварц,  $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , эмаль и элементарный кремний. Выполненную из подобного материала поверхность этих компонентов плазменной горелки предпочтительно очищать газом, таким как  $\text{SOCl}_2$ ,  $\text{Cl}_2$   
40 или  $\text{HCl}$ . Сопло для подачи порошка служит для дозированной подачи через него  $\text{SiCl}_4$ , соответственно дымообразного порошкового диоксида кремния, промежуточная трубка 13 служит для дозированной подачи через нее  $\text{O}_2$  в качестве плазмообразующего газа, а наружная трубка служит для дозированной подачи через нее  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ , образующих в смеси между собой защитный газ.

В наиболее предпочтительном варианте выполнения плазменной горелки поверхность ее сопла для подачи порошка, промежуточной трубки и наружной трубки выполнена из кварцевого стекла или покрыта им.

В особо предпочтительном варианте поверхность плазменной горелки выполнена из

кварцевого стекла или покрыта им. Плазменная горелка 11 имеет далее индуктивную катушку 15 с системой 16 водяного охлаждения и водяную охлаждающую рубашку 17.

Предлагаемое в изобретении устройство позволяет непосредственно получать высокочистые порошки. При этом отпадает необходимость подвергать продукт обычно  
 5 необходимой дополнительной очистке. Использование горелки с предлагаемым в изобретении соплом позволяет получать дымообразный и сплавленный порошковый диоксид кремния с особо высокой степенью чистоты (таблица 1), которой невозможно достичь при получении подобных порошков традиционными методами. Степень чистоты  
 10 продукта можно дополнительно повысить сжиганием компонентов в условиях чистого помещения с использованием горелки с соплом из кварцевого стекла. Помимо этого всем поверхностям установки для получения предлагаемого в изобретении дымообразного или сплавленного порошкового диоксида кремния, контактирующим с порошковым эдуктом или с предлагаемым в изобретении продуктом, предпочтительно придать свойства,  
 15 исключаящие его загрязнение примесями. В соответствии с этим устройство для получения предлагаемого в изобретении порошкового диоксида кремния в предпочтительном варианте отличается тем, что все его контактирующие с порошковым диоксидом кремния поверхности не содержат металлов. В состав установки для получения порошкового диоксида кремния входят, как известно, а) дозатор, б) горелка, в) камера сгорания, г) циклон и д) бункер. В процессе получения дымообразного диоксида кремния  
 20 на участке между циклоном и бункером, кроме того, обычно находится камера с псевдооживленным слоем.

С учетом этого указанные выше материалы, используемые для изготовления предлагаемого в изобретении сопла горелки, предпочтительно использовать и для  
 25 выполнения из них поверхностей дозатора, камеры сгорания, циклона, камеры с псевдооживленным слоем и бункера. В другом варианте поверхности дозатора и бункера можно также выполнить исключительно из синтетического полимерного материала. В качестве таких синтетических полимерных материалов можно использовать, например, перфторалкоксисополимер (ПФА), политетрафторэтилен (ПТФЭ), полихлортрифторэтилен Halar<sup>®</sup> Е, стеклопластик (стеклонаполненную полиэфирную  
 30 смолу) и полипропилен (ПП). На участке расположения дозатора предпочтение следует отдавать подаче порошкового диоксида кремния без применения подвижных деталей, например использовать систему его пневматической подачи сжатым воздухом.

На прилагаемых к описанию чертежах показано:

на фиг.1 - выходная сторона горелки, выполненной в виде 3-сопловой трубчатой  
 35 горелки без предварительного смешения  $O_2$  с  $SiCl_4$ , соответственно с дымообразным диоксидом кремния,

на фиг.2 - выходная сторона горелки с 7-ю соплами без предварительного смешения  $O_2$  с  $SiCl_4$ , соответственно с дымообразным диоксидом кремния,

на фиг.3 - выходная сторона горелки с 7-ю соплами с предварительным смешением  $O_2$   
 40 с  $SiCl_4$ , соответственно с дымообразным диоксидом кремния,

на фиг.4 - горелка с 7-ю соплами из кварцевого стекла с предварительным смешением  $O_2$  с  $SiCl_4$ , соответственно с дымообразным диоксидом кремния,

на фиг.5 - плазменная горелка и

на фиг.6 - сплавленный порошковый диоксид кремния, полученный в примере 4.

45 Ниже изобретение поясняется на примерах.

Пример 1. Получение дымообразного порошкового диоксида кремния из  $SiCl_4$  в пламени гремучего газа без создания условий чистого помещения

Для получения дымообразного порошкового диоксида кремния из  $SiCl_4$  реагенты  $SiCl_4$ ,  $O_2$  и  $H_2$  подают в камеру сгорания через выполненное из кварцевого стекла сопло  
 50 без предварительного смешения. Реакцию проводят при подаче  $SiCl_4$  с расходом 16,6 г/мин, при подаче  $O_2$  с расходом 6,3 л/мин и при подаче  $H_2$  с расходом 8,9 л/мин. В камере сгорания поддерживают повышенное давление, составляющее 20 мбар. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Пример 2. Получение дымообразного порошкового диоксида кремния из  $\text{SiCl}_4$  в пламени гремучего газа в условиях чистого помещения

Для получения дымообразного порошкового диоксида кремния из  $\text{SiCl}_4$  реагенты  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$  подают в камеру сгорания через выполненное из кварцевого стекла сопло без предварительного смешения. Реакцию проводят при подаче  $\text{SiCl}_4$  с расходом 16,6 г/мин, при подаче  $\text{O}_2$  с расходом 6,3 л/мин и при подаче  $\text{H}_2$  с расходом 8,9 л/мин. Вся установка находится в чистом помещении с классом чистоты 10000. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Пример 3. Получение сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния в пламени гремучего газа без создания условий чистого помещения

Для получения сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния реагенты, которыми являются дымообразный порошок диоксид кремния,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ , подают в камеру сгорания через выполненное из кварцевого стекла сопло без предварительного смешения. Реакцию проводят при подаче  $\text{H}_2$  с расходом 180 л/мин, при подаче  $\text{O}_2$  с расходом 90 л/мин и при подаче дымообразного порошкового диоксида кремния с расходом 60,3 г/мин. В камере сгорания поддерживают повышенное давление, составляющее 40 мбар. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Пример 4. Получение сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния в пламени гремучего газа в условиях чистого помещения

Для получения сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния предварительно смешанные реагенты, которыми являются дымообразный порошок диоксид кремния,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ , подают в камеру сгорания через сопло из кварцевого стекла. Реакцию проводят при подаче  $\text{H}_2$  с расходом 180 л/мин, при подаче  $\text{O}_2$  с расходом 90 л/мин и при подаче дымообразного порошкового диоксида с расходом 60,3 г/мин. Вся установка находится в чистом помещении с классом чистоты 10000. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Пример 5. Получение сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния в высокочастотной плазме в условиях чистого помещения

Для получения сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния реагенты, которыми являются дымообразный порошок диоксид кремния, воздух и  $\text{H}_2$ , подают в камеру сгорания через горелку, состоящую из цилиндров или трубок из кварцевого стекла. Реакцию проводят при подаче  $\text{O}_2$  в качестве основного плазмообразующего газа с расходом 45 л/мин, при подаче  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$  в качестве защитного газа с расходом 90 и 25 л/мин соответственно и при дозированной подаче дымообразного порошкового диоксида кремния через сопло для подачи порошка с расходом 15 кг/ч. Давление в камере сгорания составляет 300 торр, а общая мощность высокочастотной плазмы составляет 90 кВт. В данном случае речь идет о высокочастотной плазме, получаемой на основе известного специалистам принципа твердотельной технологии. Вся установка находится в чистом помещении с классом чистоты 10000. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Пример 6. Получение сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния в пламени гремучего газа в условиях чистого помещения с использованием горелки со стандартным соплом, изготовленным не из кварцевого стекла

Для получения сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния предварительно смешанные реагенты, которыми являются дымообразный порошок диоксид кремния,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ , подают в камеру сгорания через сопло из высококачественной стали. Реакцию проводят при подаче  $\text{H}_2$  с расходом 180 л/мин, при подаче  $\text{O}_2$  с расходом 90 л/мин и при подаче дымообразного порошкового диоксида с расходом 60,3 г/мин. Вся установка находится в чистом помещении с классом чистоты 10000. Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

Сравнительный пример 7. Получение сплавленного порошкового диоксида кремния из дымообразного порошкового диоксида кремния в пламени гремучего газа в соответствии с JP 59-152215

5 Дымообразный порошковый диоксид кремния с высокой степенью чистоты шнековым транспортером подают в потоке кислорода в трубчатую горелку. Такая горелка состоит из 3 трубок, при этом  $H_2$  подают в камеру сгорания через внутреннюю и наружную трубки с расходом  $7,6 \text{ м}^3/\text{ч}$ , а через среднюю трубку подают  $O_2$  с расходом  $3,8 \text{ м}^3/\text{ч}$  и дымообразный порошковый диоксид кремния с расходом  $1,8 \text{ кг/ч}$ . Результаты анализа полученного в этом примере продукта приведены в таблице 1.

10

Таблица 1

Содержание примесей в част./млрд в полученном в соответствующем примере продукте, а также в используемом  $SiCl_4$ , определенное масс-спектрометрическим анализом с индуктивно-связанной плазмой

Пример	Cu	Fe	Ti	Al	Ca	Mg	Na	K	Ni	Cr	Li
1	<1	22	2	24	54	9	8	5	2	2	<1
2	<1	10	<1	10	11	2	4	1	<1	<1	<1
3	<1	25	2	31	64	11	11	5	2	2	<1
4	<1	10	<1	9	13	3	5	1	<1	<1	<1
5	<1	12	<1	15	14	3	6	1	<1	<1	<1
6	<1	250	4	63	15	7	7	2	43	27	<1
7	4	730	<1	62	66	134	19	9	167	235	<1
$SiCl_4$	<1	10	<1	3	8	<1	3	2	<1	<1	<1

15

20

#### Формула изобретения

1. Порошковый диоксид кремния с общим содержанием примесей, к которым относятся элементы Cu, Ni, Cr, Ti, Al, Ca, Mg, Na, K, Li, менее 500 част./млрд, при этом порошковый диоксид кремния не содержит углерод.

2. Порошковый диоксид кремния с общим содержанием примесей, к которым относятся элементы Cu, Ni, Cr, Ti, Al, Ca, Mg, Na, K, Li, менее 150 част./млрд, при этом порошковый диоксид кремния не содержит углерод.

3. Порошковый диоксид кремния по п.1, отличающийся тем, что общее содержание в нем примесей составляет менее 150 част./млрд, из которых на долю Cu приходится менее 1 част./млрд, на долю Fe приходится менее 25 част./млрд, на долю Ni приходится менее 2 част./млрд, на долю Cr приходится менее 2 част./млрд, на долю Ti приходится менее 3 част./млрд, на долю Al приходится менее 31 част./млрд, на долю Ca приходится менее 65 част./млрд, на долю Mg приходится менее 12 част./млрд, на долю Na приходится менее 12 част./млрд, на долю K приходится менее 6 част./млрд и на долю Li приходится менее 1 част./млрд, при этом порошковый диоксид кремния не содержит углерод.

4. Порошковый диоксид кремния по пп.1, 2 или 3, отличающийся тем, что он представляет собой дымообразный порошковый диоксид кремния с удельной поверхностью, определяемой методом Браунауэра-Эммета-Теллера по адсорбции азота, от 50 до  $300 \text{ м}^2/\text{г}$ , предпочтительно от 150 до  $250 \text{ м}^2/\text{г}$ .

5. Порошковый диоксид кремния по пп.1, 2 или 3, отличающийся тем, что он представляет собой сплавленный порошковый диоксид кремния со средней крупностью частиц от 100 нм до 200 мкм, предпочтительно от 1 до 200 мкм, наиболее предпочтительно от 5 до 40 мкм.

6. Порошковый диоксид кремния по п.5, отличающийся тем, что он характеризуется узкими пределами гранулометрического состава при величине  $D(95)-D(5)$  менее 50 мкм, предпочтительно при величине  $D(95)-D(5)$  менее 35 мкм.

7. Порошковый диоксид кремния по п.5 или 6, отличающийся тем, что он имеет сферическую морфологию и представлен в полностью остеклованном виде.

8. Способ получения порошкового диоксида кремния по одному из пп.1-4, при осуществлении которого высокочистый дымообразный порошковый диоксид кремния получают путем гидролиза высокочистого  $SiCl_4$  в пламени, отличающийся тем, что  $SiCl_4$  подвергают гидролизу в пламени в устройстве с не содержащей металл поверхностью.

9. Способ получения порошкового диоксида кремния по одному из пп.5-7, при осуществлении которого высокочистый сплавленный порошковый диоксид кремния получают путем спекания высокочистого дымообразного порошкового диоксида кремния, отличающийся тем, что дымообразный порошковый диоксид кремния подвергают спеканию в устройстве с не содержащей металл поверхностью.

10. Способ по п.8 или 9, отличающийся тем, что его осуществляют в условиях чистого помещения.

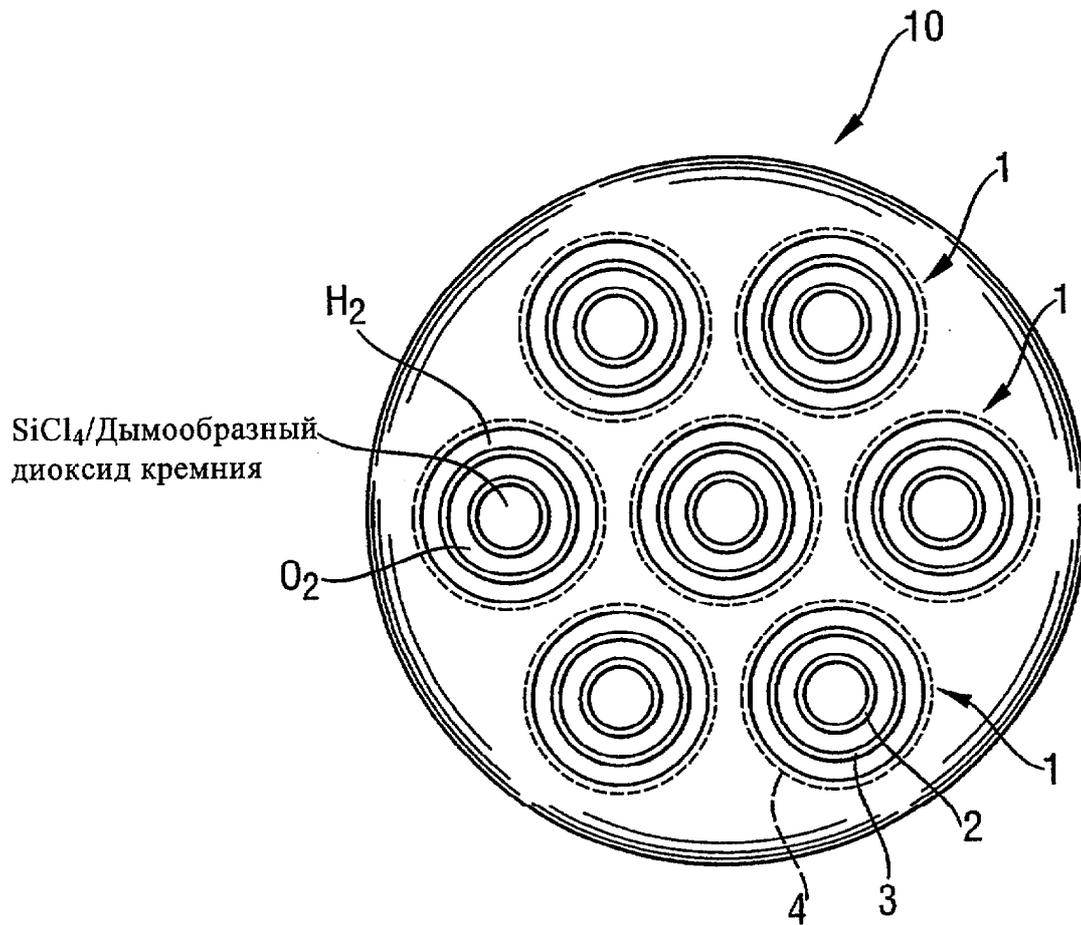
11. Способ по п.10, отличающийся тем, что его осуществляют в условиях чистого помещения с классом чистоты от 100000 до 1, предпочтительно от 10000 до 100, наиболее предпочтительно 1000.

12. Способ по п.8 или 9, отличающийся тем, что его осуществляют при давлении от 0,913 до 1,513 бар, предпочтительно от 1,013 до 1,413 бар, наиболее предпочтительно от 1,020 до 1,200 бар.

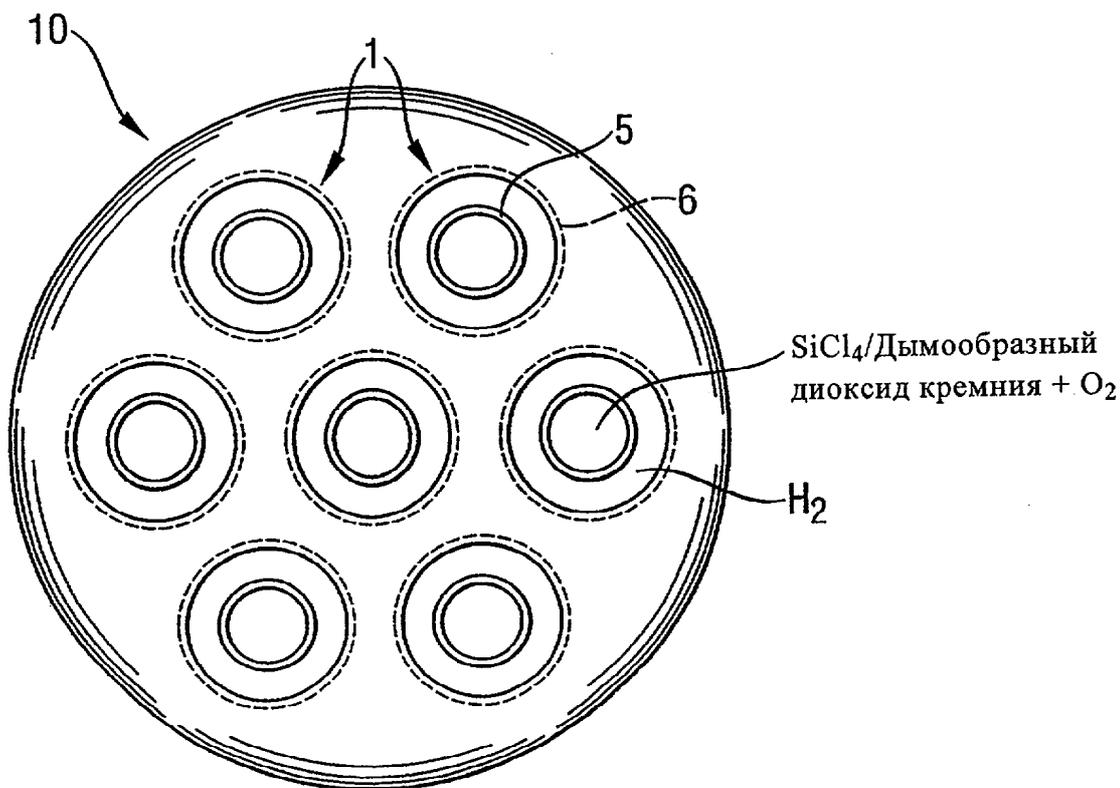
13. Применение сопла горелки, содержащего наружную трубку и расположенную внутри нее внутреннюю трубку, выполненную из кремнийсодержащего материала с кремнием в качестве основного компонента для получения порошкового диоксида кремния по одному из пп.1-7.

14. Применение плазменной горелки, содержащей сопло для подачи порошка, промежуточную трубку и наружную трубку, выполненные из кремнийсодержащего материала с кремнием в качестве основного компонента для получения порошкового диоксида кремния по одному из пп.1-7.

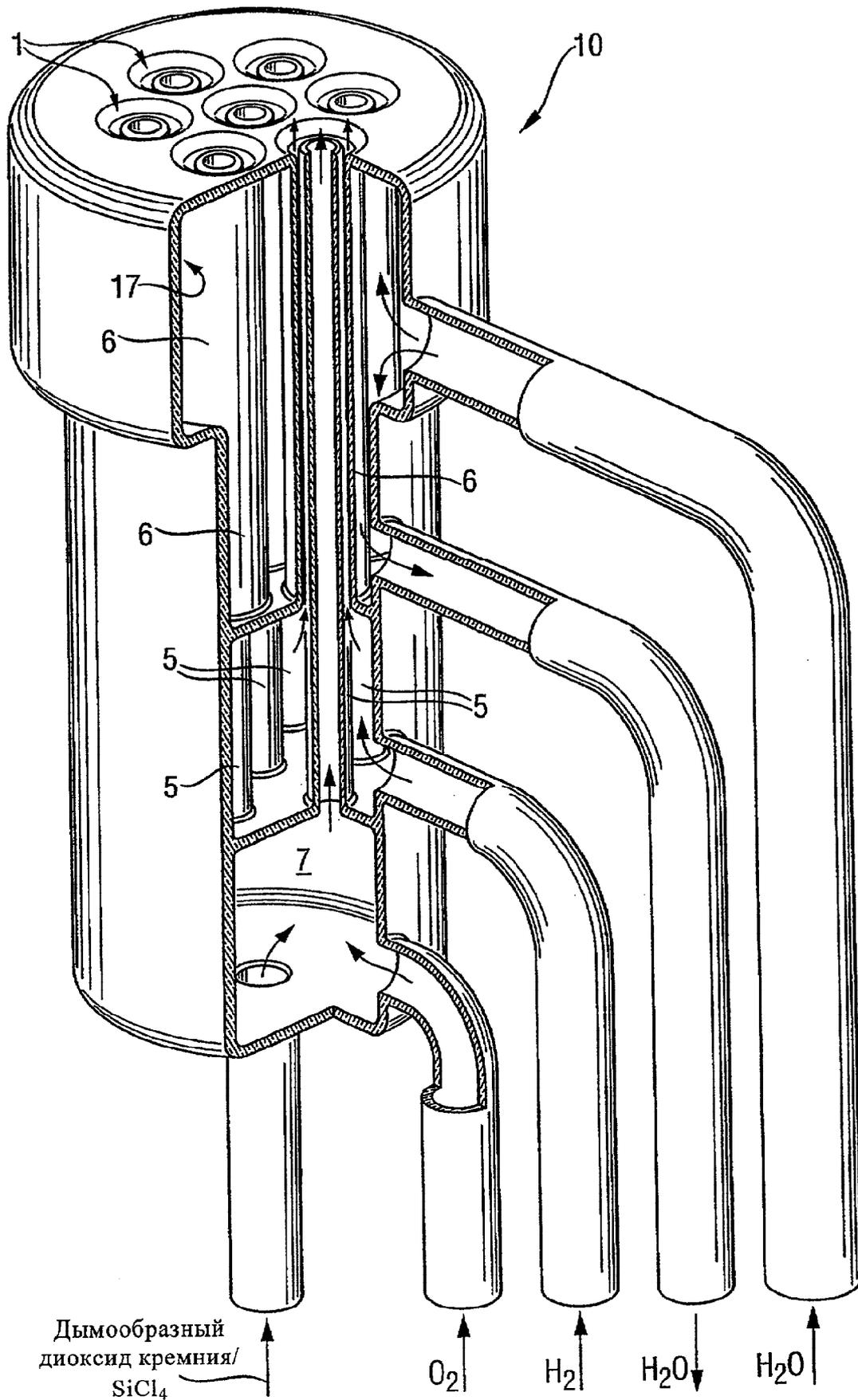
15. Устройство для получения порошкового диоксида кремния по одному из пп.1-7, отличающееся тем, что все его контактирующие с порошковым диоксидом кремния поверхности не содержат металлов.



Фиг.2

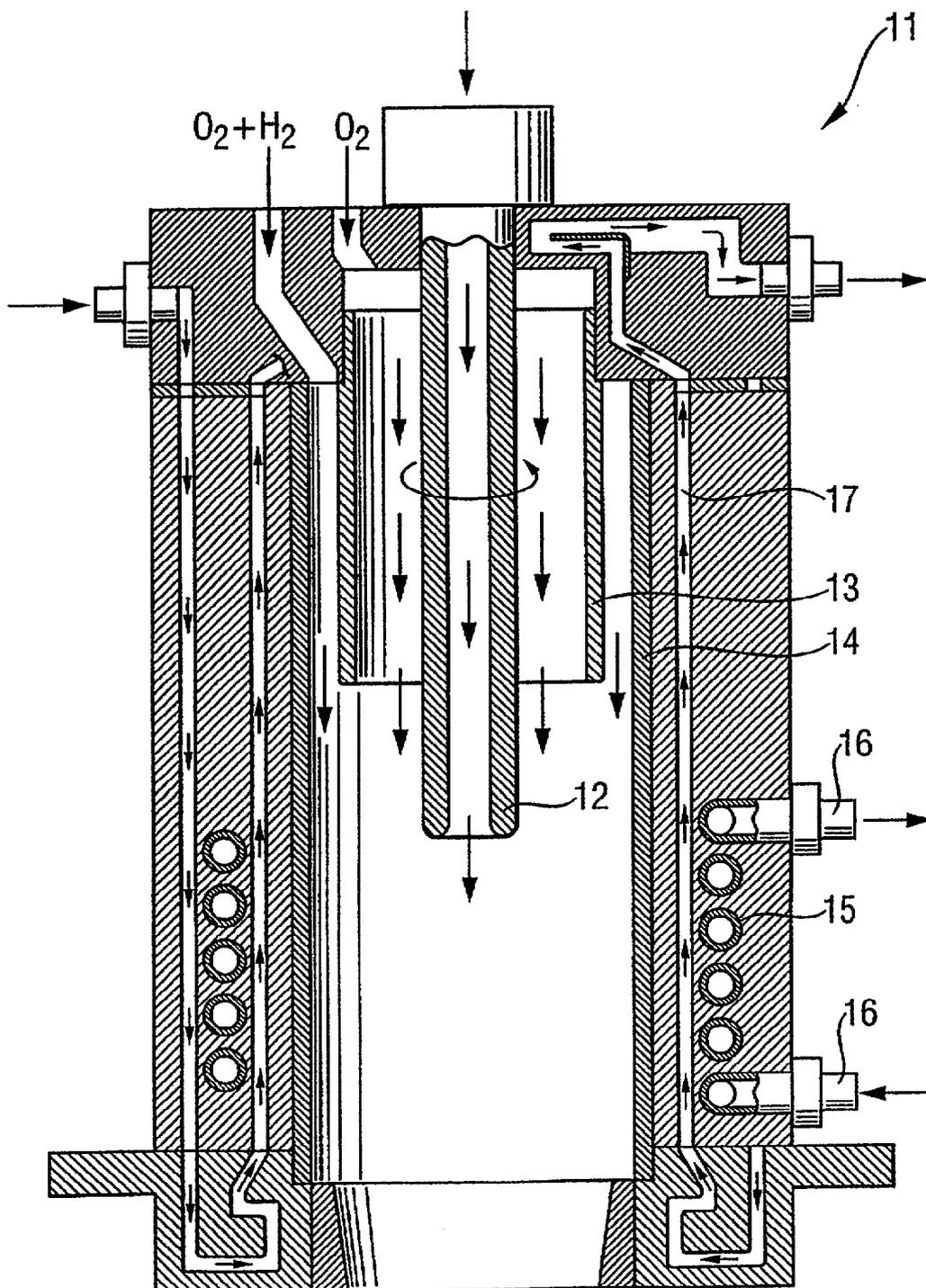


Фиг.3

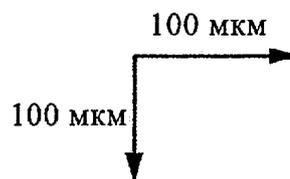
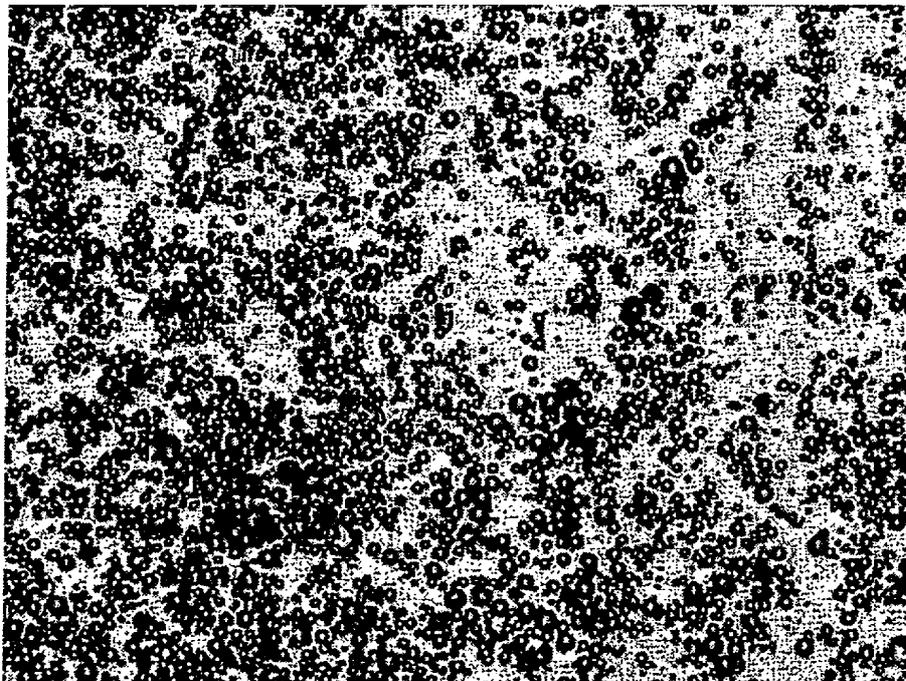


Фиг. 4

Дымообразный диоксид кремния/SiCl<sub>4</sub>



Фиг.5



Фиг.6