發明專利說明書

（本說明書格式、順序，請勿任意更動）

【發明名稱】（中文/英文）

使用射頻電漿熔融玻璃材料

MELTING GLASS MATERIALS USING RF PLASMA

【0001】 本申請案根據專利法第28條主張西元2013年10月4日申請的美國臨時申請案號61/886,819的優先權，該美國臨時申請案的全部內容被併入本文作爲參考。

【技術領域】

【0002】 本案說明書大致上關於用以預熔融、熔融與/或處理玻璃批次材料的方法，且尤其關於使用介電或射頻(「RF」)電漿來處理玻璃前驅物材料。

【先前技術】

【0003】 玻璃基材可被用在各種應用中，範圍從視窗至高效能顯示器裝置。由於對於改善的解析度、清晰度與效能的需求提高，玻璃基材的品質要求已經變得更嚴格。然而，玻璃品質會負面地受到從形成玻璃熔塊至最終玻璃產品的封裝之各種處理步驟影響。

【0004】 一個會造成玻璃品質降低的處理步驟是熔融製程，其中玻璃前驅物批次材料在熔融器中被混合且被加熱。在此製程期間，材料熔化且反應，釋放出反應氣體，這在熔融玻璃中產生氣泡。此外，熔融製程會產生非均質的玻璃熔塊，該玻璃熔塊具有不同化學組成之多個區域。欲形成的第一個

或氧化鈣與氧化鋁之混合物的玻璃批次材料會具有極高的熔融溫度，例如高於 2100℃，這使得熔融製程變得複雜且使得達到均質的玻璃熔塊變爲困難。其他玻璃批次材料(諸如二氧化矽、氧化鈉與氧化鈣的混合物)會被融化，但具有在冷卻時會結晶的傾向，且需要特別的淬冷方法以降低處理缺陷的可能性。當使用傳統製程來熔融包含二氧化矽與低含量二氧化鈦的超低擴展(ULE®)玻璃時，亦會呈現困難。

【0008】 因此，提供更快速與/或更符合經濟效益的玻璃熔融製程是有利的，同時也將關於玻璃品質的問題(諸如熔塊中的氣泡、弦與/或條痕造成的缺陷)最小化，且該等製程可適於熔融非傳統的玻璃材料。最終的玻璃基材可具有高光學品質且可被用在需要具有高解析度、清晰度與/或效能的玻璃的各種商業產品中。

【發明內容】

【0009】 在各種實施例中，本案說明書關於用以預熔融與/或熔融玻璃批次材料的方法，該方法包含使該些玻璃批次材料接觸電漿長達足以形成實質上均質、球形的玻璃中間顆粒的滯留時間。在特定實施例中，玻璃中間顆粒可包含至少約 45 wt%(例如從約 45 wt%至約 95 wt%)的氧化鋁與/或二氧化矽以及小於約 55 wt%(例如從 5 wt%至 55 wt%)的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物。玻璃中間顆粒可具有約 5 微米至約 1000 微米的平均顆粒尺寸。在進一步實施例中，在玻璃中間顆粒與電漿接觸之後，玻璃中間顆粒可被相切的氣體流冷卻，與/或可使用傳統的熔融器將玻璃中間顆粒進一步熔

融與/或熔合。

【0010】 如在此所揭示的是玻璃中間顆粒，該些玻璃中間顆粒包含至少約 45 wt%(例如從約 45 wt%至約 95 wt%)的氧化鋁與/或二氧化矽以及小於約 55 wt%(例如從 5 wt%至 55 wt%)的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物，其中該些玻璃中間顆粒是實質上均質的、是實質上球形的、且具有從約 5 微米至約 1000 微米的平均顆粒尺寸。

【0011】 額外的特徵與優點將在以下的詳細說明中被公開且部分地對於熟習此技藝之人士從發明說明或藉由實施在此所揭示的本發明(包括以下的詳細說明、申請專利範圍以及隨附的圖式)是可輕易瞭解。

【0012】 應瞭解的是前面的大致敘述及以下的詳細說明呈現了各種實施例，並且意圖提供用以瞭解所請求的本發明的本質和特色的概述與框架。本案說明書包括隨附的圖式以提供進一步的瞭解，並且隨附的圖式被併入到說明書內且構成說明書的一部分。圖式示出各種實施例且和發明說明以起用來解釋本發明的原理與運作。

【圖式簡單說明】

【0013】 當結合以下圖式來研讀以下的詳細說明時，以下的詳細說明可最佳地被瞭解，其中類似的結構以類似的元件代表符號來表示，並且其中：

【0014】 第 1 圖是用以根據本發明的一實施例來熔融玻璃批次材料的系統的示意圖。

【實施方式】

【0015】 在此所揭示的是用以預熔融與/或熔融玻璃批次材料的方法，包含將玻璃批次材料與電漿接觸長達足以形成實質上均質、球形的玻璃中間顆粒的滯留時間。

材料

【0016】 用語「玻璃批次材料」與其變形在此被用作爲代表玻璃前驅物顆粒的混合物，該些玻璃前驅物顆粒在熔融時會反應與/或結合而形成玻璃。可藉由任何已知方法來預備與/或混合玻璃批次材料以結合玻璃前驅物顆粒。例如，在特定非限制實施例中，玻璃批次材料包含玻璃前驅物顆粒的乾或實質上乾的混合物，例如不含有任何溶劑或液體。在其他實施例中，玻璃批次材料可具有漿料的形式，例如在液體或溶劑存在下之玻璃前驅物顆粒的混合物。

【0017】 根據各種實施例，玻璃批次材料可包含玻璃前驅物材料，諸如二氧化矽、氧化鋁與各種額外的氧化物(諸如氧化硼、氧化鎂、氧化鈣、氧化鈉、氧化鋰、氧化錫或氧化鈦)。例如，玻璃批次材料可以是二氧化矽與/或氧化鋁以及一或更多個額外的氧化物的混合物。在各種實施例中，玻璃批次材料包含從約 45 至約 95 wt%的全體的氧化鋁以及從約 5 至約 55 wt%的全體的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物。

【0018】 例如，ULE®玻璃可包含二氧化矽(例如從約 85 wt%至約 95 wt%的二氧化矽)與從約 5 wt%至約 15 wt%的氧化鈦，或大於約 90 wt%的二氧化矽與小於約 10 wt%的氧化鈦。這些 ULE®玻璃可包括羥基(-OH)與各種額外的元素(諸如 Nb、Ta、

F 與 Al)。例如，ULE®玻璃可包括小於約 5 wt%的這樣額外的元素。在特定實施例中，ULE®玻璃可包括量的範圍從約 0.1 至約 5 wt%(諸如從約 0.5 至約 3 wt%或從約 1 至約 2 wt%)之這樣的元素。

【0019】 其他非傳統的玻璃可從包含氧化鋁與氧化鋇的混合物的批次材料來製造，諸如包含至少約 50 wt%的氧化鋁與小於約 50 wt%的氧化鋇的混合物，例如包含從約 50 wt%至約 75 wt%的氧化鋁與從約 25 wt%至約 50 wt%的氧化鋇的混合物或包含約 67 wt%的氧化鋁與約 33 wt%的氧化鋇的混合物。類似的包含氧化鋁與氧化鈣的混合物亦可被用作爲玻璃批次材料，例如包含從約 70 wt%至約 80 wt%的氧化鋁與從約 20 wt%至約 30 wt%的氧化鈣的混合物。進一步的非傳統的玻璃批次材料可包含二氧化矽、氧化鈉與氧化鈣的混合物。作爲非限制實例，玻璃批次材料可包含至少約 45 wt%的二氧化矽與小於約 55 wt%的氧化鈉與氧化鈣，例如包含約 49-52 wt%的二氧化矽、約 16-21 wt%的氧化鈉與約 28-32 wt%的氧化鈣的混合物或包含約 50 wt%的二氧化矽、約 18-20 wt%的氧化鈉與約 30-32 wt%的氧化鈣的混合物。

【0020】 在特定非限制實施例中，批次材料包含小於約 55 wt%的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物，例如相對於玻璃批次材料的總重量爲小於約 50 wt%、小於約 45 wt%、小於約 40 wt%、小於約 35 wt%、小於約 30 wt%、小於約 25 wt%、小於約 20 wt%、小於約 15 wt%、小於約 10 wt%或小於約 5 wt%，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。作

爲非限制實例，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化硼，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。或者，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化鎂，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。在其他實施例中，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化鈣，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。根據進一步實施例，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化鈉，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。在又進一步實施例中，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化鋰，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。在再進一步實施例中，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化錫，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。根據其他實施例，玻璃批次材料可包含小於 55、50、45、40、35、30、25、20、15、10 或 5 wt%的氧化鈦，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。應瞭解的是可使用上述氧化物的各種混合物，且至少一氧化物的總量小於約 55 wt%。作爲非限制實例，可使用氧化鈉與氧化鈣的混合物，或可使用氧化鈦與氧化鈉的組合，或可使用氧化鎂、氧化鈉與氧化鈣的組合等等。

【0021】 二氧化矽與/或氧化鋁能以玻璃批次材料的至少約 45 wt%的組合量存在，例如至少約 50 wt%、至少約 55 wt%、

至少約 60 wt%、至少約 65 wt%、至少約 70 wt%、至少約 75 wt%、至少約 80 wt%、至少約 85 wt%、至少約 90 wt%或至少約 95 wt%。根據特定實施例，玻璃批次材料可包含至少約 45、50、55、60、65、70、75、80、85、90 或 95 wt%的二氧化矽。在其他實施例中，玻璃批次材料可包含至少約 45、50、55、60、65、70、75、80、85、90 或 95 wt%的氧化鋁。應瞭解的是亦可使用上述的量的二氧化矽與氧化鋁的混合物，且二氧化矽與氧化鋁的組合量是大於約 45 wt%。

【0022】 亦可設想出的是，需要高熔融溫度與/或具有類似上述困難的其他處理困難之額外的玻璃批次組成可被用作爲在此所述的方法中所處理的玻璃批次材料。例如，包含具有高熔融溫度的氮化矽、碳化矽、氧化鋯與其他氧化物的玻璃批次組成可適於根據在此所述的方法的處理。亦可根據在此所述的方法處理高效能光學玻璃(諸如來自康寧公司的 EAGLE XG®)。

【0023】 可藉由此技藝中用以混合與/或處理玻璃批次材料的任何已知方法來預備玻璃批次材料。例如，可混合、碾壓、研磨或利用其他方式來處理批次材料，以製造具有期望尺寸與/或形狀的期望混合物。例如，玻璃批次材料可具有小於約 1000 微米的平均顆粒尺寸，例如小於約 900、800、700、600、500、400、300、200 或 100 微米以及該些數值之間的全部範圍及次範圍。在各種實施例中，玻璃批次材料可具有從約 5 微米至約 1000 微米的平均顆粒尺寸，諸如從約 50 微米至約 900 微米、從約 100 微米至約 800 微米、從約 150 微米至約

【0026】 可以可選地在一氣體流的存在下，將玻璃批次材料引進到電漿炬內，其中該氣體係選自氧、純化與乾燥的外界空氣、與惰性氣體(諸如氮、氬、氦與它們的混合物)。玻璃批次材料可被挾帶在該氣體流中，以致顆粒自由地漂浮在該氣體流內。

【0027】 該氣體流可以處於外界溫度，或該氣體流能可選地被加熱。該氣體流的饋入速率可以是例如從約 1 SLPM 至約 150 SLPM，例如從約 10 SLPM 至約 100 SLPM 或從約 25 SLPM 至約 50 SLPM，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。任何熟習此技藝的人士有能力選擇適於期望操作與結果的流速。

【0028】 根據各種實施例，玻璃批次材料藉由與電漿雲羽接觸而快速地被加熱且被熔融。可設想出的是電漿雲羽具有實質上圓柱或稍微圓錐的形狀，其具有給定的長度和圓形截面。圓形截面是藉由中心或核心與各種同心環或鞘來界定。電漿雲羽的溫度因此可被描述成截面梯度，其中電漿雲羽的核心可具有至少約 11000 K 的溫度，並且電漿雲羽的外鞘或外緣可具有相對較低的至少約 300 K 的溫度。例如，核心可具有從約 9000 K 至約 11000 K 的溫度，並且外鞘可具有從約 300 K 至約 1000 K 的溫度(諸如從約 300 K 至約 500 K)。可使用各種加熱方法來產生電漿雲羽，例如介電(RF)場離子化與直流(DC)弧方法及它們的組合。

【0029】 玻璃批次材料在引進到電漿雲羽內時，玻璃批次材料能在任何方向上流動，諸如實質上垂直的方向(例如沿著電

漿雲羽的長度掉落)，或玻璃批次材料能沿著雲羽的長度以氣旋型態的形式流動。作爲非限制實例，一第二氣體流能以和電漿雲羽流動相切的方向可被引進到電漿容器內。可取決於設備而使相對於電漿的流動(例如相對於沿著電漿雲羽長度的流動)之引進的角度改變，但是引進的角度可大致上是從約15°至約 90°。雲羽內的氣旋流不僅可加長玻璃批次材料在電漿中的滯留時間，亦可產生驅動玻璃批次材料到電漿雲羽的較冷外緣的離心力，在這樣的應用中期望較低的熔融溫度。一旦玻璃批次材料達到期望的熔融位準，重力與/或氣旋作用一起加上電漿雲羽的速度可驅動顆粒使顆粒離開電漿雲羽並進入到收集腔室內。

【0030】 玻璃批次材料接觸電漿長達足以使批次材料熔融與/或反應的滯留時間。如在此所使用，用語「反應」與其變形意圖代表玻璃批次材料在加熱期間的交互作用，包括但不限於有機與無機材料的燃燒、水的蒸發、結晶反應與反轉、與熔融反應。根據各種實施例，電漿雲羽內的滯留時間可小於約 10 秒，例如小於約 5 秒、小於約 1 秒、小於約 0.5 秒或小於約 0.1 秒。在其他實施例中，玻璃批次材料的快速加熱可發生在毫秒內，例如時段可以是從約 0.01 秒至約 0.09 秒。在特定非限制實施例中，電漿雲羽加熱玻璃批次材料到例如從約300℃至約 3000℃的溫度(諸如從約 500℃至約 2500℃、從約800℃至約 2000℃或從約 1000℃至約 1500℃，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍)。

【0031】 根據各種實施例，在足夠的電漿雲羽中的滯留時間

之後，玻璃中間顆粒會被收集且可選地被進一步處理。例如，玻璃中間顆粒在離開電漿雲羽時，玻璃中間顆粒會被收集與/或冷卻。在特定實施例中，玻璃中間顆粒會通過進入收集腔室，一可選的第三氣體流能以和玻璃中間顆粒的流動相切的方向被引進到此處。可取決於設備而使相對於顆粒的流動之引進的角度改變，但是引進的角度可大致上是從 15°至約 90°。收集腔室內的相切氣體流係用以在玻璃批次材料離開電漿雲羽時冷卻與/或淬冷玻璃批次材料。一旦玻璃批次材料達到期望的冷卻位準，玻璃批次材料會被收集與/或可選地進一步被冷卻與/或淬冷。

【0032】 或者，玻璃中間顆粒在可選的冷卻之後，玻璃中間顆粒可被饋入到熔融槽中，玻璃中間顆粒在此處會可選地進一步被加熱以和將該些顆粒彼此結合而產生實質上均質的玻璃熔塊。可使用此技藝中任何已知方法來實施這樣額外的熔融，包括但不限於將中間顆粒引進到熔融器內且在攪拌下或不攪拌下加熱。

【0033】 不欲受限於理論，在至少特定實施例中，咸信使用電漿雲羽將快速地加熱玻璃批次材料，以致玻璃批次材料形成均質地被熔融且實質上不含有反應氣體的玻璃中間或「預熔融」顆粒。亦咸信快速加熱，結合玻璃批次材料的相當小的平均顆粒尺寸，容許任何被捕陷玻璃中間顆粒內的氣體能快速地抵達表面並離開預熔融顆粒。又，快速加熱容許玻璃批次材料能均質地熔融，因此避免或減少具有不同構成或組成的沉澱物(sludge)或弦(chord)層的形成。最終，在玻璃中間

顆粒離開電漿時，快速地冷卻玻璃中間顆粒的能力對於在冷卻時傾向於結晶的非傳統玻璃材料是有利的，並且可減少或去除專用的淬冷步驟的需要。

設備

【0034】 圖式示出一示範性系統，該示範性系統可運作以實施根據本發明所揭示的方法。在此實施例中，玻璃前驅物顆粒 **105** 被引進到批次進給器與/或混合器 **110** 內，玻璃前驅物顆粒 **105** 在批次進給器與/或混合器 **110** 處被混合且被饋入到批次篩 **120**，任何結塊在批次篩 **120** 處被破碎。玻璃批次材料 **115**(其流動亦以符號「*」來表示)且接著被引進到電漿圍阻容器 **130** 內。玻璃批次材料 **115** 可被挾帶在電漿氣體 **125** 中，其中電漿氣體 **125** 亦被引進到電漿圍阻容器 **130** 內。在特定實施例中，電漿圍阻容器 **130** 可包含一內區與一外區，內區包含電漿雲羽 **135**，外區可包含用於冷卻內區之壁的屏蔽氣體 **145**。RF 線圈 **140** 設置在電漿圍阻容器 **130** 周圍且藉由 RF 電漿匹配作用器(RF plasma matchwork)**150** 的方式接附到 RF 電漿產生器 **160**。RF 電漿產生器 **160** 用以將電漿氣體 **125** 轉變成電漿雲羽 **135**。玻璃批次材料 **115** 在電漿雲羽 **135** 的中心處被引進到電漿圍阻容器 **130** 內，玻璃批次材料 **115** 在此處被加熱以形成玻璃中間顆粒 **185**。中間顆粒 **185** 接著被收集在收集容器 **170** 中。可使用一相切氣體流 **175** 以冷卻中間顆粒 **185** 與/或以引起收集容器 **170** 內的氣旋流動。在收集之後，玻璃中間顆粒 **185** 可經受額外可選的處理步驟。

【0035】 在各種實施例中，在此所述的設備可使用由 RF 感

應耦合電漿(ICP)產生的電漿雲羽。在其他實施例中，可藉由RF感應耦合電漿與DC非可轉換電弧電漿的組合(亦稱爲「混成電漿」)來產生電漿雲羽。RF感應通常提供大體積的電漿，但電漿可能是高度紊流的。另一方面，DC電弧電漿傾向於更穩定，具有實質上圓柱/圓錐的形狀，但具有相對較小的體積。不欲受限於理論，咸信DC電弧電漿可用以將RF電漿穩定化並以實質上圓柱錐狀的雲羽來提供RF電漿，同時仍能維持高體積的電漿。

【0036】 RF感應線圈設置在電漿圍阻容器周圍，並且連接到RF匹配作用器以進行阻抗匹配和RF產生器。RF產生器可產生頻率在從約400 kHz至約5.8 GHz的功率。例如，RF頻率包括6.78 MHz、13.56 MHz、27.12 MHz與40.68 MHz，並且微波頻率包括2.441 GHz與5.800 GHz。對於kHz範圍中的較低頻率，可先使用高頻(＞1 MHz)激化，接著使用低頻來維持且運作電漿。RF產生器功率位準可以是從約10 kW至約1 MW，取決於運作成本與產能需求。例如，功率位準可以是從約50 kW至約500 kW或從約100 kW至約300 kW，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。

【0037】 電漿圍阻容器是有利地由抗腐蝕材料製成，諸如具有高介電強度的高溫陶瓷材料。在特定實施例中，圍阻容器包含同心的內腔室與外腔室。外腔室圍繞內腔室，外腔室可包含環形配置的多個屏蔽氣體噴嘴，屏蔽氣體噴嘴可用以冷卻內腔室的壁。屏蔽氣體噴嘴亦可提供額外的電漿氣體成份(諸如氦、氬、氧或氮)，以增加電漿溫度。

【0038】 在其他實施例中，爲了增加滯留時間，額外的感應線圈可用以延伸電漿的長度。在這樣的情況下，該額外的線圈可包覆在電漿圍阻容器周圍，其中該電漿圍阻容器耦接到感應加熱產生器。該產生器可運作於較低的頻率(諸如小於 1 MHz，例如 450 kHz)與從約 10 kW 至約 100 kW 的功率。額外的用於第二氣體的相切入口可被包括在電漿輸送容器中，以使氣旋流沿著電漿雲羽的長度向下流動。

【0039】 電漿圍阻容器可具有任何形狀或尺寸，並且在特定實例中，可具有管狀的形狀。電漿輸送容器可有利地由耐用材料製成，諸如 316 不銹鋼或氮化矽 Si_3N_4。水冷套可設置在電漿圍阻容器的外側的周圍，水冷套可用以將電漿雲羽外緣與容器之間的邊界區域保持於低溫。電漿圍阻容器亦可被配備有導引管，導引管可用以將玻璃批次材料引進到電漿雲羽內。例如，導引管可由耐久的抗熱材料製成，諸如鉑與銥(諸如以 80/20 比例混合的鉑與銥)或氮化矽 Si_3N_4。

【0040】 在特定實施例中，設置在電漿圍阻容器周圍的 RF 線圈可由銅(其可選地被鍍覆有銀)製成。在各種實施例中，感應線圈可包覆容器至少約 3 次，例如至少約 4 次。冷卻水可流動通過線圈以減少線圈可從圍阻容器吸收的熱的量。在線圈中流動的 RF 流係產生和線圈轉向垂直的磁場，而磁場線聚集在電漿圍阻管內。此磁場快速地反轉且崩潰，以產生流動於連續圓形路徑的電流或短路。例如，磁場可約每 74 奈秒崩潰(相應於 13.56 MHz)、約每 37 奈秒崩潰(相應於 27.12 MHz)、約每 25 奈秒崩潰(相應於 40.68 MHz)、或約每 17 奈秒

崩潰(相應於約 60 MHz)等等。電流將電漿圍阻管內的氣體過加熱成電漿。

【0041】 可根據此技藝中任何已知方式將電漿點燃。例如，電極可經由氣體式滑件(pneumatic slide)通過到收集容器內，並且電極從火花線圈(spark coil)被充電有高電壓(例如約 100 kV)。高電壓可產生向上傳導到電漿收集容器的暈(corona)。來自火花的熱可接著用以點燃電漿。電漿雲羽可具有任何方向配置，但在特定實施例中，可以是垂直的電漿雲羽，如圖式所示。電漿的核心可高達約 11000 K，而電漿的外緣可低至 300 K。電漿雲羽可以處於大氣壓力，在這樣的情況下，其特徵在於作爲大氣壓力熱電漿噴流。

【0042】 可藉由將玻璃批次材料與電漿氣體結合(例如顆粒被挾帶在第一氣體中)以將玻璃批次材料流體化。此流可接著被饋入到電漿圍阻容器內，第一氣體在電漿圍阻容器處被轉變成電漿且玻璃批次材料被輸送到電漿雲羽的中心內。

【0043】 在特定非限制性實施例中，第二氣體能以相當高速而以和電漿雲羽相切的方向被注射到電漿圍阻容器內，這在電漿周圍產生氣旋流。電漿與玻璃顆粒被扭曲成氣旋型態。由於可直接正比於第二氣體流速的離心力，顆粒被推向溫度相對較低的電漿雲羽的外緣。第二氣體的流速可取決於期望的產能而改變，並且在特定實施例中，可以是從約 10 SLPM 至約 200 SLPM，例如從約 30 SLPM 至約 150 SLPM 或從約 50 SLPM 至約 100 SLPM，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。

【0044】 由於氣旋作用，玻璃批次材料可避免在高溫核心之中或附近的長滯留時間，其中顆粒在該高溫核心之中或附近會潛在地氣化。此外，氣旋可驅動玻璃中間顆粒離開雲羽並進入收集容器(諸如密封的收集容器)。例如，精細網孔可用以收集顆粒。顆粒會積聚在網格上長達收集時段，在之後，網格被搖動與/或被惰性氣體噴擊，以將顆粒移動到收集容器內。收集腔室中的任何氣體能可選地被分離、過濾與返回到製程的開始。

【0045】 或者，玻璃中間顆粒可流動到收集容器內，並且在特定實施例中，和相切的第三氣體流接觸。收集容器中的相切流可用以引起氣旋流型態，氣旋流型態可促進當玻璃中間顆粒行進在容器中時且在玻璃中間顆粒停置之前玻璃中間顆粒的冷卻。第三氣體的流速可取決於期望的冷卻速率而改變，在特定實施例中是從約 10 SLPM 至約 100 SLPM，例如從約 15 SLPM 至約 50 SLPM 或從約 20 SLPM 至約 30 SLPM，包括該些數值之間的全部範圍及次範圍。

【0046】 在此所述的設備可被運作於緊密容納狀態中，緊密容納狀態可爲產品提供高純度。此外，藉由使用電漿的快速熱傳能急遽地減少用於熔融的滯留時間，藉此增加產能。去除或大幅地減少使用傳統方法所需要攪拌玻璃熔塊的時間的可能性係提供甚至進一步的時間與成本節省。再者，電漿技術運作於相當低的成本且不會傾向於造成機械失效，因此降低了停機時間與運作成本。又，相對於傳統的較慢的批次製程，電漿技術提供用於熔融玻璃材料的連續製程。最後，儘

管習知技藝方法之目的在於缺陷(例如氣泡、弦與/或條痕)已經被產生之後修補缺陷，在此所揭示的方法係避免或實質上限制這樣的缺陷的形成，藉此去除或減少後熔融運作以移除缺陷的需要。

玻璃中間顆粒

【0047】 在此所述的方法與設備係提供熔融玻璃批次材料的方式，以形成具有類似於被引進到電漿內之原始顆粒的質量的熔融球體。顆粒可以是以它們的化學組成而言爲實質上均質的、實質上球形的、且可具有實質上平滑的表面。玻璃中間顆粒因此可呈現減少的在原始的玻璃批次顆粒中由於鋸齒狀邊緣而時常觀察到的凝塊與橋接。

【0048】 如在此所使用，用語「玻璃中間材料」與「玻璃預熔融顆粒」及其變形意圖代表實質上獨立或分離的顆粒，其中該些顆粒已經被加熱到足以使玻璃批次材料反應與/或熔融以形成實質上均質顆粒的溫度。接著，可藉由結合個別的玻璃中間顆粒以及可選的進一步加熱與/或混合來將該些顆粒結合成均質熔塊，以形成「玻璃熔塊」。

【0049】 如在此所使用，用語「均質」與「實質上均質」及其變形意圖代表玻璃中間顆粒在約等於其直徑的長度尺度上呈現化學均質性。例如，對於具有平均顆粒尺寸爲 50 微米的示範性玻璃中間顆粒，顆粒在約等於 50 微米的長度尺度上是實質上均質的。同樣地，具有平均顆粒尺寸爲從約 5 微米至約 1000 微米的玻璃中間顆粒在從約 5 微米至約 1000 微米的長度尺度上可以是均質的。例如，玻璃中間顆粒在從約 50 微

米至約 900 微米、在從約 100 微米至約 800 微米、在從約 150 微米至約 700 微米、在從約 200 微米至約 600 微米、或在從約 250 微米至 500 微米以及該些數值之間的全部範圍及次範圍的長度尺度上可以是均質的。

【0050】 如在此所使用，用語「球形」與「實質上球形」及其變形意圖代表實質上球體、卵形或球狀的形狀，儘管應瞭解的是玻璃中間顆粒可能具有會使它們無法成爲完美球形的小瑕疵。亦應瞭解的是各個中間顆粒的形狀或尺寸可有別於下一個顆粒。

【0051】 如在此所使用，用語「平滑」與「實質上平滑」及其變形意圖代表實質上不含有突起或凹陷(諸如鋸齒狀邊緣、尖點與/或隆起)的實質上平坦或規則的表面。儘管原始玻璃批次材料可具有會造成凝塊與/或橋接的鋸齒狀邊緣與/或表面不規則性，玻璃中間顆粒具有可避免與/或減少該些顆粒的凝塊之實質上平滑的表面。

【0052】 可瞭解的是玻璃中間顆粒的化學組成和玻璃批次材料的化學組成相同或實質上相同，例如具有相同的成份的比例。所以，玻璃中間顆粒參照批次材料組成具有上述組成係落入本文的範疇內。

【0053】 亦可瞭解的是各種揭示的實施例可涉及以與該特定實施例相關的方式來描述之特定的特徵、構件或步驟。又可瞭解的是在各種非例示的組合或變化中，特定的特徵、構件或步驟，儘管以涉及一特定實施例來描述，可與替代實施例互相交換或結合。

【0054】 亦可瞭解的是，如在此所使用，用語「該」、「一」或「一個」意指「至少一個」，並且不應被限制在「僅一個」，除非有清楚指明代表相反意義。因此，例如，「一氣體」的參照包括具有兩或更多個這樣的「氣體」的實例，除非有清楚指明代表之其他意義。

【0055】 範圍在此可被表示成從「約」一特定數值與/或至「約」另一特定數值。當這樣的一個範圍被表示時，實例包括從一特定數值與/或至該另一特定數值。同樣地，當數值被表示成大約值，藉由使用前置詞「約」，可瞭解的是該特定數值形成另一態樣。又可瞭解的是每個該些範圍的終點和另一終點的關係是重要的且獨立於另一終點。

【0056】 各種範圍在此被表示成「大於約」一或更多個特定數值或「小於約」一或更多個特定數值與「該些數值之間的全部範圍及次範圍」。當這樣的範圍被表示時，實例包括從任何一特定數值至任何其他特定數值。例如，包含大於約 45 wt%(諸如大於約 50、55、60、65、70、75、80、85 或 90 wt%)的氧化鋁的玻璃批次材料包括從約 45 wt%至約 90 wt%、從約 65 wt%至約 80 wt%及各個所揭示數值之間的所有其他可能範圍的範圍的氧化鋁。同樣地，包含小於約 55 wt%(諸如小於約 50、45、40、35、30、25、20、15 或 10 wt%)的至少一氧化物的玻璃批次材料包括從約 10 wt%至約 55 wt%、從約 15 wt%至約 40 wt%及各個所揭示數值之間的所有其他可能範圍的範圍的氧化物。

【0057】 在此所表示的所有數值範圍被解讀成包括「約」，

無論是否有如此陳述，除非有清楚指明代表之其他意義。然而，又可瞭解的是所載述的每個數值亦精確地被設想，無論其是否被表示成「約」該數值。因此，「大於 25℃的溫度」與「大於約 25℃的溫度」皆包括「大於約 25℃的溫度」及「大於 25℃的溫度」的實施例。

【0058】 除非有清楚陳述，不行意圖將任何在此公開的任何方法被解讀成需要使該方法的步驟被執行成一特定順序。所以，當一方法請求項實際上沒有載明藉由該方法的步驟來進行的順序或請求項或發明說明中沒有清楚陳述該些步驟被限制在一特定順序時，不行意圖推論一特定順序。

【0059】 儘管可使用過渡片語「包含」來揭示特定實施例的各種特徵、構件或步驟，應瞭解的是暗示有替代實施例，包括使用過渡片語「由……構成」或「實質上由……構成」的替代實施例。因此，例如對包含特定構件的玻璃批次材料之暗示的替代實施例係包括玻璃批次材料由那些構件構成的實例以及玻璃批次材料實質上游那些構件構成的實例。

【0060】 任何熟習此技藝之人士可瞭解的是可在不悖離本發明的精神與範疇下進行本發明的各種修改與變化。由於熟習此技藝之人士可進行含有本發明的精神和本質之所揭示的實施例之修改、組合、次組合與變化，本發明應被解讀成包括隨附申請專利範圍及其均等物的範疇內之任何物。

【符號說明】

【0061】

105 玻璃前驅物顆粒

110 批次進給器或混合器

115 玻璃批次材料

120 批次篩

125 電漿氣體

130 電漿圍阻容器

135 電漿雲羽

140 RF 線圈

145 屏蔽氣體

150 RF 電漿匹配作用器

160 RF 電漿產生器

170 收集容器

175 相切氣體流

185 玻璃中間顆粒

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

無

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

無

【序列表】(請換頁單獨記載)

無

I648235

發明摘要

※ 申請案號：103134229

※ 申請日：2014 年 10 月 01 日　　※IPC 分類：

【發明名稱】（中文/英文）

使用射頻電漿熔融玻璃材料

MELTING GLASS MATERIALS USING RF PLASMA

【中文】

本案說明書關於用以形成預熔融與/或熔融玻璃批次材料的方法，該方法包含使該些玻璃批次材料接觸電漿雲羽長達足以形成實質上均質、球形的玻璃中間顆粒的滯留時間。該些玻璃批次材料可以氣旋形態在電漿雲羽中流動以增加滯留時間。該些玻璃中間顆粒可在收集容器內被相切的氣流冷卻以產生氣旋流。亦如在此所揭示的是玻璃中間顆粒，該些玻璃中間顆粒包含至少約 45 wt%的氧化鋁與/或二氧化矽以及小於約 55 wt%的硼、鎂、鈣、鈉、鍶、錫與/或鈦之至少一氧化物，其中該些玻璃中間顆粒是實質上均質的、是實質上球形的、且具有從約 5 微米至約 1000 微米的平均顆粒尺寸。

【英文】

The disclosure relates to methods for forming pre-melting and/or melting glass batch materials comprising bringing glass batch materials into contact with a plasma plume for a residence time sufficient to form substantially

homogeneous, spheroid-shaped glass intermediate particles. The glass batch materials may flow in a cyclonic pattern in the plasma plume for increased residence time. The glass intermediate particles may be cooled with a tangential flow of gas to produce a cyclonic flow within the collection vessel. Also disclosed herein are glass intermediate particles comprising at least about 45 wt% of alumina and/or silica and less than about 55 wt% of at least one oxide of boron, magnesium, calcium, sodium, strontium, tin, and/or titanium, wherein the glass intermediate particles are substantially homogenous and substantially spheroid in shape and have an average particle size ranging from about 5 to about 1,000 microns.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

105 玻璃前驅物顆粒

110 批次進給器或混合器

115 玻璃批次材料

120 批次篩

125 電漿氣體

130 電漿圍阻容器

135 電漿雲羽

140 RF 線圈

145 屏蔽氣體

150 RF 電漿匹配作用器

160 RF 電漿產生器

170 收集容器

175 相切氣體流

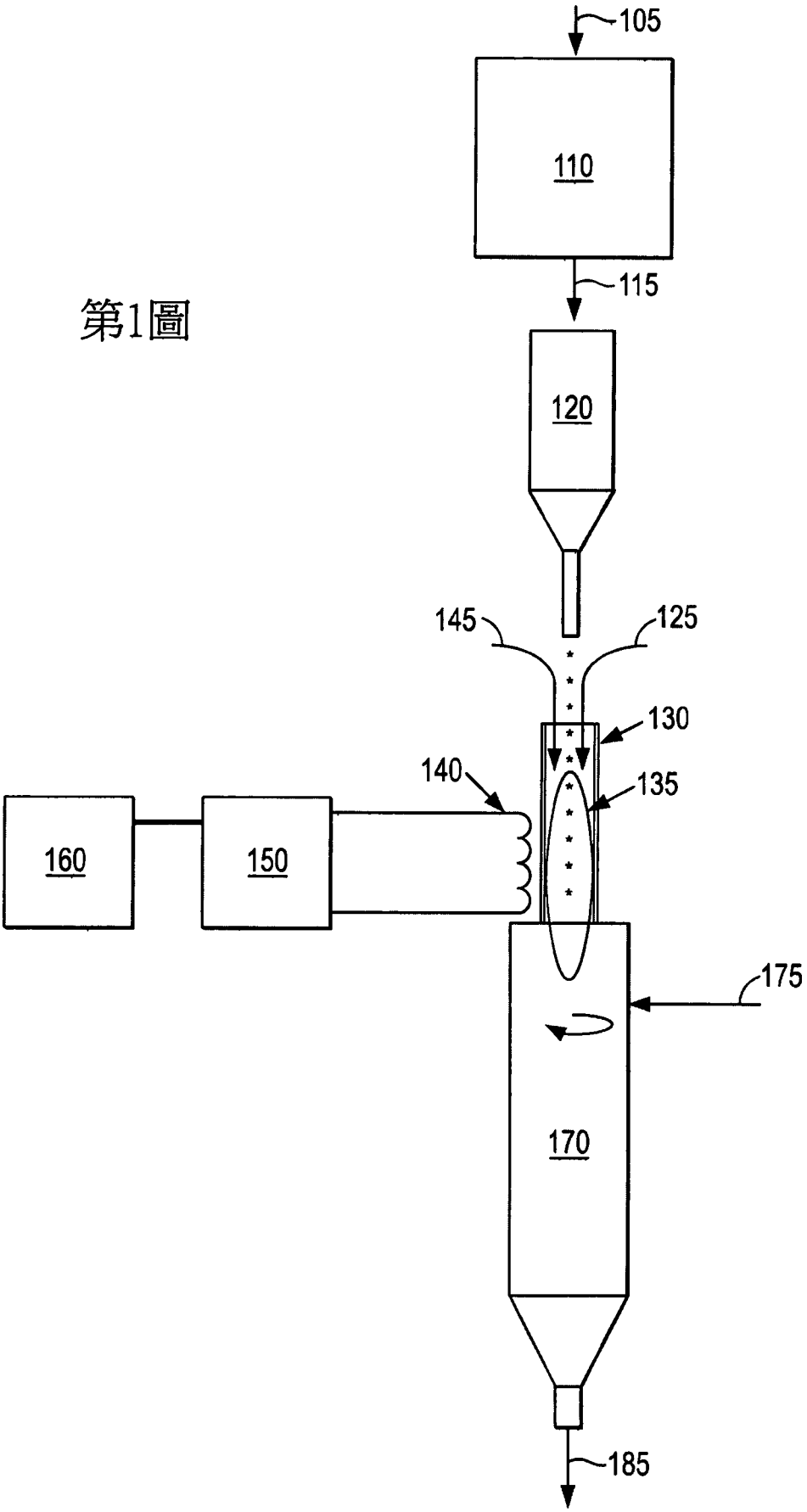
185 玻璃中間顆粒

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

圖式

第1圖



熔塊時常易與耐火材料發生反應，這會導致過量的設備磨損與/或玻璃熔塊中的缺陷。熔塊的較緻密部分亦會下沉到熔融器的底部，這導致了一「沉澱物(sludge)」層，該沉澱物層具有不同於熔塊的其他部分的光學性質且難以完全地混合回到整個熔塊內，這造成了熔塊的非均質部分，此技術領域中且在此稱該非均質部分為「弦(chord)」。最後，由於典型的大處理容積，各種玻璃批次材料不會熔融或僅會部分地熔融是有可能的。未熔融或部分熔融的材料經受熔融製程且會後來變成玻璃產品中的缺陷。

【0005】 目前用以製造高品質光學玻璃的熔融製程係利用高溫與攪拌以從玻璃熔塊移除氣泡。然而，這樣的製程是成本過高的，這是因為這樣的製程需要用於處理設備之昂貴的金屬與特別設計的高溫耐火材料。又，這些昂貴的熔融系統需要長處理時間與高能量支出，這是因為反應氣體具有長距離來行進以從玻璃熔塊逸出且沉澱物層必須從熔融器槽的底部被混合到槽中的玻璃熔塊的其餘部分內，這需要長距離經過高黏性流體的混合動作。

【0006】 避免玻璃氣泡與玻璃熔塊中的非均質部分的替代方法包括以較小的批次來處理熔塊。以此方式，氣泡具有較短的距離來行進以從熔塊逸出且沉澱物層可更容易地被併入到熔塊的其餘部分內。然而，由於許多小規模的製程，這些方法具有不同缺點，諸如增加的處理時間和花費。

【0007】 當嘗試熔融各種「非傳統」的玻璃前驅物材料時，亦已觀察到顯著問題。例如，包含氧化鋇與氧化鋁之混合物

700 微米、從約 200 微米至約 600 微米或從約 250 微米至約 500 微米，及該些數值之間的全部範圍及次範圍。在進一步實施例中，玻璃批次材料的平均顆粒尺寸可小於約 100 微米，諸如小於約 50 微米、小於約 25 微米或小於約 10 微米。

方法

【0024】 根據在此所揭示的各種實施例，玻璃批次材料與電漿接觸。如在此所使用，用語「接觸」和「被接觸」與其變形意圖代表玻璃批次材料與電漿的實體與/或熱交互作用。例如，玻璃批次材料可實體地被引進到電漿內，與/或玻璃批次材料可與電漿進行熱接觸(例如熱電漿產生的熱)。

【0025】 可使用批次進給器將玻璃批次材料引進到電漿雲羽(plasma plume)內。例如，批次進給器可包含被配備有螺旋鑽與/或噴嘴的螺旋式進給器，其中該噴嘴係配送批次材料。在特定非限制實例中，批次進給器可配送螺栓每轉至少約 1 克的玻璃批次材料。玻璃批次材料可被配送到篩罐或類似的設備內，批次材料中的任何結塊在該篩罐或類似的設備中被破碎。例如，篩罐可包含內含不銹鋼球的腔室，並且篩罐能以一頻率(例如 14.5 kHz)被搖動與震動，以致鋼球能粉碎批次材料中的任何結塊。在特定實施例中，批次材料係以分散流而流經罐中的開口到電漿炬。例如，批次材料能以至少約 1 克/分鐘的速率(諸如至少約 2 克/分鐘)流動到電漿炬內。在特定實施例中，流速可以是從約 1 克/分鐘至約 700 克/分鐘，或以另一方式敘述是大於約 1 立方噸/天。在特定實施例中，篩罐可被充滿惰性氣體(諸如氬)，以避免大氣引進到電漿炬內。

申請專利範圍

1. 一種用以處理玻璃批次材料的方法，包含下列步驟：

使該些玻璃批次材料接觸一電漿長達足以使該些玻璃批次材料反應與熔融的一滯留時間，以形成實質上均質、球形的玻璃中間顆粒，

其中該些玻璃批次材料包含從約 45 wt%至約 95 wt%的全體的氧化鋁與二氧化矽之至少一者以及從約 5 wt%至約 55 wt%的全體的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物。

2. 如請求項 1 所述之方法，其中該些玻璃批次材料更包含至少一額外的化合物，該至少一額外的化合物選自氮化矽、碳化矽、氧化鋯與它們的混合物。

3. 如請求項 1 所述之方法，其中該些玻璃批次材料包含從約 50 wt%至約 80 wt%的全體的氧化鋁與二氧化矽之至少一者以及從約 20 wt%至約 50 wt%的全體的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物。

4. 如請求項 1 所述之方法，更包含下列步驟：在使該些玻璃批次材料接觸該電漿之前，混合與/或篩選該些玻璃批次材料。

5. 如請求項 1 所述之方法，其中該些玻璃批次材料具有從

約 5 微米至約 1000 微米的一平均顆粒尺寸。

6. 如請求項 1 所述之方法，其中藉由使用一射頻(RF)流加熱至少一氣體來產生該電漿，該氣體選自氬、空氣、氦、氮、氧與它們的混合物。

7. 如請求項 1 所述之方法，其中該電漿具有從約 9000 K 至約 11000 K 的一溫度。

8. 如請求項 1 所述之方法，其中在使該些玻璃批次材料接觸該電漿時，該些玻璃批次材料被挾帶在一載氣中，該載氣選自氬、空氣、氦、氮、氧與它們的混合物。

9. 如請求項 1 所述之方法，其中該些玻璃批次材料以一氣旋型態在該電漿中流動。

10. 如請求項 1 所述之方法，更包含下列步驟：冷卻與/或收集該些玻璃中間顆粒，

其中該些玻璃中間顆粒流動於一第一方向，及其中該冷卻的步驟包含下列步驟：使該些顆粒接觸一冷卻氣體流，該冷卻氣體流具有和該第一方向相切的一第二方向。

11. 一種用以熔融玻璃批次材料的方法，包含下列步驟：

(a) 使該些玻璃批次材料接觸一電漿長達足以使該些玻

璃批次材料反應與熔融的一滯留時間，以形成實質上均質、球形的玻璃中間顆粒，

其中該些玻璃批次材料包含從約 45 wt%至約 95 wt%的全體的氧化鋁與二氧化矽之至少一者以及從約 5 wt%至約 55 wt%的全體的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物；

(b) 可選地冷卻該些玻璃中間顆粒；

(c) 可選地收集該些玻璃中間顆粒；及

(d) 加熱該些玻璃中間顆粒於一溫度且長達一時間，該溫度與該時間足以將該些玻璃中間顆粒熔合在一起以形成一玻璃熔塊。

12. 如請求項 11 所述之方法，其中該些玻璃中間顆粒流動於一第一方向，及其中冷卻該些玻璃中間顆粒的步驟包含下列步驟：使該些顆粒接觸一冷卻氣體流，該冷卻氣體流具有和該第一方向相切的一第二方向。

13. 一種玻璃中間顆粒，包含：

以從約 45 wt%至約 95 wt%的量存在的全體的氧化鋁與二氧化矽之至少一者以及以從約 5 wt%至約 55 wt%的量存在的全體的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物，其中：

(a) 該玻璃中間顆粒是實質上均質的；

(b) 該玻璃中間顆粒是實質上球形的；

(c) 該玻璃中間顆粒具有從約 5 微米至約 1000 微米的一平均顆粒尺寸。

14. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，更包含至少一額外的化合物，該至少一額外的化合物選自氮化矽、碳化矽、氧化鋁與它們的混合物。

15. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，包含從約 50 wt%至約 80 wt%的氧化鋁與二氧化矽之至少一者以及從約 20 wt%至約 50 wt%的硼、鎂、鈣、鈉、鋰、錫與/或鈦之至少一氧化物。

16. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，具有一實質上平滑的表面。

17. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，其形狀是實質上球體的。

18. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，具有從約 50 微米至約 500 微米的一平均顆粒尺寸。

19. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，包含從約 50 wt%至約 80 wt%的氧化鋁以及從約 20 wt%至約 50 wt%的全體的氧化鋇與氧化鈣之至少一者。

20. 如請求項 13 所述之玻璃中間顆粒，包含從約 49 wt%至約 52 wt%的二氧化矽、從約 16 wt%至約 21 wt%的氧化鈉、與從約 28 wt%至約 32 wt%的氧化鈣。