



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201733930 A

(43)公開日：中華民國 106 (2017) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：105141761

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 12 月 16 日

(51)Int. Cl.：

C03B19/06 (2006.01)

C03B19/10 (2006.01)

C03B20/00 (2006.01)

C03B37/012 (2006.01)

C03C3/06 (2006.01)

C03C12/00 (2006.01)

(30)優先權：2015/12/18

歐洲專利局

15201116.9

(71)申請人：何瑞斯廓格拉斯公司 (德國) HERAEUS QUARZGLAS GMBH & CO. KG (DE)
德國

(72)發明人：歐特 馬休斯 OTTER, MATTHIAS (DE)；萊曼 瓦特 LEHMAN, WALTER (DE)；胡乃曼 麥可 HUNERMANN, MICHAEL (DE)；尼爾森 尼爾斯－克理斯提恩 NIELSEN, NILS-CHRISTIAN (DE)；惠比 尼吉爾 羅伯特 WHIPPEY, NIGEL ROBERT (GB)；格羅曼 伯里斯 GROMANN, BORIS (DE)；柯佩巴尼 愛比托－加法 KPEBANE, ABDOUL-GAFAR (TG)；凱瑟 湯瑪士 KAYSER, THOMAS (DE)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：22 項 圖式數：14 共 167 頁

(54)名稱

石英玻璃製備中之二氧化矽粉末的氨處理

AMMONIA TREATMENT OF SILICON DIOXIDE POWDER IN THE PREPARATION OF QUARTZ GLASS

(57)摘要

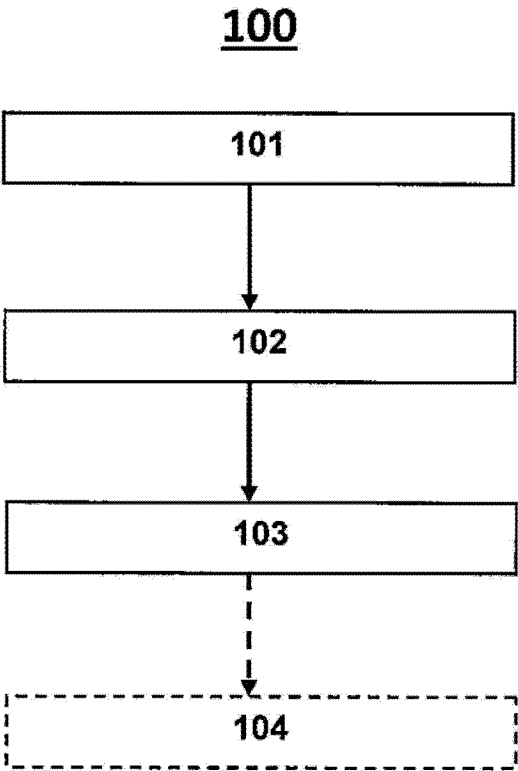
本發明係關於一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟 i.) 提供二氧化矽顆粒，ii.) 由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體及 iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體，其中該提供包含步驟 I. 製造由矽-氯化合物製備之具有至少兩個粒子的二氧化矽粉末，II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，及 III 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得二氧化矽顆粒，並且其中該二氧化矽粉末之氯含量大於該二氧化矽顆粒之氯含量。本發明進一步係關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。本發明亦係關於一種用於製備二氧化矽顆粒之方法。本發明進一步係關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其各自可藉由在各情況中進一步加工該石英玻璃體獲得。

The invention relates to a process for the preparation of a quartz glass body comprising the process steps i.) Provision of a silicon dioxide granulate, ii.) Making a glass melt from the silicon dioxide granulate and iii.) Making a quartz glass body from at least part of the glass melt, wherein the provision comprises the steps I. Making a silicon dioxide powder with at least two particles prepared from a silicon-chlorine compound, II. Bringing the silicon dioxide powder into contact with ammonia to obtain a treated silicon dioxide powder, and III. Granulating the treated silicon dioxide powder to obtain a silicon dioxide granulate, and wherein the chlorine content of the silicon dioxide powder is greater than the chlorine content of the silicon dioxide granulate. The invention relates further to a quartz glass body which is obtainable by this process. The invention also relates to a process for the preparation of a silicon dioxide granulate. The invention relates further to a light guide, an illuminant and a formed body which are obtainable through processing the quartz glass body further in each case.

指定代表圖：

符號簡單說明：

- 100 . . . 方法
- 101 . . . 第一步驟
- 102 . . . 第二步驟
- 103 . . . 第三步驟
- 104 . . . 視情況選用之步驟



【圖1】

【發明說明書】

【中文發明名稱】

石英玻璃製備中之二氧化矽粉末的氨處理

【英文發明名稱】

AMMONIA TREATMENT OF SILICON DIOXIDE POWDER IN
THE PREPARATION OF QUARTZ GLASS

【技術領域】

本發明係關於一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟 i.) 提供二氧化矽顆粒，ii.) 由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體及 iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體，其中該提供包含步驟 I. 製造由矽-氯化物製備之具有至少兩個粒子之二氧化矽粉末，II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，及 III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得二氧化矽顆粒，並且其中該二氧化矽粉末之氯含量高於該二氧化矽顆粒之氯含量。此外，本發明係關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。本發明亦係關於一種用於製備二氧化矽顆粒之方法。此外，本發明係關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其各自可藉由進一步加工該石英玻璃體獲得。

【先前技術】

石英玻璃、石英玻璃產品及含有石英玻璃之產品為吾人所知。同樣，各種製備石英玻璃及石英玻璃體之方法已為吾人所知。儘管如此，仍相當努力地確定可製備甚至更高純度(亦即，不存在雜質)之石英玻璃之製備方法。在石英玻璃及其加工產品之許多應用領域中，就例如均質性及純度而言有高要求。對於加工為光導或施照體之石英玻璃，情況尤為如此。此處，

雜質可能會導致吸收。此為不利的，因為其導致發射光之色彩變化及衰減。高純度石英玻璃應用之另一實例係半導體製造之製造步驟。此處，玻璃體之每種雜質可能會在半導體中導致缺陷且因此在製造中產生不良品。此等方法中所用之各種各樣的高純度、通常合成的石英玻璃製備起來很費力。其為貴重的。

此外，對於低價格的上文所提及之高純度、通常合成的石英玻璃及衍生自其之產品，存在市場需求。因此，渴望能夠以比以前更低的價格提供高純度石英玻璃。就此而論，探尋更具成本效益的製備方法以及更便宜的原材料來源兩者。

已知的製備石英玻璃體之方法包含使二氧化矽熔融及自熔體製造石英玻璃體。玻璃體中例如經由包括呈氣泡形式之氣體的不規則性可能會導致玻璃體在負載下、尤其在高溫下失效，或可能會阻止其用於特定目的。用於石英玻璃之原材料中之雜質可能會在石英玻璃中導致裂紋、氣泡、條痕及變色。當用於製備及加工半導體之方法中時，玻璃體中之雜質還可能釋放及轉移至經處理之半導體組件。舉例而言，在蝕刻方法中情況如此且在半導體坯料中產生不良品。與已知製備方法相關之常見問題因此為石英玻璃體之品質不合格。

另一態樣係關於原材料效率。看來有利的是，將石英玻璃及在別處以副產物形式積聚之原材料輸入至石英玻璃產品之較佳工業方法中，而非將此等副產物用作例如建築中之填料或以一定代價將其作為垃圾處置。此等副產物通常在過濾器中以細粉塵形式分離出。細粉塵引入尤其關於健康、工作安全性及處置之其他問題。

【發明內容】

【目標】

本發明之一目標係至少部分克服目前先進技術中存在之一或多個缺點。

本發明之另一目標係提供具有長久壽命之光導、施照體及組件。術語組件尤其應理解為包括可用於供化學及/或物理處理步驟用之反應器中之裝置。

本發明之另一目標係提供不含氣泡或具有低氣泡含量之光導、施照體及玻璃組件。

本發明之另一目標係提供具有高透明度之光導及玻璃組件。

本發明之另一目標係提供具有低不透明度之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供具有低衰減之光導。

本發明之另一目標係提供具有高輪廓準確度之光導、施照體及組件。

詳言之，本發明之一目標係提供在高溫下不變形之光導、施照體及組件。

詳言之，本發明之一目標係提供即使當成型成具有較大尺寸時亦形式穩定之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供防撕裂且防斷裂之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供可高效製備之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供具成本效益地製備之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供光導、施照體及組件，其製備不需要長久的其他加工步驟(例如回火)。

本發明之另一目標係提供具有高熱衝擊抗性之光導、施照體及組件。

詳言之，本發明之一目標係提供在大的熱波動下僅展現極小熱膨脹之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供具有高硬度之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供具有高純度及低外來原子污染之光導、施照體及組件。術語外來原子用以意謂並非有意引入之成分。

本發明之另一目標係提供含有低摻雜材料含量之光導、施照體及組件。

本發明之另一目標係提供具有高均質性之光導、施照體及組件。性質或材料之均質性係此性質或材料於樣品中之分佈均勻性的量度。

詳言之，本發明之一目標係提供具有高材料均質性之光導、施照體及組件。材料均質性係光導、施照體或半導體裝置中所含元素及化合物，尤其 OH、氯、金屬(尤其鋁、鹼土金屬、耐火金屬)及摻雜材料之分佈均勻性的量度。

本發明之另一目標係提供一種適用於光導、施照體及石英玻璃組件中且至少部分解決上文所提及目標中之至少一者、較佳數者的石英玻璃體。

本發明之另一目標係提供一種具有線性形式之石英玻璃體。詳言之，一目標係提供一種具有高彎曲半徑之石英玻璃體。詳言之，另一目標係提供一種具有高纖維捲曲之石英玻璃體。

另一目標係提供一種陽離子遷移儘可能低之石英玻璃體。

另一目標係提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標係提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高折射率均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標係提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高黏度均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標係提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高材料均質性之石英玻璃體。

詳言之，本發明之另一目標係提供一種在石英玻璃體之整個長度上具有高光學均質性之石英玻璃體。

本發明之另一目標係提供一種不具有或具有極低碳雜質含量之石英玻璃體。詳言之，本發明之一目標係提供不包含碳化矽粒子之石英玻璃體。

本發明之另一目標係提供一種具有低 OH 基含量之石英玻璃體。

本發明之另一目標係提供一種具有低金屬雜質含量之石英玻璃體。

詳言之，本發明之一目標係提供具有低鹼金屬離子含量之石英玻璃體。

本發明之另一目標係提供一種具有良好可處理性之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標係提供一種具有低細粉塵含量之二氧化矽顆粒。

另一目標係提供一種可容易儲存、運輸及傳送之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標係提供一種可使無氣泡石英玻璃體成型之二氧化矽顆粒。本發明之另一目標係提供一種作為散裝材料包含儘可能小的氣體體積之二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標係提供一種開孔的二氧化矽顆粒。

本發明之另一目標係提供一種至少部分解決至少一部分上文所描述目標的可製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可更簡單地製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可連續地製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可藉由連續熔融及成型製程製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可以高速度使石英玻璃體成型之方法。

本發明之另一目標係提供一種可以低不良品率製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可製備可組裝石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可製備石英玻璃體之自動化方法。

本發明之另一目標係提供一種可在低燒結溫度下製備石英玻璃體之方法。

本發明之另一目標係提供一種可製備具有低金屬雜質含量之石英玻璃體的方法。

本發明之另一目標係提供一種在不使系統與腐蝕性氣體接觸情況下，可由無碳二氧化矽源製備石英玻璃體的方法。

本發明之另一目標係提供一種製備石英玻璃體之方法，其中二氧化矽顆粒可在熔爐中在其不需要事先經受故意的壓實步驟之情況下例如藉由高於 1000°C 之溫度處理來加工。

詳言之，本發明之一目標係提供一種製備石英玻璃體之方法，其中 BET 為 20 m²/g 或大於 20 m²/g 之二氧化矽顆粒可引入至熔爐中、經熔融及加工以獲得石英玻璃體。

另一目標係進一步改良石英玻璃體之可加工性。

另一目標係進一步改良石英玻璃體之可組裝性。

[本發明之較佳實施例]

至少部分滿足至少一個前述目標之提案係由獨立技術方案作出。附屬技術方案提供有助於至少部分滿足至少一個目標之較佳實施例。

[1] 一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟：

i.) 提供熱解二氧化矽顆粒，其包含以下方法步驟：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末係由矽-氯化化合物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

ii.) 在烘箱中由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體；

iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體；

其中來自步驟 I 之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 高於來自步驟 III 之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

|2| 一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟：

i.) 提供熱解二氧化矽顆粒，其包含以下方法步驟：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末已由矽-氯化化合物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

ii.) 在烘箱中由該二氧化矽顆粒形成玻璃熔體；

iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分形成石英玻璃體；

其中來自步驟 I.之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 高於來自步驟 III 之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ ，

其中步驟 III.包含在 338°C 至 1300°C 範圍內之溫度下加熱造粒產物，保持在 5 分鐘至 8 小時範圍內之時間。

[3] 根據前述實施例中任一項之方法，其中該氨係氣態氨或溶解於水中之氨。

[4] 根據前述實施例中任一項之方法，其中該氨可獲自選自由以下組成之群的釋放氨之化合物：氟化銨、氯化銨、溴化銨、碘化銨、氫氧化銨、硫酸銨及碳酸銨。

[5] 根據前述實施例中任一項之方法，其中該接觸係在液體中進行。

[6] 根據前述實施例中任一項之方法，其中該至少兩個粒子相對於彼此進行運動。

[7] 根據前述實施例中任一項之方法，其中該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 與該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 的比率係在 500:1 至 10:1 範圍內。

[8] 根據前述實施例中任一項之方法，其中在與氨接觸之後，該二氧化矽粉末之 pH 值係在 7 至 14 範圍內。

[9] 根據前述實施例中任一項之方法，其中在與氨接觸之後，該二氧化矽粉末具有以下特徵中之至少一種：

- a. 在 10 至 $70\text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之 BET 表面積；
- b. 在 0.01 至 $0.3\text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內之容積密度；
- c. 小於 50 ppm 之碳含量；
- d. 小於 200 ppm 之氯含量；
- e. 小於 200 ppb 之鋁含量；

f. 小於 2.5 ppm 之不同於鋁的金屬之總含量；

g. 至少 70 重量%之該等粉末粒子具有在 10 至 100 nm 範圍內之初始粒度；

h. 在 0.001 g/cm^3 至 0.3 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

i. 小於 5 重量%之殘餘水分含量；

j. 在 1 至 $10 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

k. 在 6 至 $15 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

l. 在 5 至 $40 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之粒度分佈 D_{90} ；

其中該重量%、ppm 及 ppb 各自係以該二氧化矽粉末之總重量計。

[10] 根據前述實施例中任一項之方法，其中步驟 III. 包含在 338°C 至 1300°C 範圍內之溫度下使該造粒產物升溫，保持在 5 分鐘至 8 小時範圍內之時間段。

[11] 根據前述實施例中任一項之方法，其包含以下方法步驟：

iv.) 由該石英玻璃體製造具有至少一個開口之中空體。

[12] 一種二氧化矽顆粒，其可藉由包含以下方法步驟之方法獲得：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{\text{Cl}(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末係由矽-氯化物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{\text{Cl}(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

其中來自步驟 I 之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{\text{Cl}(1)}$ 高於來自步驟 III 之

該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

|13| 一種二氧化矽顆粒，其可藉由包含以下方法步驟之方法獲得：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末已由矽-氯化物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

其中來自步驟 I. 之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 高於來自步驟 III 之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ ，

其中步驟 III. 包含在 338°C 至 1300°C 範圍內之溫度下加熱造粒產物，保持在 5 分鐘至 8 小時範圍內之時間。

|14| 根據實施例|12|或|13|中任一項之二氧化矽顆粒，其中該氨係氣態氨或溶解於水中之氨。

|15| 根據實施例|12|至|14|中任一項之二氧化矽顆粒，其中該氨可獲自選自由以下組成之群的釋放氨之化合物：氟化銨、氯化銨、溴化銨、碘化銨、氫氧化銨、硫酸銨及碳酸銨。

|16| 根據實施例|12|至|15|中任一項之二氧化矽顆粒，其中該接觸係在液體中進行。

|17| 根據實施例|12|至|16|中任一項之二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒之氯含量小於 200 ppm。

|18| 根據實施例|12|至|17|中任一項之二氧化矽顆粒，其至少具有以下

特徵之一：

- A) 在 5 至 50 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；
- B) 在 50 至 500 μm 範圍內之平均粒度；
- C) 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內之容積密度；
- D) 小於 50 ppm 之碳含量；
- E) 小於 200 ppb 之鋁含量；
- F) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內之夯實密度；
- G) 在 0.1 至 2.5 mL/g 範圍內之孔隙體積；
- H) 在 23 至 26°範圍內之靜止角，
- I) 在 50 至 150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；
- J) 在 150 至 300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；
- K) 在 250 至 620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ，

其中 ppm 及 ppb 各自以該二氧化矽顆粒之總重量計。

[19] 一種可藉由如實施例[1]至[11]中任一項之方法獲得之石英玻璃體。

[20] 根據實施例[19]之石英玻璃體，其至少具有以下特徵之一：

- A] 小於 500 ppm 之 OH 含量；
- B] 小於 60 ppm 之氯含量；
- C] 小於 200 ppb 之鋁含量；
- D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 之 ODC 含量；
- E] 小於 1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] 在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$

或 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之 OH 含量 A]計，不大於 10%之 OH 含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之 Cl 含量 B]計，不大於 10%之 Cl 含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之 Al 含量 C]計，不大於 10%之 Al 含量標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於 1000 ppb 之鎢含量；

M] 小於 1000 ppb 之鉬含量，

其中該 ppb 及 ppm 各自係以該石英玻璃體之總重量計。

|21| 一種用於製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由根據實施例|11|之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 根據實施例|19|或|20|中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至該中空體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸來自步驟 B/之該前驅體以獲得具有一或若干個芯及一夾套 M1 之光導。

|22| 一種用於製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由根據實施例|11|之方法獲得的中空體；或

(i-2) 根據實施例|19|或|20|中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

|23| 一種用於製備成型體之方法，其包含以下步驟：

(1) 提供根據實施例|19|或|20|中任一項之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得成型體。

|24| 一種由矽-氯化化合物製備之二氧化矽粉末之用途，其用於提高石英玻璃體之純度。

|25| 一種由矽-氯化化合物製備之二氧化矽粉末之用途，其用於製備選自由光導、施照體及成型體組成之群的含有石英玻璃之產品。

總則

在本說明書中，所揭示之範圍亦包括邊界值。關於參數 A 之形式「在 X 至 Y 範圍內」之揭示內容因此意謂，A 可取值 X、Y 及 X 與 Y 中間的值。關於參數 A 在一側以形式「至多 Y」為邊界之範圍相應地意謂值 Y 及小於 Y 之值。

【發明詳細說明】

本發明之第一態樣為一種製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟：

i.) 提供二氧化矽顆粒，其中該提供包含以下步驟：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末含有至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末係由矽

-氯化化合物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

ii.) 在烘箱中由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體；以及

iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體；

其中來自步驟 I 之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 大於來自步驟 III 之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

步驟 i.)

根據本發明，提供二氧化矽顆粒包含以下方法步驟：

I. 製造具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ 之二氧化矽粉末；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末造粒以獲得二氧化矽顆粒。

根據本發明，在步驟 I. 中，製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{C(1)}$ 。根據本發明，在步驟 III 中，製造二氧化矽顆粒，以該二氧化矽顆粒之總重量計，該二氧化矽顆粒具有氯含量 $w_{C(2)}$ 。

粉末意謂初始粒度在 1 至小於 100 nm 範圍內之乾燥固體材料粒子。

二氧化矽顆粒可藉由對二氧化矽粉末造粒而獲得。二氧化矽顆粒通常具有 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 或大於 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 之 BET 表面積及小於 $1.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之密度。造粒意謂使粉末粒子轉變為細粒。在造粒期間，形成稱為「二氧化矽細粒」的多個二氧化矽粉末粒子之簇(亦即，較大聚結物)。其通常亦稱為「二氧化矽顆粒粒子」或「顆粒粒子」。總體而言，細粒形成顆粒，例如二氧化矽細

粒形成「二氧化矽顆粒」。二氧化矽顆粒之粒徑大於二氧化矽粉末。

使粉末轉變為顆粒之造粒程序稍後將更詳細地描述。

本文中之二氧化矽晶粒意謂可藉由使二氧化矽體、尤其石英玻璃體之尺寸減小而獲得之二氧化矽粒子。二氧化矽晶粒通常具有大於 1.2 g/cm^3 、例如在 1.2 至 2.2 g/cm^3 範圍內且尤佳為約 2.2 g/cm^3 之密度。此外，根據 DIN ISO 9277:2014-01 所測定，二氧化矽晶粒之 BET 表面積較佳通常小於 $1 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

原則上，熟練人員認為適合之所有二氧化矽粒子均可選。較佳為二氧化矽顆粒及二氧化矽晶粒。

粒徑或粒度意謂根據式 $x_{Ai} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}}$ 以「面積等圓直徑 x_{Ai} 」給出的粒子直徑，其中 A_i 表示藉助於圖像分析所觀察之粒子的表面積。適合量測方法係例如 ISO 13322-1:2014 或 ISO 13322-2:2009。比較揭示內容，諸如「較大粒徑」始終意謂，所比較之值係用相同方法量測。

根據本發明，在步驟 I 中，製造二氧化矽粉末。二氧化矽粉末可為具有至少兩個粒子且由矽-氯化物製造之任何二氧化矽粉末。可使用熟練人員認為此項技術中盛行且適合之任何方法作為製備方法。矽-氯化物意謂由元素矽與氯構成之無機化合物，且視情況含氫及氧。較佳之矽-氯化物係四氯化矽及三氯矽烷。

根據本發明之一較佳實施例，二氧化矽粉末在石英玻璃製備中、尤其在所謂「煙灰體」製備中以副產物形式產生。來自該種來源之二氧化矽通常亦稱為「煙灰粉塵」。

較佳之二氧化矽粉末來源係獲自煙灰體藉由應用火焰水解爐頭之合成製備的二氧化矽粒子。在煙灰體製備中，具有汽缸夾套表面之旋轉運載

管沿著一列爐頭往返移動。可向火焰水解爐頭饋入氧氣及氫氣作為爐氣以及用於製造二氧化矽初始粒子之原材料，例如四氯化矽。二氧化矽初始粒子較佳具有至多 100 nm 之初始粒度。由火焰水解產生之二氧化矽初始粒子凝集或聚結以形成粒度為約 9 μm (DIN ISO 13320:2009-1)之二氧化矽粒子。在二氧化矽粒子中，二氧化矽初始粒子可利用掃描電子顯微術藉由其形式來鑑別且可量測初始粒度。一部分二氧化矽粒子沈積於運載管之圍繞其縱軸旋轉的汽缸夾套表面上。以此方式，逐層累積煙灰體。另一部分二氧化矽粒子不沈積於運載管之汽缸夾套表面上，實際上其以粉塵形式積聚於例如過濾器系統中。此另一部分二氧化矽粒子構成通常亦稱為「煙灰粉塵」之二氧化矽粉末。一般而言，在煙灰體製備之情形下，以二氧化矽粒子之總重量計，沈積於運載管上的該部分之二氧化矽粒子大於以煙灰粉塵形式積聚的該部分之二氧化矽粒子。

目前，煙灰粉塵通常作為廢棄物以繁重且代價高的方式處置，或無附加價值地用作例如道路建築中之填料材料、用作染料工業中之添加劑、用作瓷磚工業之原材料及用於製備用於建築地基復原之六氟矽酸。在本發明之情況下，其為適合原材料且可經加工以獲得高品質產品。

由火焰水解製備之二氧化矽通常稱為熱解二氧化矽。熱解二氧化矽通常可以非晶二氧化矽初始粒子或二氧化矽粒子形式獲得。

根據一較佳實施例，二氧化矽粉末可藉由自氣體混合物火焰水解而製備。在此情況下，二氧化矽粒子亦在火焰水解中產生且在聚結物或凝集物形成之前取走。此處，先前稱為煙灰粉塵之二氧化矽粉末係主要產物。

為了藉由火焰水解自四氯化矽製造二氧化矽，各種參數係重要的。適合氣體混合物之較佳組合物在火焰水解中包含 25 至 40 體積%範圍內之氧

氣含量。氫氣含量可在 45 至 60 體積%範圍內。四氯化矽之含量較佳為 5 至 30 體積%，所有前述體積%均以氣流之總體積計。更佳為氧氣、氫氣及 SiCl_4 的上文所提及體積比例之組合。火焰水解中之火焰較佳具有在 1500 至 2900°C 範圍內，例如在 1600 至 2600°C 範圍內，尤佳在 1700 至 2300°C 範圍內之溫度。較佳地，火焰水解中產生之二氧化矽初始粒子在聚結物或凝集物形成之前以二氧化矽粉末形式取走。

較佳地，在步驟 I.中製造出二氧化矽粉末之後且因此在其於步驟 II.中與水蒸氣接觸之前，其具有以下特徵中之至少一種，例如兩種、三種、四種、五種或六種之組合，尤佳全部特徵：

a. 小於 500 ppm，例如小於 300 ppm 或小於 200 ppm，尤佳在 1 ppb 至 100 ppm 範圍內之氯含量；

b. 小於 200 ppb，例如在 1 至 100 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 80 ppb 範圍內之鋁含量；

c. 小於 5 重量%，例如在 0.25 至 3 重量%範圍內，尤佳在 0.5 至 2 重量%範圍內之殘餘水分含量；

d. 在 10 至 70 m^2/g 、例如 15 至 60 m^2/g 、尤佳 20 至 60 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；

e. 小於 0.3 g/cm^3 ，較佳在 0.01 至 0.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.05 至 0.2 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.05 至 0.15 g/cm^3 範圍內之容積密度；

f. 小於 50 ppm，例如小於 40 ppm 或小於 30 ppm，尤佳在 1 ppb 至 20 ppm 範圍內之碳含量；

g. 小於 2500 ppb，例如在 1 至 2300 ppb 或 10 至 2200 ppb 或 100 至 2200 ppb 範圍內，或尤佳 1000 至 2200 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之

總含量；

h. 以粉末粒子之總數目計，至少 70 重量%之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至小於 100 nm 範圍內，例如在 15 至小於 100 nm 範圍內，尤佳在 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度；

i. 在小於 1.6 g/cm³ 範圍內，較佳在 0.001 至 0.5 g/cm³ 範圍內，例如在 0.01 至 0.3 g/cm³ 範圍內，尤佳在 0.02 至 0.2 g/cm³ 範圍內之夯實密度；

j. 在 1 至 10 μm 範圍內，例如在 2 至 8 μm 範圍內或在 3 至 7 μm 範圍內，尤佳在 4 至 6 μm 範圍內之粒度分佈 D₁₀；

k. 在 6 至 15 μm 範圍內，例如在 7 至 13 μm 範圍內或在 8 至 11 μm 範圍內，尤佳在 8.5 至 10.5 μm 範圍內之平均粒度 D₅₀；

l. 在 5 至 40 μm 範圍內，例如在 10 至 30 μm 範圍內，尤佳在 12 至 20 μm 範圍內之粒度分佈 D₉₀；

其中該重量%、ppm 或 ppb 各自係以該二氧化矽粉末之總重量計。

步驟 II.

根據本發明，在步驟 II 中，使二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末。

氨意謂氣態氨、溶解於液體中之氨及釋放氨之化合物。釋放氨之化合物意謂在處理條件下，較佳在超過 300°C 之溫度下釋放氨之化合物。較佳之釋放氨之化合物係鹵化銨，諸如氟化銨、氯化銨、溴化銨及碘化銨；碳酸銨；硫酸銨；氫氧化銨。

較佳地，所用氨係呈氣態氨或溶解於水中之氨、鹵化銨或氫氧化銨形式，尤佳呈溶解於水中之氨之形式。

較佳地，例如在使二氧化矽粉末於液體中形成漿液之前、期間或之後，使二氧化矽粉末與氨在液體中接觸。

較佳地，在形成漿液之前，可藉由製備鹼於液體中之溶液，將二氧化矽粉末添加至該溶液中並使該二氧化矽粉末於該溶液中形成漿液來使其接觸。較佳地，當在形成漿液之前，使其接觸時，使用氨於水中之溶液。

較佳地，在二氧化矽粉末於液體中形成漿液之同時，可使其接觸。較佳地，在形成漿液之同時，將溶解於水中之氨添加至該液體中。

較佳地，在二氧化矽粉末於液體中形成漿液之後，可使其接觸。較佳地，將溶解於水中之氨或釋放氨之化合物添加至該漿液中，例如釋放銨之化合物之水溶液。

較佳地，使其在小於 300°C 之溫度下，例如在 20 至 200°C 或 30 至 150°C 或 40 至 100°C 或 50 至 80°C 範圍內之溫度下，尤佳在小於 100°C 之溫度下接觸。

較佳地，在與氨接觸之後，4 重量%之經處理二氧化矽粉末之水溶液的 pH 值在 7 至 14 範圍內，例如為 7.5 至 12 ，尤佳為 8 至 11 。

較佳地，該經處理之二氧化矽粉末具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

a. 在 10 至 $70\text{ m}^2/\text{g}$ 、例如 15 至 $60\text{ m}^2/\text{g}$ 、尤佳 20 至 $60\text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之 BET 表面積；

b. 小於 $0.3\text{ g}/\text{cm}^3$ ，較佳在 0.01 至 $0.2\text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內，例如在 0.05 至 $0.2\text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 0.05 至 $0.15\text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內之容積密度；

c. 小於 50 ppm ，較佳小於 10 ppm ，或小於 5 ppm ，例如在 0.1 至 30 ppm 範圍內，例如在 0.1 至 20 ppm 範圍內，尤佳在 0.1 至 5 ppm 範圍

內之碳含量；

d. 小於 500 ppm，例如在 1 至 400 ppm 或 10 至 400 ppm，尤佳 30 至 300 ppm 範圍內之氮含量；

e. 小於 200 ppb，例如在 1 至 150 ppb 範圍內，尤佳在 10 至 100 ppb 範圍內之鋁含量；

f. 小於 2500 ppb，例如在 1 至 2300 ppb 或 10 至 2200 ppb 或 100 至 2200 ppb 或尤佳 1000 至 2200 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之總含量；

g. 以粉末粒子之總數目計，至少 70 重量%之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至小於 100 nm 範圍內，例如在 15 至小於 100 nm 範圍內，尤佳在 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度；

h. 在小於 1.6 g/cm^3 範圍內，較佳在 0.001 至 0.5 g/cm^3 範圍內，例如在 0.01 至 0.3 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.02 至 0.2 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

i. 小於 5 重量%，較佳在 0.1 至 3 重量%範圍內，例如在 0.3 至 2 重量%範圍內，尤佳在 0.5 至 1 重量%範圍內之殘餘水分含量；

j. 在 1 至 $10 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，例如在 2 至 $8 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內或在 3 至 $7 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，尤佳在 4 至 $6 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

k. 在 6 至 $15 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，例如在 7 至 $13 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內或在 8 至 $11 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，尤佳在 8.5 至 $10.5 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之平均粒度 D_{50} ；

l. 在 5 至 $40 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，例如在 10 至 $30 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內，尤佳在 12 至 $20 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之粒度分佈 D_{90} ；

其中該重量%、ppm 及 ppb 在每種情況下均以該經處理之二氧化矽粉末的總重量計。

該經處理之二氧化矽粉末含有二氧化矽。較佳地，經處理之二氧化矽粉末含有大於 95 重量%、例如大於 98 重量%或大於 99 重量%或大於 99.9 重量%之比例之二氧化矽，在每種情況下均以經處理之二氧化矽粉末之總重量計。尤佳地，經處理之二氧化矽粉末以該經處理之二氧化矽粉末之總重量計含有大於 99.99 重量%之比例之二氧化矽。

較佳地，經處理之二氧化矽粉末具有小於 5 ppm，例如小於 2.5 ppm 或小於 2 ppm，尤佳小於 1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量，在每種情況下均以經處理之二氧化矽粉末之總重量計。然而，通常，經處理之二氧化矽粉末具有至少 1 ppb 之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬係例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、鎳、銅、鋁、鎢、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、作為分子或離子或錯合物之一部分存在。較佳地，該經處理之二氧化矽粉末具有在 1 至 2300 ppb 範圍內，例如在 10 至 2200 ppb 或 100 至 2200 ppb 或尤佳 1000 至 2200 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之總含量

較佳地，經處理之二氧化矽粉末具有小於 30 ppm、例如小於 20 ppm、尤佳小於 15 ppm 之其他成分之總含量，該 ppm 在每種情況下均以經處理之二氧化矽粉末之總重量計。然而，通常，經處理之二氧化矽粉末具有至少 1 ppb 之其他成分之含量。其他成分意謂經處理之二氧化矽粉末中不屬於以下群組之所有成分：二氧化矽、氯、鋁、OH-基。

在本文中，當成分為化學元素時，提及成分意謂，其可以元素形式或以離子形式或以化合物或鹽形式存在。舉例而言，術語「鋁」除了金屬鋁之外亦包括鋁鹽、鋁氧化物及鋁金屬錯合物。舉例而言，術語「氯」除了元素氯之外包括氯化物(諸如氯化鈉及氯化氫)。通常，其他成分以與容納其之材料相同的凝集態存在。

在本文中，在成分為化合物或官能基之情況下，提及成分意謂，成分可以所揭示之形式、以帶電化合物形式或以化合物之衍生物形式存在。舉例而言，提及化學材料乙醇除了乙醇之外亦包括乙醇化物(例如乙醇鈉)。提及「OH-基」亦包括矽烷醇、水及金屬氫氧化物。舉例而言，在乙酸之情形下提及衍生物亦包括乙酸酯及乙酸酐。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 70% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。初始粒度係根據 ISO 13320:2009-10，藉由動態光散射法量測。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 75% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 80% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 85% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 90% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。

較佳地，以粉末粒子之數目計，經處理之二氧化矽粉末之至少 95% 之粉末粒子具有小於 100 nm，例如在 10 至 100 nm 或 15 至 100 nm 範圍內

且尤佳在 20 至 100 nm 範圍內之初始粒度。

較佳地，經處理之二氧化矽粉末具有在 1 至 7 μm 範圍內，例如在 2 至 6 μm 範圍內或 3 至 5 μm 範圍內，尤佳在 3.5 至 4.5 μm 範圍內之粒度 D_{10} 。較佳地，經處理之二氧化矽粉末具有在 6 至 15 μm 範圍內，例如在 7 至 13 μm 範圍內或 8 至 11 μm 範圍內，尤佳在 8.5 至 10.5 μm 範圍內之粒度 D_{50} 。較佳地，在二氧化矽粉末具有在 10 至 40 μm 範圍內，例如在 15 至 35 μm 範圍內，尤佳在 20 至 30 μm 範圍內之粒度 D_{90} 。

較佳地，在二氧化矽粉末具有在 10 至 70 m^2/g 、例如 20 至 60 m^2/g 或 30 至 50 m^2/g 、尤佳 20 至 40 m^2/g 範圍內之比表面積(BET 表面積)。BET 表面積係根據布厄特(Brunauer, Emmet and Teller, BET)方法，藉助於 DIN 66132，基於待量測表面處之氣體吸收測定。

較佳地，布厄特二氧化矽粉末具有小於 7，例如在 3 至 6.5 或 3.5 至 6 或 4 至 5.5 範圍內，尤佳在 4.5 至 5 範圍內之 pH 值。pH 值可藉助於單桿量測電極(4 重量%經處理之二氧化矽粉末於水中)測定。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合 a./b./c.或 a./b./f.或 a./b./g.，更佳具有特徵組合 a./b./c./f.或 a./b./c./g.或 a./b./f./g.，更佳具有特徵組合 a./b./c./f./g.。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合 a./b./c.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，且碳含量小於 40 ppm。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合 a./b./f.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，且不同於鋁的金屬之總含量在 1 ppb 至 1 ppm 範圍內。

二氧化矽粉末較佳具有特徵組合 a./b./g.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，且至少 70 重量%之粉末粒子具有 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合 a./b./c./f.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，碳含量小於 40 ppm，且不同於鋁的金屬之總含量在 1 ppb 至 1 ppm 範圍內。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合 a./b./c./g.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，碳含量小於 40 ppm，且至少 70 重量%之粉末粒子具有 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末更佳具有特徵組合 a./b./f./g.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，不同於鋁的金屬之總含量在 1 ppb 至 1 ppm 範圍內，且至少 70 重量%之粉末粒子具有 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度。

二氧化矽粉末尤佳具有特徵組合 a./b./c./f./g.，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，容積密度在 0.05 至 0.3 g/mL 範圍內，碳含量小於 40 ppm，不同於鋁的金屬之總含量在 1 ppb 至 1 ppm 範圍內，且至少 70 重量%之粉末粒子具有 20 至小於 100 nm 範圍內之初始粒度。

步驟 III.

根據本發明，對經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得二氧化矽顆粒。

較佳地，二氧化矽顆粒之粒徑大於經處理之二氧化矽粉末。原則上，適合方法係熟練人員已知可引起粒徑增加之任何方法。

較佳地，二氧化矽顆粒之粒徑在經處理之二氧化矽粉末之粒徑的 500 至 50,000 倍大、例如 1,000 至 10,000 倍大、尤佳 2,000 至 8,000 倍大之範圍內。

較佳地，步驟 i.) 中提供之至少 90%、例如至少 95 重量%或至少 98 wt %、尤佳至少 99 wt %或大於 99 wt %之二氧化矽顆粒係由熱解製造的二氧化矽粉末構成，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。

根據本發明，以二氧化矽顆粒之總重量計，二氧化矽顆粒具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

根據本發明，來自步驟 I 之二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 大於來自步驟 III 之二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。較佳地，二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 與二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 的比率係在 500:1 至 10:1 範圍內，例如在 400:1 至 20:1 或 300:1 至 50:1 範圍內，尤佳在 100:1 至 250:1 範圍內。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，所用二氧化矽顆粒具有以下特徵：

- A) 在 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之 BET 表面積；
- B) 在 50 至 $500 \text{ }\mu\text{m}$ 範圍內之平均粒度。
- C) 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.6 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.7 至 1.0 g/cm^3 範圍內之容積密度；
- D) 小於 50 ppm 之碳含量；
- E) 小於 200 ppb 之鋁含量；
- F) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內之夯實密度；
- G) 在 0.1 至 2.5 mL/g 範圍內，例如在 0.15 至 1.5 mL/g 範圍內，尤佳在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內之孔隙體積；

- H) 在 23 至 26°範圍內之靜止角；
- I) 在 50 至 150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；
- J) 在 150 至 300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；
- K) 在 250 至 620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ，

其中 ppm 及 ppb 各自係以該二氧化矽顆粒之總重量計。

較佳地，二氧化矽顆粒之細粒具有球形形態。球形形態意謂粒子之圓形或卵形形式。二氧化矽顆粒之細粒較佳具有在 0.7 至 1.3 SPHT3 範圍內之平均球度，例如在 0.8 至 1.2 SPHT3 範圍內之平均球度，尤佳在 0.85 至 1.1 SPHT3 範圍內之平均球度。特徵 SPHT3 描述於測試方法中。

此外，二氧化矽顆粒之細粒較佳具有在 0.7 至 1.3 Symm^3 範圍內之平均對稱性，例如在 0.8 至 1.2 Symm^3 範圍內之平均對稱性，尤佳在 0.85 至 1.1 Symm^3 範圍內之平均對稱性。特徵平均對稱性 Symm^3 描述於測試方法中。

較佳地，二氧化矽顆粒具有小於 1000 ppb、例如小於 500 ppb、尤佳小於 100 ppb 之不同於鋁的金屬之金屬含量，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。然而，通常，二氧化矽顆粒具有至少 1 ppb 之不同於鋁的金屬之含量。通常，二氧化矽顆粒具有小於 1 ppm、較佳在 40 至 900 ppb 範圍內、例如在 50 至 700 ppb 範圍內、尤佳在 60 至 500 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、銅、鋁、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

二氧化矽顆粒可包含例如呈分子、離子或元素形式之其他成分。較佳地，二氧化矽顆粒包含少於 500 ppm、例如少於 300 ppm、尤佳少於 100 ppm

之其他成分，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。通常，包含至少 1 ppb 之其他成分。詳言之，其他成分可選自由以下組成之群：碳、氟化物、碘化物、溴化物、磷或其中至少兩種之混合物。

較佳地，二氧化矽顆粒包含少於 10 ppm、例如少於 8 ppm 或少於 5 ppm、尤佳少於 4 ppm 之碳，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。通常，二氧化矽顆粒中包含至少 1 ppb 之碳。

較佳地，二氧化矽顆粒包含少於 100 ppm、例如少於 80 ppm、尤佳少於 70 ppm 之其他成分，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。然而，通常，二氧化矽顆粒中包含至少 1 ppb 之其他成分。

較佳地，步驟 III. 包含以下步驟：

III.1. 提供液體；

III.2. 將該二氧化矽粉末與該液體混合以獲得漿液；

III.3. 對該漿液進行造粒。

在本發明之情形下，液體意謂在 1013 hPa 之壓力及 20°C 之溫度下為液體之材料或材料混合物。

在本發明之情形下，「漿液」意謂至少兩種材料之混合物，其中混合物在盛行條件下視為包含至少一種液體及至少一種固體。

適合液體係熟練人員已知且認為適用於本申請案之所有材料及材料混合物。較佳地，液體係選自由有機液體及水組成之群。較佳地，二氧化矽粉末於液體中之溶解度小於 0.5 g/L、較佳小於 0.25 g/L、尤佳小於 0.1 g/L，該 g/L 各自以 g 二氧化矽粉末/l 液體形式給出。

較佳之適合液體係極性溶劑。其可為有機液體或水。較佳地，液體係選自由以下組成之群：水、甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、第三

丁醇及其中超過一種之混合物。尤佳地，液體係水。尤佳地，液體包含蒸餾水或去離子水。

較佳地，二氧化矽粉末經加工以獲得漿液。二氧化矽粉末在室溫下幾乎不可溶於液體中，但可以高重量比例引入至液體中以獲得漿液。

二氧化矽粉末及液體可以任何方式混合。舉例而言，二氧化矽粉末可添加至液體中，或液體可添加至二氧化矽粉末中。混合物可在添加期間或在添加之後進行攪動。尤佳地，混合物係在添加期間及之後進行攪動。攪動之實例係震盪及攪拌或兩者之組合。較佳地，二氧化矽粉末可在攪拌下添加至液體中。此外，較佳地，一部分二氧化矽粉末可添加至液體中，其中由此獲得之混合物經攪動，且混合物隨後與剩餘部分之二氧化矽粉末混合。同樣，一部分液體可添加至二氧化矽粉末中，其中由此獲得之混合物經攪動，且混合物隨後與剩餘部分之液體混合。

藉由混合二氧化矽粉末與液體，獲得漿液。較佳地，漿液係二氧化矽粉末均勻地分佈於液體中之懸浮液。「均勻」意謂，漿液在每一位置處之密度及組成與平均密度及平均組成偏差不大於 10%，在每種情況下均以漿液之總量計。二氧化矽粉末於液體中之均勻分佈可藉由如上文所提及之攪動而製備或獲得或製備且獲得。

較佳地，漿液具有在 1000 至 2000 g/L 範圍內、例如在 1200 至 1900 g/L 或 1300 至 1800 g/L 範圍內、尤佳在 1400 至 1700 g/L 範圍內之每公升的重量。每公升的重量係藉由稱重體積校準之容器來量測。

根據一較佳實施例，以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤佳至少五種適用於漿液：

a.) 漿液與塑膠表面接觸地輸送；

- b.) 漿液係剪切的；
- c.) 漿液具有高於 0°C、較佳在 5 至 35°C 範圍內之溫度；
- d.) 漿液在 7 之 pH 值下具有在 0 至 -100 mA、例如 -20 至 -60 mA、尤佳 -30 至 -45 mA 範圍內之 ζ 電位；
- e.) 漿液具有在 7 或大於 7 範圍內，例如大於 7 之 pH 值，或在 7.5 至 13 或 8 至 11、尤佳 8.5 至 10 範圍內之 pH 值；
- f.) 漿液具有小於 7，例如在 1 至 5 範圍內或在 2 至 4 範圍內，尤佳在 3 至 3.5 範圍內之等電點；
- g.) 漿液具有至少 40 重量%，例如在 50 至 80 重量%範圍內或在 55 至 75 重量%範圍內，尤佳在 60 至 70 重量%範圍內之固體含量，在每種情況下均以漿液之總重量計；
- h.) 漿液具有在 500 至 2000 mPas 範圍內，例如在 600 至 1700 mPas 範圍內，尤佳在 1000 至 1600 mPas 範圍內之根據 DIN 53019-1 (5 rpm，30 重量%)之黏度；
- i.) 漿液具有在 3 至 6 範圍內、例如在 3.5 至 5 範圍內、尤佳在 4.0 至 4.5 範圍內之根據 DIN SPEC 91143-2 (30 重量%於水中，23°C，5 rpm/50 rpm)之搖變性；
- j.) 漿液中之二氧化矽粒子在 4 重量%漿液中具有在 100 至 500 nm 範圍內，例如在 200 至 300 nm 範圍內之根據 DIN ISO 13320-1 之懸浮液中平均粒度。

較佳地，4 重量%水性漿液中之二氧化矽粒子具有在 50 至 250 nm 範圍內，尤佳在 100 至 150 nm 範圍內之粒度 D_{10} 。較佳地，4 重量%水性漿液二氧化矽粒子具有在 100 至 400 nm 範圍內，尤佳在 200 至 250 nm 範圍

內之粒度 D_{50} 。較佳地，4 重量%水性漿液中之二氧化矽粒子具有在 200 至 600 nm 範圍內，尤佳在 350 至 400 nm 範圍內之粒度 D_{90} 。粒度係根據 DIN ISO 13320-1 量測。

「等電點」意謂 ζ 電位之值為 0 時之 pH 值。 ζ 電位係根據 ISO 13099-2:2012 量測。

較佳地，漿液之 pH 值設定為以上所給範圍內之值。較佳地，pH 值可藉由添加例如呈水溶液形式的諸如 NaOH 或 NH_3 之材料至漿液中來設定。在此製程期間，漿液通常經攪動。

造粒

二氧化矽顆粒藉由造粒而自二氧化矽粉末獲得。造粒意謂使粉末粒子轉變為細粒。在造粒期間，稱為「二氧化矽細粒」之較大聚結物藉由使多個二氧化矽粉末粒子聚結而形成。其通常亦稱為「二氧化矽粒子」、「二氧化矽顆粒粒子」或「顆粒粒子」。總體而言，細粒構成顆粒，例如二氧化矽細粒構成「二氧化矽顆粒」。

在本發明之情況下，熟練人員已知且認為適用於對二氧化矽粉末造粒之任何造粒方法原則上均可選。造粒方法可歸類為聚結造粒方法或加壓造粒方法，且進一步歸類為濕式及乾式造粒方法。已知方法為造粒板中滾軋造粒、噴霧造粒、離心粉碎、流體化床造粒、利用造粒磨機之造粒方法、壓實、滾軋加壓、製團、結疤或擠壓。

較佳地，二氧化矽顆粒在加工中成型，具有呈球形形態之細粒；其中該方法更佳藉由噴霧造粒或滾軋造粒執行。更佳地，具備具有球形形態之細粒的二氧化矽顆粒構成至多 50% 之細粒、較佳至多 40% 之細粒、更佳至多 20% 之細粒，更佳地，在 0 與 50% 之間、在 0 與 40% 之間或在 0 與 20%

之間或在 10 與 50%之間、在 10 與 40%之間或在 10 與 20%之間的細粒不具有球形形態，百分比在每種情況下均以顆粒中細粒之總數目計。具有球形形態之細粒具有本說明書中所描述之 SPHT3 值。

噴霧乾燥

根據本發明，二氧化矽顆粒藉由對漿液噴霧造粒而獲得。噴霧造粒亦稱為噴霧乾燥。

噴霧乾燥較佳於噴霧塔中實現。在噴霧乾燥中，漿液較佳安置在壓力下在升高之溫度下。加壓漿液隨後經由噴嘴減壓且因此噴霧至噴霧塔中。隨後，液滴形成，其立即乾燥且首先形成乾微小粒子(「核心」)。微小粒子與施加至粒子之氣流一起形成流體化床。以此方式，其以浮動狀態維持且可由此形成用於乾燥其他液滴之表面。

漿液噴霧至噴霧塔中所經之噴嘴較佳形成至噴霧塔內部之入口。

噴嘴較佳在噴霧期間具有與漿液之接觸表面。「接觸表面」意謂在噴霧期間噴嘴與漿液接觸之區域。通常，至少一部分噴嘴形成為在噴霧期間引導漿液通過之管，以使得中空管之內側與漿液接觸。

接觸表面較佳包含玻璃、塑膠或其組合。較佳地，接觸表面包含玻璃，尤佳包含石英玻璃。較佳地，接觸表面包含塑膠。原則上，熟練人員已知在方法溫度下穩定且不會使任何外來原子傳至漿液之所有塑膠均為適合的。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其中兩種或多於兩種之組合的均聚物或共聚物。較佳地，接觸表面由玻璃、塑膠或其組合製成，例如選自由石英玻璃及聚烯烴組成之群，尤佳選自由石英玻璃及包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其中兩種或多於兩種之組合的均聚物或共聚物組成之群。較佳

地，接觸表面不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈮、鋁及錳。

原則上，噴嘴之接觸表面及其他部件可由相同或不同材料製成。較佳地，噴嘴之其他部件包含與接觸表面相同之材料。噴嘴之其他部件同樣可包含與接觸表面不同之材料。舉例而言，接觸表面可塗佈有適合材料，例如玻璃或塑膠。

較佳地，以噴嘴之總重量計，噴嘴有大於 70 重量%，例如大於 75 重量%或大於 80 重量%或大於 85 重量%或大於 90 重量%或大於 95 重量%，尤佳大於 99 重量%由選自由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合組成之群的物料製成。

較佳地，噴嘴包含噴嘴板。噴嘴板較佳由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合製成。較佳地，噴嘴板由玻璃、尤佳石英玻璃製成。較佳地，噴嘴板由塑膠製成。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其中兩種或多於兩種之組合的均聚物或共聚物。較佳地，噴嘴板不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈮、鋁及錳。

較佳地，噴嘴包含螺桿絞扭器。螺桿絞扭器較佳由玻璃、塑膠或玻璃與塑膠之組合製成。較佳地，螺桿絞扭器由玻璃、尤佳石英玻璃製成。較佳地，螺桿絞扭器由塑膠製成。較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其中兩種或多於兩種之組合的均聚物或共聚物。較佳地，螺桿絞扭器不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈮、鋁及錳。

此外，噴嘴可包含其他構成部件。較佳之其他構成部件為噴嘴體(尤

佳為包圍螺桿絞扭器及噴嘴板之噴嘴體)、十字件及隔板。較佳地，噴嘴包含一或多種、尤佳所有的其他構成部件。其他構成部件可彼此獨立地由原則上熟練人員已知且適用於此目的之任何材料製成，例如由包含金屬之材料、玻璃或塑膠製成。較佳地，噴嘴體由玻璃、尤佳石英玻璃製成。較佳地，其他構成部件由塑膠製成。

較佳之塑膠為聚烯烴，例如包含至少一種烯烴之均聚物或共聚物，尤佳為包含聚丙烯、聚乙烯、聚丁二烯或其中兩種或多於兩種之組合的均聚物或共聚物。較佳地，其他成分不包含金屬，尤其不包含鎢、鈦、鉭、鉻、鈷、鎳、鐵、鈇、鋳及錳。

較佳地，噴霧塔包含氣體入口及氣體出口。氣體可經由氣體入口引入至噴霧塔之內部，且其可經由氣體出口排出。亦有可能將氣體經由噴嘴引入至噴霧塔中。同樣，氣體可經由噴霧塔之出口排出。此外，氣體較佳可經由噴嘴及噴霧塔之氣體入口引入，且經由噴霧塔之出口及噴霧塔之氣體出口排出。

較佳地，在噴霧塔之內部存在選自以下之氛圍：空氣、惰性氣體、至少兩種惰性氣體或空氣與至少一種惰性氣體之組合，較佳為空氣與至少兩種惰性氣體之組合。惰性氣體較佳係選自由以下組成之清單：氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氫氣及氙氣。舉例而言，在噴霧塔之內部存在空氣、氮氣或氬氣，尤佳空氣。

更佳地，噴霧塔中存在之氛圍為部分氣流。氣流較佳經由氣體入口引入至噴霧塔中且經由氣體出口排出。亦有可能經由噴嘴引入部分氣流且經由固體出口排出部分氣流。氣流可接納噴霧塔中之其他成分。此等其他成分可來自噴霧乾燥期間之漿液且轉移至氣流。

較佳地，將乾氣流饋入至噴霧塔中。乾氣流意謂在噴霧塔中設定的低於冷凝點之溫度下具有一定相對濕度之氣體或氣體混合物。100%之相對空氣濕度對應於在 20°C 下 17.5 g/m³ 之水含量。氣體較佳經預溫熱至在 150 至 300°C、例如 200 至 300°C、尤佳 250 至 300°C 範圍內之溫度。

噴霧塔之內部較佳為溫度可控的。較佳地，噴霧塔之內部溫度具有至多 300°C、尤佳 250 至 350°C 之值。

氣流較佳在氣體入口處具有在 150 至 300°C、例如 200 至 300°C、尤佳 250 至 300°C 範圍內之溫度。

在固體出口處、在氣體出口處或在兩種位置處排出之氣流較佳具有小於 170°C，例如 50 至 150°C，尤佳 100 至 130°C 之溫度。

此外，引入時氣流與排出時氣流之間的溫度差較佳在 100 至 330°C、例如 150 至 300°C 範圍內。

由此獲得之二氧化矽細粒以二氧化矽粉末之個別粒子之聚結物形式存在。二氧化矽粉末之個別粒子於聚結物中仍可辨識。二氧化矽粉末之粒子之平均粒度較佳在 10 至 1000 nm 範圍內，例如在 20 至 500 nm 或 30 至 250 nm 或 35 至 200 nm 或 40 至 150 nm 範圍內，或尤佳在 50 至 100 nm 範圍內。此等粒子之平均粒度係根據 DIN ISO 13320-1 量測。

噴霧乾燥可在助劑存在下執行。原則上，熟練人員已知且認為適用於本申請案之所有材料均可用作助劑。作為輔助材料，可考慮例如所謂的黏合劑。適合黏合材料之實例為金屬氧化物，諸如氧化鈣；金屬碳酸鹽，諸如碳酸鈣；及多醣，諸如纖維素、纖維素醚、澱粉及澱粉衍生物。

尤佳地，噴霧乾燥在本發明之情形下係在無助劑之情況下執行。

較佳地，在自噴霧塔移出二氧化矽顆粒之前、之後或之前及之後，分

離出其一部分。為了分離出，熟練人員已知且認為適合之所有方法均可考慮在內。較佳地，分離出係藉由篩檢或篩分來實現。

較佳地，在自噴霧塔移出已藉由噴霧乾燥形成之二氧化矽顆粒之前，藉由篩檢而分離出具有小於 $50\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度，例如具有小於 $70\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度，尤佳具有小於 $90\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度的粒子。篩檢較佳使用漩渦配置實現，該漩渦配置較佳配置於噴霧塔之下部區域中，尤佳配置於噴霧塔之出口上方。

較佳地，在自噴霧塔移出二氧化矽顆粒之後，藉由篩分而分離出具有大於 $1000\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度，例如具有大於 $700\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度，尤佳具有大於 $500\text{ }\mu\text{m}$ 之粒度的粒子。粒子之篩分原則上可由熟練人員已知且適用於此目的之所有方法實現。較佳地，篩分係使用振動式滑槽實現。

根據一較佳實施例，經由噴嘴將漿液噴霧乾燥至噴霧塔中之特徵在於以下特徵中之至少一種，例如兩種或三種、尤佳全部：

- a] 在噴霧塔中噴霧造粒；
- b] 在噴嘴處存在不大於 40 巴，例如在 1.3 至 20 巴、1.5 至 18 巴或 2 至 15 巴或 4 至 13 巴範圍內，或尤佳在 5 至 12 巴範圍內之漿液壓力，其中壓力係以絕對項(相對於 $p = 0\text{ hPa}$)給出；
- c] 液滴在進入噴霧塔中時在 10 至 50°C 範圍內，較佳在 15 至 30°C 範圍內，尤佳在 18 至 25°C 範圍內之溫度；
- d] 在噴嘴導向噴霧塔之側在 100 至 300°C 範圍內，例如在 200 至 300°C 範圍內，尤佳為 250 至 300°C 之溫度；
- e] 在 0.05 至 $1\text{ m}^3/\text{h}$ 範圍內，例如在 0.1 至 $0.7\text{ m}^3/\text{h}$ 或 0.2 至 $0.5\text{ m}^3/\text{h}$ 範圍內，尤佳在 0.25 至 $0.4\text{ m}^3/\text{h}$ 範圍內之漿液通過噴嘴的處理量；
- f] 至少 40 重量%，例如在 50 至 80 重量%範圍內或在 55 至 75 重量

%範圍內，尤佳在 60 至 70 重量%範圍內之漿液固體含量，在每種情況下均以漿液之總重量計；

g] 在 10 至 100 kg/min 範圍內，例如在 20 至 80 kg/min 或 30 至 70 kg/min 範圍內，尤佳在 40 至 60 kg/min 範圍內的噴霧塔中之氣體流入；

h] 氣流在進入噴霧塔中時在 100 至 300°C 範圍內，例如在 150 至 300 °C 範圍內，尤佳為 250 至 300°C 之溫度；

i] 氣流在自噴霧塔離開處低於 170°C 之溫度；

j] 氣體係選自由以下組成之群：空氣、氮氣及氬氣或其中兩種或多於兩種之組合；較佳為空氣；

k] 顆粒在自噴霧塔移出時小於 5 重量%、例如小於 3 重量%或小於 1 重量%或在 0.01 至 0.5 重量%範圍內、尤佳在 0.1 至 0.3 重量%範圍內之殘餘水分含量，在每種情況下均以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計；

l] 以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 50 重量%之噴霧顆粒完成在 1 至 100 s 範圍內、例如 10 至 80 s 時段、尤佳在 25 至 70 s 時段內之飛行時間；

m] 以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 50 重量%之噴霧顆粒覆蓋大於 20 m，例如大於 30 m 或大於 50 m 或大於 70 m 或大於 100 m 或大於 150 m 或大於 200 m，或在 20 至 200 m 或 10 至 150 m 或 20 至 100 m 範圍內，尤佳在 30 至 80 m 範圍內之飛行路徑；

n] 噴霧塔具有圓柱形幾何形狀；

o] 大於 10 m，例如大於 15 m 或大於 20 m 或大於 25 m 或大於 30 m，或在 10 至 25 m 範圍內，尤佳在 15 至 20 m 範圍內之噴霧塔高度；

p] 在自噴霧塔移出顆粒之前篩檢出具有小於 90 μm 之尺寸的粒子；

q] 在自噴霧塔移出顆粒之後較佳在振動式滑槽中篩分出具有大於 500 μm 之尺寸的粒子；

r] 漿液之液滴自噴嘴之離開與豎直呈 30 至 60 度之角度、尤佳與豎直呈 45 度之角度進行。

豎直意謂重力向量之方向。

飛行路徑意謂漿液之液滴在用以形成顆粒的噴霧塔之氣體腔室中自噴嘴離開直至完成飛行及下落動作所覆蓋的路徑。飛行及下落動作經常以顆粒與噴霧塔之底板衝擊或顆粒與已位於噴霧塔底板上之其他細粒衝擊告終，以先發生之情況為準。

飛行時間係顆粒覆蓋噴霧塔中之飛行路徑所需之時段。較佳地，細粒在噴霧塔中具有螺旋飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 60 重量%之噴霧顆粒覆蓋大於 20 m，例如大於 30 m 或大於 50 m 或大於 70 m 或大於 100 m 或大於 150 m 或大於 200 m，或在 20 至 200 m 或 10 至 150 m 或 20 至 100 m 範圍內，尤佳在 30 至 80 m 範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 70 重量%之噴霧顆粒覆蓋大於 20 m，例如大於 30 m 或大於 50 m 或大於 70 m 或大於 100 m 或大於 150 m 或大於 200 m，或在 20 至 200 m 或 10 至 150 m 或 20 至 100 m 範圍內，尤佳在 30 至 80 m 範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 80 重量%之噴霧顆粒覆蓋大於 20 m，例如大於 30 m 或大於 50 m 或大於 70 m 或大於 100 m 或大於 150 m 或大於 200 m，或在 20 至 200 m 或 10 至 150

m 或 20 至 100 m 範圍內，尤佳在 30 至 80 m 範圍內之平均飛行路徑。

較佳地，以噴霧乾燥中產生之二氧化矽顆粒之總重量計，至少 90 重量%之噴霧顆粒覆蓋大於 20 m，例如大於 30 m 或大於 50 m 或大於 70 m 或大於 100 m 或大於 150 m 或大於 200 m，或在 20 至 200 m 或 10 至 150 m 或 20 至 100 m 範圍內，尤佳在 30 至 80 m 範圍內之平均飛行路徑。

滾軋造粒

根據本發明之本發明第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒係藉由對漿液滾軋造粒而獲得。

滾軋造粒係藉由在升高之溫度下在氣體存在下攪拌漿液來執行。較佳地，滾軋造粒係在裝配有攪拌工具之攪拌容器中實現。較佳地，攪拌容器與攪拌工具相反地旋轉。較佳地，攪拌容器另外包含二氧化矽粉末可引入至攪拌容器中所經之入口、二氧化矽顆粒可移出所經之出口、氣體入口及氣體出口。

為了攪拌漿液，較佳使用銷式攪拌工具。銷式攪拌工具意謂裝配有多個細長銷之攪拌工具，該等銷之縱軸與攪拌工具之旋轉軸同軸。銷之軌跡較佳圍繞旋轉軸呈同軸圓跡線。

較佳地，漿液設定為小於 7 之 pH 值，例如在 2 至 6.5 範圍內之 pH 值，尤佳在 4 至 6 範圍內之 pH 值。為了設定 pH 值，較佳使用無機酸，例如選自由以下組成之群之酸：鹽酸、硫酸、硝酸及磷酸，尤佳為鹽酸。

較佳地，在攪拌容器中存在選自以下之氛圍：空氣、惰性氣體、至少兩種惰性氣體或空氣與至少一種惰性氣體之組合，較佳為至少兩種惰性氣體。惰性氣體較佳係選自由以下組成之清單：氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣。舉例而言，空氣、氮氣或氬氣，尤佳空氣存在於攪拌容器中。

此外，較佳地，攪拌容器中存在之氛圍為部分氣流。氣流較佳經由氣體入口引入至攪拌容器中且經由氣體出口排出。氣流可接納攪拌容器中之其他成分。此等其他成分可來源於滾軋造粒中之漿液且轉移至氣流中。

較佳地，將乾氣流引入至攪拌容器。乾氣流意謂在攪拌容器中設定的低於冷凝點之溫度下具有一定相對濕度之氣體或氣體混合物。氣體較佳經預溫熱至在 50 至 300°C、例如 80 至 250°C、尤佳 100 至 200°C 範圍內之溫度。

較佳地，對於每 1 kg 之所用漿液，將 10 至 150 m³ 氣體/h、例如 20 至 100 m³ 氣體/h、尤佳 30 至 70 m³ 氣體/h 引入至攪拌容器中。

在混合期間，漿液藉由氣流乾燥以形成二氧化矽細粒。所形成之顆粒自攪拌容器移出。

較佳地，所移出之顆粒經進一步乾燥。較佳地，乾燥係連續地例如在旋轉窯中實現。用於乾燥之較佳溫度在 80 至 250°C 範圍內，例如在 100 至 200°C 範圍內，尤佳在 120 至 180°C 範圍內。

在本發明之情形下，對於方法而言之連續意謂其可連續地操作。此意謂，方法中所涉及材料之引入及移出可在方法正運行之同時持續地實現。不需要為此而中斷該方法。

作為物品之屬性，例如關於「連續烘箱」，連續意謂此物品經構形，其方式為使得於其中執行之方法或於其中執行之方法步驟可連續執行。

獲自滾軋造粒之顆粒可經篩分。篩分係在乾燥之前或之後進行。較佳地，其係在乾燥之前篩分。較佳地，篩分出具有小於 50 μm 之粒度，例如具有小於 80 μm 之粒度，尤佳具有小於 100 μm 之粒度的細粒。此外，較佳地，篩分出具有大於 900 μm 之粒度，例如具有大於 700 μm 之粒度，尤

佳具有大於 500 μm 之粒度的細粒。較大粒子之篩出原則上可由熟練人員已知且適用於此目的之任何方法執行。較佳地，較大粒子之篩出係藉助於振動式滑槽執行。

根據一較佳實施例，滾軋造粒特徵在於以下特徵中之至少一種、例如兩種或三種、尤佳全部：

[a] 造粒係在旋轉攪拌容器中執行；

[b] 造粒係在每小時及每 1 kg 漿液為 10 至 150 kg 氣體之氣流中執行；

[c] 引入時之氣體溫度為 40 至 200°C；

[d] 篩分出具有小於 100 μm 且大於 500 μm 之粒度的細粒；

[e] 所形成之細粒具有 15 至 30 重量%之殘餘水分含量；

[f] 所形成之細粒在 80 至 250°C 下較佳在連續乾燥管中乾燥至尤佳小於 1 重量%之殘餘水分含量。

較佳地，藉由造粒，較佳藉由噴霧造粒或滾軋造粒而獲得的二氧化矽細粒，亦稱為二氧化矽顆粒 I 在經加工以獲得石英玻璃體之前經處理。此預處理可滿足促進加工以獲得石英玻璃體或影響所得石英玻璃體之性質的各種目的。舉例而言，二氧化矽顆粒 I 可經壓實、純化、表面改質或乾燥。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 可經歷熱處理、機械處理或化學處理或兩種或多於兩種處理之組合，其中獲得二氧化矽顆粒 II。

化學處理

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒 I 具有碳含量 $w_{C(I)}$ 。碳含量 $w_{C(I)}$ 較佳小於 50 ppm，例如在 5 至 45 ppm 或 15 至 40 ppm 範圍內，尤佳在 25 至 35 ppm 範圍內，其各自以二氧化矽顆粒 I 之總重量計。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒 I 包含至少兩個粒子。較佳地，該至少兩個粒子可相對於彼此執行運動。作為引起相對運動之方式，原則上熟練人員已知且認為適合之所有方式均可考慮。混合尤佳。混合原則上可以任何方式執行。較佳地，選擇進料烘箱用於此目的。因此，該至少兩個粒子較佳可藉由在進料烘箱中，例如在旋轉窯中受攪動而相對於彼此執行運動。

進料烘箱意謂烘箱之裝載及卸載(所謂裝料)係連續執行的烘箱。進料烘箱之實例為旋轉窖、翻轉式爐、帶式傳送式烘箱、傳送式烘箱、連續推進式爐。較佳地，為了處理二氧化矽顆粒 I，使用旋轉窖。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽顆粒 I 經反應物處理以獲得二氧化矽顆粒 II。執行處理係為了改變二氧化矽顆粒中某些材料之濃度。二氧化矽顆粒 I 可具有含量應降低之雜質或某些官能基，諸如：OH 基、含碳化合物、過渡金屬、鹼金屬及鹼土金屬。雜質及官能基可來源於起始材料或可在方法過程中引入。二氧化矽顆粒 I 之處理可用於各種目的。舉例而言，利用經處理之二氧化矽顆粒 I (亦即，二氧化矽顆粒 II) 可簡化二氧化矽顆粒加工以獲得石英玻璃體。此外，此選擇可用以調節所得石英玻璃體之性質。舉例而言，二氧化矽顆粒 I 可經純化或表面改質。二氧化矽顆粒 I 之處理因此可用於改良所得石英玻璃體之性質。

較佳地，氣體或多種氣體之組合適用作反應物。此亦稱為氣體混合物。原則上，熟練人員已知的已知可用於規定處理且看來適合之所有氣體均可使用。較佳地，利用選自由以下組成之群之氣體：HCl、Cl₂、F₂、O₂、O₃、H₂、C₂F₄、C₂F₆、HClO₄、空氣、惰性氣體(例如 N₂、He、Ne、Ar、Kr)或其中兩種或多於兩種之組合。較佳地，處理係在一種氣體或兩種或多

於兩種氣體之組合存在下執行。較佳地，處理係在氣體逆向流或氣體同向流中執行。

較佳地，反應物係選自由以下組成之群： HCl 、 Cl_2 、 F_2 、 O_2 、 O_3 或其中兩種或多於兩種之組合。較佳地，使用上文所提及氣體中之兩種或多於兩種之混合物處理二氧化矽顆粒 I。經由存在 F、Cl 或兩者，二氧化矽顆粒 I 中所含作為雜質之金屬(諸如過渡金屬、鹼金屬及鹼土金屬)可得以移除。就此而論，上文所提及之金屬可在方法條件下與氣體混合物之成分一起轉化以獲得氣態化合物，該等氣態化合物隨後經抽取出來且因此不再存在於顆粒中。此外，較佳地，二氧化矽顆粒 I 中之 OH 含量可藉由用此等氣體處理二氧化矽顆粒 I 而降低。

較佳地，採用 HCl 與 Cl_2 之氣體混合物作為反應物。較佳地，氣體混合物具有在 1 至 30 體積%範圍內，例如在 2 至 15 體積%範圍內，尤佳在 3 至 10 體積%範圍內之 HCl 含量。同樣，氣體混合物較佳具有在 20 至 70 體積%範圍內，例如在 25 至 65 體積%範圍內，尤佳在 30 至 60 體積%範圍內之 Cl_2 含量。構成 100 體積%之剩餘部分可由一或多種惰性氣體(例如 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 、 Kr)或空氣組成。較佳地，反應物中惰性氣體之比例在 0 至小於 50 體積%範圍內，例如在 1 至 40 體積%或 5 至 30 體積%範圍內，尤佳在 10 至 20 體積%範圍內，在每種情況下均以反應物之總體積計。

較佳使用 O_2 、 C_2F_2 或其與 Cl_2 之混合物純化由矽氧烷或多種矽氧烷之混合物製備的二氧化矽顆粒 I。

呈氣體或氣體混合物形式之反應物較佳以處理量在 50 至 2000 L/h 範圍內，例如在 100 至 1000 L/h 範圍內，尤佳在 200 至 500 L/h 範圍內之氣流或部分氣流形式與二氧化矽顆粒接觸。接觸之較佳實施例係氣流與二氧

化矽顆粒於進料烘箱中(例如於旋轉窯中)之接觸。接觸之另一較佳實施例係小流體化床方法。

經由用反應物處理二氧化矽顆粒 I，獲得具有碳含量 $w_{C(2)}$ 之二氧化矽顆粒 II。以各別二氧化矽顆粒之總重量計，二氧化矽顆粒 II 之碳含量 $w_{C(2)}$ 小於二氧化矽顆粒 I 之碳含量 $w_{C(1)}$ 。較佳地， $w_{C(2)}$ 比 $w_{C(1)}$ 小 0.5 至 99%，例如小 0.5 至 50% 或 1 至 45%，尤佳小 1.5 至 40%。

熱處理

較佳地，二氧化矽顆粒 I 另外經歷熱處理或機械處理或此等處理之組合。此等額外處理中之一或多者可在反應物處理之前或期間執行。或者或另外，額外處理亦可對二氧化矽顆粒 II 執行。在下文中，術語「二氧化矽顆粒」包含替代例「二氧化矽顆粒 I」及「二氧化矽顆粒 II」。同樣有可能對「二氧化矽顆粒 I」或對經處理之二氧化矽顆粒 I(「二氧化矽顆粒 II」)執行下文中描述之處理。

二氧化矽顆粒之處理可用於各種目的。舉例而言，此處理促進二氧化矽顆粒加工以獲得石英玻璃體。處理亦可影響所得玻璃體之性質。舉例而言，二氧化矽顆粒可經壓實、純化、表面改質或乾燥。就此而論，比表面積(BET)可減小。同樣，容積密度及平均粒度可歸因於二氧化矽粒子之聚結而增加。熱處理可動態或靜態地執行。

在動態熱處理中，可在攪動之同時對二氧化矽顆粒進行熱處理的所有烘箱原則上均為適合的。在動態熱處理中，較佳使用進料烘箱。

二氧化矽顆粒於動態熱處理中之較佳平均保持時間係與量相關的。較佳地，二氧化矽顆粒於動態熱處理中之平均保持時間在 10 至 180 min 範圍內，例如在 20 至 120 min 或 30 至 90 min 範圍內。尤佳地，二氧化矽顆粒

於動態熱處理中之平均保持時間在 30 至 90 min 範圍內。

在連續方法之情況下，使用規定比例之二氧化矽顆粒流作為用於量測保持時間之樣品負載，例如公克、千克或公噸。保持時間之開始及結束係由引至連續烘箱操作中及自連續烘箱操作離開確定。

較佳地，用於動態熱處理之連續方法中二氧化矽顆粒之處理量在 1 至 50 kg/h 範圍內，例如在 5 至 40 kg/h 或 8 至 30 kg/h 範圍內。尤佳地，此處之處理量在 10 至 20 kg/h 範圍內。

在用於動態熱處理之非連續方法之情況下，處理時間以烘箱之裝載與後續卸載之間的時間段給出。

在用於動態熱處理之非連續方法之情況下，處理量在 1 至 50 kg/h 範圍內，例如在 5 至 40 kg/h 或 8 至 30 kg/h 範圍內。尤佳地，處理量在 10 至 20 kg/h 範圍內。處理量可使用經處理一小時的確定量之樣品負載獲得。根據另一實施例，處理量可經由每小時多個負載實現，其中單一負載之重量對應於每小時處理量除以負載之數目。在此情況下，處理時間對應於截至 60 分鐘給出之小時的分率除以每小時負載之數目。

較佳地，二氧化矽顆粒之動態熱處理係在至少 500°C，例如在 510 至 1700°C 或 550 至 1500°C 或 580 至 1300°C 範圍內，尤佳在 600 至 1200°C 範圍內之烘箱溫度下執行。

通常，烘箱在烘箱室中具有指示溫度。較佳地，以整個處理時段及整個烘箱長度計以及在處理時之每一點以及在烘箱中之每一位置，此溫度與指示溫度相比向下或向上偏離小於 10%。

或者，詳言之，二氧化矽顆粒之動態熱處理之連續方法可在不同烘箱溫度下執行。舉例而言，烘箱在處理時段內可具有恆定溫度，其中溫度在

烘箱長度上各區段中變化。該等區段可具有相同長度或不同長度。較佳地，在此情況下，溫度自烘箱之入口至烘箱之出口增加。較佳地，入口處之溫度比出口處低至少 100℃，例如低 150℃ 或低 200℃ 或低 300℃ 或低 400℃。此外，較佳地，入口處之溫度較佳為至少 500℃，例如在 510 至 1700℃ 或 550 至 1500℃ 或 580 至 1300℃ 範圍內，尤佳在 600 至 1200℃ 範圍內。此外，較佳地，入口處之溫度較佳為至少 300℃，例如為 400 至 1000℃ 或 450 至 900℃ 或 500 至 800℃ 或 550 至 750℃，尤佳為 600 至 700℃。此外，烘箱入口處給出之溫度範圍中之每一者可與烘箱出口處給出之溫度範圍中之每一者組合。較佳之烘箱入口溫度範圍與烘箱出口溫度範圍之組合為：

烘箱入口溫度範圍[℃]	烘箱出口溫度範圍[℃]
400 - 1000	510 - 1300
450 - 900	550 - 1260
480 - 850	580 - 1200
500 - 800	600 - 1100
530 - 750	630 - 1050

在二氧化矽顆粒之靜態熱處理中，較佳使用配置於烘箱中之坩堝。適合坩堝為燒結坩堝或金屬片坩堝。較佳為由多個板片鉚接在一起製成之軋製金屬片坩堝。坩堝材料之實例係耐火金屬，尤其鎢、鉬及鉭。此外，坩堝可由石墨製成，或在耐火金屬製坩堝情況下可內襯有石墨箔之情況。此外，較佳地，坩堝可由二氧化矽製成。尤佳地，利用二氧化矽坩堝。

二氧化矽顆粒於靜態熱處理中之平均保持時間係與量相關的。較佳地，就 20 kg 量之二氧化矽顆粒 I 而言，二氧化矽顆粒於靜態熱處理中之平均保持時間在 10 至 180 min 範圍內，例如在 20 至 120 min 範圍內，尤佳在 30 至 90 min 範圍內。

較佳地，二氧化矽顆粒之靜態熱處理係在至少 800℃，例如在 900 至

1700℃或 950 至 1600℃或 1000 至 1500℃或 1050 至 1400℃範圍內，尤佳在 1100 至 1300℃範圍內之烘箱溫度下執行。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 之靜態熱處理係在恆定烘箱溫度下執行。靜態熱處理亦可在變化之烘箱溫度下執行。較佳地，在此情況下，溫度在處理期間增加，其中在處理開始時溫度比結束時低至少 50℃，例如低 70℃或低 80℃或低 100℃或低 110℃，且其中在結束時溫度較佳為至少 800℃，例如在 900 至 1700℃或 950 至 1600℃或 1000 至 1500℃或 1050 至 1400℃範圍內，尤佳在 1100 至 1300℃範圍內。

機械處理

根據另一較佳實施例，二氧化矽顆粒 I 可經機械處理。執行機械處理可增加容積密度。機械處理可與上文所提及之熱處理組合。機械處理可避免二氧化矽顆粒之聚結物，且因此避免二氧化矽顆粒中個別經處理二氧化矽細粒之平均粒度變得過大。聚結物之增大可能會阻礙進一步加工，或對藉由本發明方法製備之石英玻璃體之性質具有不利影響，或具有兩種效應之組合。二氧化矽顆粒之機械處理亦促進個別二氧化矽細粒之表面與氣體之均勻接觸。此尤其藉由同時機械處理及用一或多種氣體化學處理來實現。以此方式，可改良化學處理之作用。

二氧化矽顆粒之機械處理可藉由例如經由使旋轉窯之管旋轉，使兩個或多於兩個二氧化矽細粒相對於彼此移動來執行。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 經化學處理、熱處理及機械處理。較佳地，對二氧化矽顆粒 I 同時執行化學處理、熱處理及機械處理。

在化學處理中，二氧化矽顆粒 I 中雜質之含量降低。為此，可在旋轉窯中在升高之溫度下及在含氯氣及氧氣之氛圍下處理二氧化矽顆粒 I。二

氧化矽顆粒 I 中存在之水蒸發，有機材料反應以形成 CO 及 CO₂。金屬雜質可轉化為揮發性含氯化合物。

較佳地，在含氯氣及氧氣之氛圍中，在旋轉窯中在至少 500°C 之溫度下，較佳在 550 至 1300°C 或 600 至 1260°C 或 650 至 1200°C 或 700 至 1000°C 溫度範圍中，尤佳在 700 至 900°C 溫度範圍中處理二氧化矽顆粒 I。含氯氣之氛圍含有例如 HCl 或 Cl₂ 或兩者之組合。此處理導致碳含量降低。

此外，較佳地，鹼及鐵雜質減少。較佳地，實現 OH 基數目之減少。在低於 700°C 之溫度下，處理時段可較長；在高於 1100°C 之溫度下，存在如下風險：顆粒之孔隙閉合，截留氯或氣態氯化物。

較佳地，亦可依序執行多個化學處理步驟，其各自與熱處理及機械處理同時進行。舉例而言，可首先在含氯氣氛圍中且隨後在含氧氣氛圍中處理二氧化矽顆粒 I。由此引起的低濃度之碳、羥基及氯促進二氧化矽顆粒 II 之熔化。

根據另一較佳實施例，步驟 II.2) 特徵在於以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種，尤佳全部之組合：

N1) 反應物包含 HCl、Cl₂ 或其組合；

N2) 處理係在旋轉窯中執行；

N3) 處理係在 600 至 900°C 範圍內之溫度下執行；

N4) 反應物形成逆向流；

N5) 反應物具有在 50 至 2000 L/h、較佳 100 至 1000 L/h、尤佳 200 至 500 L/h 範圍內之氣流；

N6) 反應物具有在 0 至小於 50 體積%範圍內之惰性氣體體積比例。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 之粒徑大於二氧化矽粉末之粒徑。較佳地，

二氧化矽顆粒 I 之粒徑為二氧化矽粉末之粒徑的至多 300 倍大，例如至多 250 倍大，或至多 200 倍大，或至多 150 倍大，或至多 100 倍大，或至多 50 倍大，或至多 20 倍大，或至多 10 倍大，尤佳 2 至 5 倍大。

根據本發明第一態樣之一個較佳實施例，使造粒之後獲得的造粒產物升溫，較佳升溫至超過 300°C 之溫度，例如在 338 至 1300°C 或 350 至 1200°C 或 400 至 1100°C 範圍內之溫度，尤佳在 500 至 900°C 範圍內之溫度。較佳地，使造粒之後獲得的造粒產物升溫至以上描述的溫度，保持在 5 分鐘至 8 小時範圍內之時間段，例如保持 20 分鐘至 5 小時之時間段。較佳地，以此方式經由氣相移出所形成之氯化銨。較佳地，排氣管可經加熱，較佳加熱至高於氯化銨分解點之溫度，尤佳加熱至在 350 至 1300°C 範圍內之溫度。

以此方式獲得的二氧化矽顆粒亦稱為二氧化矽顆粒 II。尤佳地，二氧化矽顆粒 II 係在旋轉窯中藉助於熱處理、機械處理及化學處理之組合而自二氧化矽顆粒 I 獲得。

步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒較佳選自由以下組成之群：二氧化矽顆粒 I、二氧化矽顆粒 II 及其組合。

「二氧化矽顆粒 I」意謂藉由對經由使矽化合物在燃料氣火焰中熱解而獲得的二氧化矽粉末造粒而製造之二氧化矽顆粒。較佳之燃料氣為氫氧氣體、天然氣或甲烷氣體，尤佳為氫氧氣體。

「二氧化矽顆粒 II」意謂藉由對二氧化矽顆粒 I 後處理而製造之二氧化矽顆粒。可能的後處理係化學處理、熱處理及/或機械處理。此在描述提供二氧化矽顆粒(本發明第一態樣之方法步驟 III.)之情形下詳細描述。

尤佳地，步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒為二氧化矽顆粒 I。二氧化矽

顆粒 I 具有以下特徵：

[A] 在 20 至 50 m^2/g 範圍內，例如在 20 至 40 m^2/g 範圍內，尤佳在 25 至 35 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；其中微孔部分較佳佔在 4 至 5 m^2/g 範圍內，例如在 4.1 至 4.9 m^2/g 範圍內，尤佳在 4.2 至 4.8 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；及

[B] 在 180 至 300 μm 範圍內之平均粒度。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 特徵在於以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

[C] 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.6 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.7 至 1.0 g/cm^3 範圍內之容積密度；

[D] 小於 50 ppm，例如小於 40 ppm 或小於 30 ppm 或小於 20 ppm 或小於 10 ppm，尤佳在 1 ppb 至 5 ppm 範圍內之碳含量；

[E] 小於 200 ppb，較佳小於 100 ppb，例如小於 50 ppb 或為 1 至 200 ppb 或 15 至 100 ppb，尤佳在 1 至 50 ppb 範圍內之鋁含量；

[F] 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.6 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.75 至 1.0 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

[G] 在 0.1 至 1.5 mL/g 範圍內，例如在 0.15 至 1.1 mL/g 範圍內，尤佳在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內之孔隙體積；

[H] 小於 200 ppm，較佳小於 150 ppm，例如小於 100 ppm 或小於 50 ppm 或小於 1 ppm 或小於 500 ppb 或小於 200 ppb，或在 1 ppb 至小於 200 ppm 或 1 ppb 至 100 ppm 或 1 ppb 至 1 ppm 或 10 ppb 至 500 ppb 或 10 ppb 至 200 ppb 範圍內，尤佳為 1 ppb 至 80 ppb 之氯含量；

[I] 小於 1000 ppb，較佳在 1 至 900 ppb 範圍內，例如在 1 至 700 ppb

範圍內，尤佳在 1 至 500 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

[J] 小於 10 重量%，較佳在 0.01 重量%至 5 重量%範圍內，例如為 0.02 至 1 重量%，尤佳為 0.03 至 0.5 重量%之殘餘水分含量；

其中重量%、ppm 及 ppb 各自以二氧化矽顆粒 I 之總重量計。

OH 含量或羥基含量意謂材料(例如二氧化矽粉末、二氧化矽顆粒或石英玻璃體)中之 OH 基含量。OH 基含量係以光譜方式在紅外線中藉由比較第一與第三 OH 帶量測。

氯含量意謂二氧化矽顆粒、二氧化矽粉末或石英玻璃體中元素氯或氯離子之含量。

鋁含量意謂二氧化矽顆粒、二氧化矽粉末或石英玻璃體中元素鋁或鋁離子之含量。

較佳地，二氧化矽顆粒 I 具有在 4 至 5 m²/g 範圍內，例如在 4.1 至 4.9 m²/g 範圍內，尤佳在 4.2 至 4.8 m²/g 範圍內之微孔比例。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有在 2.1 至 2.3 g/cm³ 範圍內，尤佳在 2.18 至 2.22 g/cm³ 範圍內之密度。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有在 180 至 300 μm 範圍內，例如在 220 至 280 μm 範圍內，尤佳在 230 至 270 μm 範圍內之平均粒度。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有在 150 至 300 μm 範圍內，例如在 200 至 280 μm 範圍內，尤佳在 230 至 270 μm 範圍內之粒度 D₅₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒 I 具有在 50 至 150 μm 範圍內，例如在 100 至 150 μm 範圍內，尤佳在 120 至 150 μm 範圍內之粒度 D₁₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒 I 具有在 250 至 620 μm 範圍內，例如在 300 至 550 μm 範圍內，尤佳在 300 至 450 μm 範圍內之粒度 D₉₀。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]或[A]/[B]/[E]或[A]/[B]/[G]，更佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]或[A]/[B]/[C]/[G]或[A]/[B]/[E]/[G]，尤佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]/[G]。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，且容積密度在 0.6 至 1.1 g/mL 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[E]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，且鋁含量在 1 至 50 ppb 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[G]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，且孔隙體積在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，容積密度在 0.6 至 1.1 g/mL 範圍內，且鋁含量在 1 至 50 ppb 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[G]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，容積密度在 0.6 至 1.1 g/mL 範圍內，且孔隙體積在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[E]/[G]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，鋁含量在 1 至 50 ppb 範圍內，且孔隙體積在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內。

二氧化矽顆粒 I 較佳具有特徵組合[A]/[B]/[C]/[E]/[G]，其中 BET 表面積在 20 至 40 m^2/g 範圍內，平均粒度在 180 至 300 μm 範圍內，容積密

度在 0.6 至 1.1 g/mL 範圍內，鋁含量在 1 至 50 ppb 範圍內，且孔隙體積在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內。

粒度意謂二氧化矽粉末、漿液或二氧化矽顆粒中存在之凝集初始粒子之粒度。平均粒度意謂指定材料之所有粒度之算術平均值。 D_{50} 值指示，以粒子之總數目計，50%之粒子小於指定值。 D_{10} 值指示，以粒子之總數目計，10%之粒子小於指定值。 D_{90} 值指示，以粒子之總數目計，90%之粒子小於指定值。粒度係根據 ISO 13322-2:2006-11，藉由動態光分析方法量測。

此外，尤佳地，步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒為二氧化矽顆粒 II。二氧化矽顆粒 II 具有以下特徵：

(A) 在 10 至 35 m^2/g 範圍內，尤佳在 20 至 30 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；及

(B) 在 100 至 300 μm 範圍內，例如在 150 至 280 μm 或 200 至 270 μm 範圍內，尤佳在 230 至 260 μm 範圍內之平均粒度。

較佳地，二氧化矽顆粒 II 具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

(C) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.75 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.8 至 1.0 g/cm^3 範圍內之容積密度；

(D) 小於 5 ppm，例如小於 4.5 ppm，或在 1 ppb 至 4 ppm 範圍內，尤佳小於 4 ppm 之碳含量；

(E) 小於 200 ppb，例如小於 150 ppb 或小於 100 ppb，或為 1 至 150 ppb 或 1 至 100 ppb，尤佳在 1 至 80 ppb 範圍內之鋁含量；

(F) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.75 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.8 至 1.0 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

(G) 在 0.1 至 2.5 mL/g 範圍內，例如在 0.2 至 1.5 mL/g 範圍內，尤佳在 0.4 至 1 mL/g 範圍內之孔隙體積；

(H) 小於 500 ppm，較佳小於 400 ppm，例如小於 350 ppm 或較佳小於 330 ppm，或在 1 ppb 至 500 ppm 或 10 ppb 至 450 ppm 範圍內，尤佳為 50 ppb 至 300 ppm 之氯含量；

(I) 小於 1000 ppb，例如在 1 至 400 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 200 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

(J) 小於 3 重量%，例如在 0.001 重量%至 2 重量%範圍內，尤佳為 0.01 至 1 重量%之殘餘水分含量，

其中重量%、ppm 及 ppb 各自以二氧化矽顆粒 II 之總重量計。

較佳地，二氧化矽顆粒 II 具有在 1 至 2 m²/g 範圍內，例如在 1.2 至 1.9 m²/g 範圍內，尤佳在 1.3 至 1.8 m²/g 範圍內之微孔比例。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有在 0.5 至 2.0 g/cm³ 範圍內，例如 0.6 至 1.5 g/cm³、尤佳 0.8 至 1.2 g/cm³ 之密度。密度係根據測試方法中所描述之方法量測。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有在 150 至 300 μm 範圍內，例如在 200 至 280 μm 範圍內，尤佳在 230 至 270 μm 範圍內之粒度 D₅₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒 II 具有在 50 至 150 μm 範圍內，例如在 100 至 150 μm 範圍內，尤佳在 120 至 150 μm 範圍內之粒度 D₁₀。此外，較佳地，二氧化矽顆粒 II 具有在 250 至 620 μm 範圍內，例如在 300 至 550 μm 範圍內，尤佳在 300 至 450 μm 範圍內之粒度 D₉₀。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)或(A)/(B)/(F)或(A)/(B)/(I)，更佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)或(A)/(B)/(D)/(I)或

(A)/(B)/(F)/(I)，更佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)/(I)。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，且碳含量小於 4 ppm。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(F)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，且夯實密度在 0.8 至 1.0 g/mL 範圍內。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(I)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，且不同於鋁的金屬之金屬含量在 1 至 400 ppb 範圍內。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，碳含量小於 4 ppm，且夯實密度在 0.8 至 1.0 g/mL 範圍內。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(I)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，碳含量小於 4 ppm，且不同於鋁的金屬之金屬含量在 1 至 400 ppb 範圍內。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(F)/(I)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，夯實密度在 0.8 至 1.0 g/mL 範圍內，且不同於鋁的金屬之金屬含量在 1 至 400 ppb 範圍內。

二氧化矽顆粒 II 較佳具有特徵組合(A)/(B)/(D)/(F)/(I)，其中 BET 表面積在 10 至 30 m^2/g 範圍內，平均粒度在 150 至 280 μm 範圍內，碳含量小於 4 ppm，夯實密度在 0.8 至 1.0 g/mL 範圍內，且不同於鋁的金屬之金

屬含量在 1 至 400 ppb 範圍內。

步驟 ii.)

根據步驟 ii.)，自二氧化矽顆粒形成玻璃熔體。通常，使二氧化矽顆粒升溫直至獲得玻璃熔體。使二氧化矽顆粒升溫以獲得玻璃熔體原則上可藉由熟練人員已知用於此目的之任何方式執行。

製備玻璃熔體

玻璃熔體例如藉由升溫自二氧化矽顆粒之形成可藉由連續方法執行。在根據本發明之用於製備石英玻璃體之方法中，二氧化矽顆粒較佳可連續引入至烘箱中或玻璃熔體可自烘箱連續移出或兩種情況皆存在。尤佳地，二氧化矽顆粒連續引入至烘箱中且玻璃熔體自烘箱連續移出。

為此，具有至少一個入口及至少一個出口之烘箱原則上係適合的。入口意謂二氧化矽及視情況其他材料可引入至烘箱中所經之開口。出口意謂至少一部分二氧化矽可自烘箱移出所經之開口。烘箱可例如豎直或水平地配置。較佳地，烘箱係豎直地配置。較佳地，至少一個入口位於至少一個出口上方。關於烘箱之夾具及特徵、尤其關於入口及出口之「上方」意謂，配置於另一者「上方」之夾具或特徵具有高於零絕對高度之較高位置。「豎直」意謂直接接合烘箱之入口與出口之線與重力方向偏離不大於 30° 。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，烘箱包含懸掛式金屬片坩堝。向懸掛式金屬片坩堝中引入二氧化矽顆粒且升溫以獲得玻璃熔體。金屬片坩堝意謂包含至少一種軋製金屬片之坩堝。較佳地，金屬片坩堝具有多種軋製金屬片。懸掛式金屬片坩堝意謂以懸掛位置配置於烘箱中的如先前所描述之金屬片坩堝。

懸掛式金屬片坩堝原則上可由熟練人員已知且適用於熔融二氧化矽

之所有材料製成。較佳地，懸掛式金屬片坩堝之金屬片包含燒結材料，例如燒結金屬。燒結金屬意謂藉由燒結金屬粉末而獲得之金屬或合金。

較佳地，金屬片坩堝之金屬片包含至少一種選自由耐火金屬組成之群之物料。耐火金屬意謂第 4 族(Ti、Zr、Hf)、第 5 族(V、Nb、Ta)及第 6 族(Cr、Mo、W)之金屬。

較佳地，金屬片坩堝之金屬片包含選自由以下組成之群之燒結金屬：鉬、鎢或其組合。此外，較佳地，金屬片坩堝之金屬片包含至少一種其他耐火金屬，尤佳銻、鐵、鉍、釷或其中兩種或多於兩種之組合。

較佳地，金屬片坩堝之金屬片包含鉬與耐火金屬或鎢與耐火金屬之合金。尤佳之合金金屬為銻、鐵、鉍、釷或其中兩種或多於兩種之組合。根據另一實例，金屬片坩堝之金屬片為鉬與鎢、銻、鐵、鉍、釷或其中兩種或多於兩種之組合的合金。舉例而言，金屬片坩堝之金屬片可為鎢與鉬、銻、鐵、鉍、釷或其中兩種或多於兩種之組合的合金。

較佳地，金屬片坩堝之上文所描述之金屬片可塗佈有耐火金屬。根據一較佳實例，金屬片坩堝之金屬片塗佈有銻、鐵、鉍、釷、鉬或鎢或其中兩種或多於兩種之組合。

較佳地，金屬片與塗層具有不同組成。舉例而言，鉬金屬片可塗佈有一或多個塗層的銻、鐵、鉍、釷、鎢或其中兩種或多於兩種之組合。根據另一實例，鎢金屬片塗佈有一或多層的銻、鐵、鉍、釷、鉬或其中兩種或多於兩種之組合。根據另一實例，金屬片坩堝之金屬片可由與銻合金化之鉬或與銻合金化之鎢製成，且於坩堝之內側上塗佈有包含銻、鐵、鉍、釷或其中兩種或多於兩種之組合的一或多層。

較佳地，懸掛式金屬片坩堝之金屬片具有理論密度之 95%或大於

95%、例如 95%至 98%或 96%至 98%的密度。更佳為更高理論密度，尤其在 98 至 99.95%範圍內。基本材料之理論密度對應於不含孔隙且 100%緻密材料之密度。大於理論密度之 95%之金屬片坩堝之金屬片的密度可例如藉由對燒結金屬進行燒結及隨後壓實經燒結金屬而獲得。尤佳地，金屬片坩堝可藉由對燒結金屬進行燒結、軋製以獲得金屬片及加工金屬片以獲得坩堝而獲得。

較佳地，金屬片坩堝至少具有蓋、壁及底板。較佳地，懸掛式金屬片坩堝具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種或全部：

(a) 至少一層、例如多於一層或至少兩層或至少三層或至少五層、尤佳三層或四層之金屬片；

(b) 至少一個金屬片，例如至少三個或至少四個或至少六個或至少八個或至少十二個或至少 15 個或至少 16 個或至少 20 個金屬片，尤佳十二個或 16 個金屬片；

(c) 在兩個金屬片部件之間的至少一個接合點，例如至少兩個或至少五個或至少十個或至少 18 個或至少 24 個或至少 36 個或至少 48 個或至少 60 個或至少 72 個或至少 48 個或至少 96 個或至少 120 個或至少 160 個，尤佳在懸掛式金屬片坩堝之兩個相同金屬片部件之間或多個不同金屬片部件之間的 36 個或 48 個接合點；

(d) 懸掛式金屬片坩堝之金屬片部件例如藉由深拉至少一個接合點而經鉚接、例如藉由深拉與金屬片打眼或打孔之組合而經接合、經旋擰、或例如電子束焊接及燒結焊接點而經焊接，尤佳經鉚接；

(e) 懸掛式金屬片坩堝之金屬片可藉由與增加物理密度相關之成形

步驟，較佳藉由使經燒結金屬或經燒結合金成形而獲得；此外，較佳地，成形為軋製；

(f) 銅、鋁、鋼、鐵、鎳或耐火金屬(例如坩堝材料)之吊架總成，較佳銅或鋼之水冷卻吊架總成；

(g) 噴嘴，較佳永久性固定至坩堝之噴嘴；

(h) 心軸，例如用銷固定至噴嘴之心軸或用支撐棒固定至蓋之心軸或用支撐棒連接於坩堝下面之心軸；

(i) 至少一個氣體入口，例如呈填注管形式或獨立入口形式；

(j) 至少一個氣體出口，例如呈坩堝之蓋或壁中之獨立出口形式；

(k) 冷卻夾套，較佳水冷卻夾套；

(l) 外部絕緣，較佳由氧化鋁製成之外部絕緣。

懸掛式金屬片坩堝原則上可以熟練人員已知且其看來適合之任何方式加熱。懸掛式金屬片坩堝可例如藉助於電加熱元件(電阻)或藉由感應來加熱。在電阻加熱之情況下，金屬片坩堝之固體表面自外部升溫且將能量自其傳遞至其內側。

根據本發明之一較佳實施例，向金屬片坩堝中之能量轉移並非藉由使用火焰(諸如定向至金屬片坩堝中或至金屬片坩堝上之爐頭火焰)使金屬片坩堝或其中存在之散裝材料或兩者升溫來執行。

藉助於懸掛式配置，懸掛式金屬片坩堝可在烘箱中移動。較佳地，坩堝可至少部分移入及移出烘箱。若不同加熱區存在於烘箱中，則其溫度分佈將轉移至烘箱中存在之坩堝。藉由改變坩堝於烘箱中之位置，多個加熱區、變化之加熱區或多個變化之加熱區可在坩堝中產生。

金屬片坩堝具有噴嘴。噴嘴由噴嘴材料製成。較佳地，噴嘴材料包含

預壓實的材料，例如密度在大於 95%、例如 98 至 100%、尤佳 99 至 99.999% 範圍內，在每種情況下均以噴嘴材料之理論密度計。較佳地，噴嘴材料包含耐火金屬，例如鉬、鎢或其與另一耐火金屬之組合。鉬為尤佳之噴嘴材料。較佳地，包含鉬之噴嘴具有的密度可為 100% 之理論密度。

較佳地，金屬片坩堝中包含之底板比金屬片坩堝之側面更厚。較佳地，底板由與金屬片坩堝之側面相同的材料製成。較佳地，金屬片坩堝之底板不為軋製金屬片。底板每當與金屬片坩堝之壁相比時為例如 1.1 至 5000 倍厚或 2 至 1000 倍厚或 4 至 500 倍厚、尤佳 5 至 50 倍厚。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，烘箱包含懸掛式或立式燒結坩堝。二氧化矽顆粒引入至懸掛式或立式燒結坩堝中且升溫以獲得玻璃熔體。

燒結坩堝意謂由包含至少一種燒結金屬且密度不大於金屬之理論密度之 96% 的燒結材料製成之坩堝。燒結金屬意謂藉由燒結金屬粉末而獲得之合金金屬。

較佳地，燒結坩堝之燒結材料具有為燒結材料之理論密度的 85% 或大於 85% 之密度，例如 85% 至 95% 或 90% 至 94%、尤佳 91% 至 93% 之密度。

燒結材料原則上可由熟練人員已知且適用於熔融二氧化矽之任何材料製成。較佳地，燒結材料由選自由耐火金屬組成之群之元素、石墨或內襯有石墨箔之材料中之至少一者製成。

較佳地，燒結材料包含選自由以下組成之群之第一燒結金屬：鉬、鎢及其組合。此外，較佳地，燒結材料另外包含至少一種不同於第一燒結金屬的其他耐火金屬，尤佳選自由以下組成之群：鉬、鎢、銻、鐵、鉍、鈮或其中兩種或多於兩種之組合。

較佳地，燒結材料包含鉬與耐火金屬或鎢與耐火金屬之合金。尤佳之合金金屬為銻、鐵、鉍、鈮或其中兩種或多於兩種之組合。根據另一實例，燒結材料包含鉬與鎢、銻、鐵、鉍、鈮或其中兩種或多於兩種之組合的合金。舉例而言，燒結材料可包含鎢與鉬、銻、鐵、鉍、鈮或其中兩種或多於兩種之組合的合金。

根據另一較佳實施例，上文所描述之燒結材料可包括包含耐火金屬、尤其銻、鐵、鉍、鈮或其中兩種或多於兩種之組合的塗層。根據一較佳實例，塗層包含銻、鐵、鉍、鈮、鉬或鎢，或其中兩種或多於兩種之組合。

較佳地，燒結材料與其塗層具有不同組成。一實例為包含鉬塗佈有一或多層銻、鐵、鉍、鈮、鎢或其中兩種或多於兩種之組合的燒結材料。根據另一實例，包含鎢之燒結材料塗佈有一或多層銻、鐵、鉍、鈮、鉬或其中兩種或多於兩種之組合。根據另一實例，燒結材料可由與銻合金化之鉬或與銻合金化之鎢製成，且於坩堝之內側上塗佈有包含銻、鐵、鉍、鈮或包含其中兩種或多於兩種之組合的一或多層。

較佳地，燒結坩堝藉由對燒結材料進行燒結以獲得模具來進行。燒結坩堝可在模具中整體製得。亦有可能燒結坩堝之個別部件在模具中製得且隨後經加工以獲得燒結坩堝。較佳地，坩堝由多於一個部件(例如底板及一或多個側部件)製成。側部件較佳基於坩堝之周長以單件製得。較佳地，燒結坩堝可由多個配置於彼此頂上之側部件製成。較佳地，燒結坩堝之側部件藉助於旋擰或藉助於舌槽連接而密封。旋擰較佳藉由製得在邊界處具有螺紋之側部件而實現。在舌槽連接之情況下，兩個待接合之側部件各自在邊界處具有凹口，舌片作為連接第三部件引入至該凹口中，使得形封閉型連接垂直於坩堝壁之平面形成。尤佳地，燒結坩堝由多於一個側部件、例

如兩個或多於兩個側部件、尤佳三個或多於三個側部件製成。尤佳地，懸掛式燒結坩堝之部件經旋擰。尤佳地，立式燒結坩堝之部件藉助於舌槽連接而連接。

底板原則上可藉由熟練人員已知且適用於此目的之任何方式與坩堝壁連接。根據一較佳實施例，底板具有朝外之螺紋且底板藉由旋擰至其中與坩堝壁連接。根據另一較佳實施例，底板藉助於螺絲與坩堝壁連接。根據另一較佳實施例，例如藉由使底板位於坩堝壁之朝內凸緣上，底板懸浮於燒結坩堝中。根據另一較佳實施例，至少一部分坩堝壁與經壓實底板以單件燒結。尤佳地，懸掛式燒結坩堝之底板與坩堝壁經旋擰。尤佳地，立式燒結坩堝之底板與坩堝壁藉助於舌槽連接而連接。

較佳地，燒結坩堝所包含之底板比側面厚，例如為 1.1 至 20 倍厚或 1.2 至 10 倍厚或 1.5 至 7 倍厚，尤佳為 2 至 5 倍厚。較佳地，側面在燒結坩堝之周長及高度上具有恆定壁厚。

燒結坩堝具有噴嘴。噴嘴由噴嘴材料製成。較佳地，噴嘴材料包含預壓實的材料，例如密度在大於 95%、例如 98 至 100%、尤佳 99 至 99.999% 範圍內，在每種情況下均以噴嘴材料之理論密度計。較佳地，噴嘴材料包含耐火金屬，例如鉬、鎢或其與一耐火金屬之組合。鉬為尤佳之噴嘴材料。較佳地，包含鉬之噴嘴可具有為理論密度之 100% 的密度。

懸掛式燒結坩堝可以熟練人員已知且其看來適合之任何方式加熱。懸掛式燒結坩堝可例如感應或電阻地加熱。在感應加熱之情況下，能量經由燒結坩堝之側壁中之線圈直接引入且自其傳遞至坩堝之內部。在電阻加熱之情況下，能量係藉由輻射引入，藉此固體表面自外部升溫且能量自其傳遞至內部。較佳地，燒結坩堝經感應加熱。

根據本發明之一較佳實施例，向燒結坩堝中之能量轉移並非藉由使用火焰(諸如定向至燒結坩堝中或至燒結坩堝上之爐頭火焰)使燒結坩堝或其中存在之散裝材料或兩者升溫來執行。

較佳地，燒結坩堝具有一個或多於一個加熱區，例如一個或兩個或三個或多於三個加熱區，較佳一個或兩個或三個加熱區，尤佳一個加熱區。燒結坩堝之加熱區可達到相同溫度或不同溫度。舉例而言，所有加熱區均可達到一個溫度，或所有加熱區可達到不同溫度，或兩個或多於兩個加熱區可達到一種溫度且一或多個加熱區可彼此獨立地達到其他溫度。較佳地，所有加熱區達到不同溫度，舉例而言，加熱區之溫度沿二氧化矽顆粒之材料輸送方向升高。

懸掛式燒結坩堝意謂懸掛式配置於烘箱中的如先前所描述之燒結坩堝。

較佳地，懸掛式燒結坩堝具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳全部：

{a} 懸掛總成，較佳高度可調節的懸掛總成；

{b} 至少兩個密封在一起之環作為側部件，較佳至少兩個彼此旋擰之環作為側部件；

{c} 噴嘴，較佳永久性連接至坩堝之噴嘴；

{d} 心軸，例如用銷固定至噴嘴之心軸或用支撐棒固定至蓋之心軸或用支撐棒連接於坩堝下面之心軸；

{e} 至少一個氣體入口，例如呈填注管形式或獨立入口形式，尤佳呈填注管形式；

{f} 至少一個氣體出口，例如在坩堝之蓋處或壁中；

{g} 冷卻夾套，尤佳水冷卻夾套；

{h} 坩堝外部、例如在冷卻夾套外部之絕緣，較佳由氧化鋁製成之絕緣層。

懸掛總成較佳為在懸掛式燒結坩堝建構期間安裝之懸掛總成，例如作為坩堝之整體組件提供之懸掛總成，尤佳作為坩堝之整體組件自燒結材料提供之懸掛總成。此外，懸掛總成較佳為安裝至燒結坩堝上且由不同於燒結材料的材料(例如鋁、鋼、鐵、鎳或銅，較佳銅)製成之懸掛總成，尤佳為安裝於燒結坩堝上的由銅製成之冷卻(例如水冷卻)懸掛總成。

藉助於懸掛總成，懸掛式燒結坩堝可在烘箱中移動。較佳地，坩堝可至少部分引入烘箱及自烘箱抽出。若不同加熱區存在於烘箱中，則其溫度分佈將轉移至烘箱中存在之坩堝。藉由改變坩堝於烘箱中之位置，多個加熱區、變化之加熱區或多個變化之加熱區可在坩堝中產生。

立式燒結坩堝意謂立式配置於烘箱中的先前所描述類型之燒結坩堝。

較佳地，立式燒結坩堝具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳全部：

/a/ 作為站立區域形成之區域，較佳於坩堝底座上作為站立區域形成之區域，更佳於坩堝底板中作為站立區域形成之區域，尤佳於坩堝底座外邊緣處作為站立區域形成之區域；

/b/ 至少兩個密封在一起之環作為側部件，較佳至少兩個藉助於舌槽連接密封在一起之環作為側部件；

/c/ 噴嘴，較佳永久性連接至坩堝、尤佳坩堝底座之不作為站立區域形成之區域的噴嘴；

/d/ 心軸，例如用銷固定至噴嘴之心軸或用銷固定至蓋之心軸或用支

撐棒自坩堝下面連接之心軸；

/e/ 至少一個氣體入口，例如呈填注管形式或獨立入口形式；

/f/ 至少一個氣體出口，例如呈坩堝之蓋或壁中之獨立出口形式；

/g/ 蓋。

立式燒結坩堝較佳在烘箱中與烘箱下面之區域中具有氣體隔室之分隔。烘箱下面之區域意謂所移出之玻璃熔體存在於其中的噴嘴下面之區域。較佳地，氣體隔室由坩堝所站立於之表面分隔。烘箱內壁與坩堝外壁之間的烘箱氣體隔室中存在之氣體無法滲漏至烘箱下面之區域中。所移出之玻璃熔體不接觸烘箱氣體隔室之氣體。較佳地，自燒結坩堝呈立式配置之烘箱移出之玻璃熔體及由其成型之石英玻璃體的表面純度高於自燒結坩堝呈懸掛式配置之烘箱移出之熔體及由其成型之石英玻璃體。

較佳地，坩堝與烘箱之入口及出口連接，其方式使得二氧化矽顆粒可經由坩堝入口且經由烘箱入口進入坩堝中且玻璃熔體可經由坩堝出口及烘箱出口移出。

較佳地，除了至少一個入口之外，坩堝包含至少一個開口、較佳多個開口，氣體可經由該或該等開口引入及移出。較佳地，坩堝包含至少兩個開口，藉以至少一個可用作氣體入口且至少一個可用作氣體出口。較佳地，使用至少一個開口作為氣體入口及至少一個開口作為氣體出口在坩堝中產生氣流。

二氧化矽顆粒經由坩堝入口引入至坩堝中且隨後在坩堝中經升溫。升溫可在一種氣體或兩種或多於兩種氣體之氣體混合物存在下執行。此外，在升溫期間，連接至二氧化矽顆粒之水可轉移至氣相且形成另一氣體。該氣體或兩種或多於兩種氣體之混合物存在於坩堝之氣體隔室中。坩堝之氣

體隔室意謂坩堝內部之不由固相或液相佔用之區域。適合氣體為例如氫氣、惰性氣體以及其中兩種或多於兩種。惰性氣體意謂在高達 2400°C 之溫度下不會與坩堝中存在之材料反應的彼等氣體。較佳之惰性氣體為氫氣、氮氣、氖氣、氬氣、氦氣及氙氣，尤佳為氫氣及氮氣。較佳地，升溫係在還原氛圍中執行。此可藉助於氫氣或氫氣與惰性氣體之組合(例如氫氣與氮氣或氫氣與氦氣或氫氣與氬氣之組合，尤佳氫氣與氮氣之組合)提供。

較佳地，空氣、氧氣及水作為氫氣、至少一種惰性氣體之交換；或作為氫氣與至少一種惰性氣體之組合之交換的至少部分氣體交換係對二氧化矽顆粒執行。至少部分氣體交換係在二氧化矽顆粒引入期間或在升溫之前或在升溫期間或在前述活動中之至少兩者期間對二氧化矽顆粒執行。較佳地，二氧化矽顆粒經升溫以在氫氣及至少一種惰性氣體(例如氫氣或氮氣)之氣流中熔融。

較佳地，氣體在經由氣體出口離開時之露點低於 0°C。露點意謂這樣一種溫度，低於該溫度時在固定壓力下一部分所討論之氣體或氣體混合物冷凝。一般而言，此意謂水冷凝。露點係根據方法章節中所描述之測試方法，用露點鏡式濕度計量測。

較佳地，烘箱具有至少一個氣體出口，其中所見之熔融坩堝較佳亦具有至少一個氣體出口，經由該至少一個氣體出口氣體引入至烘箱中且在烘箱運行期間形成之氣體經移出。烘箱可另外具有至少一個專用氣體入口。或者或另外，氣體可經由亦稱為固體入口之入口，例如與二氧化矽粒子一起或預先、隨後或藉由前述可能性中之兩種或多於兩種之組合而引入。

較佳地，經由氣體出口自烘箱移出之氣體在經由氣體出口自烘箱離開時具有低於 0°C、例如低於-10°C 或低於-20°C 之露點。露點係根據方法章

節中所描述之測試方法，在 5 至 20 毫巴之輕微過壓下量測。適合量測裝置為例如來自公司 Michell Instruments GmbH, D-61381 Friedrichsdorf 之「Optidew」裝置。

氣體之露點較佳在距烘箱之氣體出口 10 cm 或大於 10 cm 之距離的量測位置處量測。通常，此距離在 10 cm 與 5 m 之間。在此距離範圍(此處稱為「離開時」)中，量測位置距烘箱之氣體出口之距離對於露點量測之結果無關緊要。氣體藉由流體連接(例如於軟管或管子中)傳送至量測位置。氣體在量測位置處之溫度通常在 10 與 60°C 之間，例如為 20 至 50°C，尤其為 20 至 30°C。

適合氣體及氣體混合物已進行描述。在單獨測試之情形下確定上文所揭示之值適用於所提及氣體及氣體混合物中之每一者。

根據另一較佳實施例，氣體或氣體混合物在進入烘箱中、尤其熔融坩堝中之前具有低於-50°C、例如低於-60°C 或低於-70°C 或低於-80°C 之露點。露點通常不超過-60°C。此外，在進入烘箱中時以下露點範圍較佳：-50 至-100°C、-60 至-100°C 及-70 至-100°C。

根據另一較佳實施例，氣體在進入烘箱中之前的露點比在自熔融坩堝離開時低至少 50°C、例如至少 60°C 或甚至 80°C。對於量測自熔融坩堝離開時之露點，以上揭示內容適用。對於量測在進入烘箱之前的露點，該等揭示內容類似地適用。因為不存在貢獻水分之來源且無可能在量測位置與烘箱之間冷凝出水分，所以量測位置至烘箱氣體入口之距離不相關。

根據一較佳實施例，烘箱、尤其熔融坩堝以 200 至 3000 L/h 範圍內之氣體交換速率操作。

根據一較佳實施例，露點係在量測單元中量測，該量測單元藉由膜與

通過氣體出口之氣體分隔。膜較佳對水分為可滲透的。藉由此等方式，量測單元可受保護免遇粉塵以及氣流中存在且自熔融烘箱、尤其與氣流一起自熔融坩堝傳送出之其他粒子。藉由此等方式，量測探針之工作時間可顯著增加。工作時間意謂烘箱之操作時間段，在此期間既不需要替換量測探針也不需要清潔量測探針。

根據一較佳實施例，利用露點鏡式量測裝置。

烘箱氣體出口處之露點可經組態。較佳地，一種組態烘箱出口處之露點的方法包含以下步驟：

- I) 在烘箱中提供輸入材料，其中該輸入材料具有殘餘水分；
- II) 操作烘箱，其中氣流通過烘箱，及
- III) 改變輸入材料之殘餘水分或氣流之氣體替換速率。

較佳地，此方法可用以將露點組態至低於 0°C 、例如低於 -10°C 、尤佳低於 -20°C 之範圍。更佳地，露點可經組態至低於 0°C 至 -100°C 、例如低於 -10°C 至 -80°C 、尤佳低於 -20°C 至 -60°C 之範圍。

為了製備石英玻璃體，「輸入材料」意謂所提供之二氧化矽粒子，較佳二氧化矽顆粒、二氧化矽晶粒或其組合。二氧化矽粒子、顆粒及晶粒較佳特徵在於在第一態樣之情形下所描述之特徵。

烘箱及氣流較佳特徵在於在第一態樣之情形下所描述之特徵。較佳地，氣流藉由將氣體經由入口引入烘箱中及藉由經出口自烘箱移出氣體而形成。「氣體替換速率」意謂每單位時間經由出口自烘箱通過之氣體體積。氣體替換速率亦稱為氣流處理量或體積處理量。

露點之組態尤其可藉由改變輸入材料之殘餘水分或氣流之氣體替換速率來執行。舉例而言，露點可藉由增加輸入材料之殘餘水分而升高。藉

由減少輸入材料之殘餘水分，露點可降低。氣體替換速率之增加可導致露點之降低。另一方面，減小之氣體替換速率可產生升高之露點。

較佳地，氣流之氣體替換速率在 200 至 3000 L/h、例如 200 至 2000 L/h、尤佳 200 至 1000 L/h 範圍內。

輸入材料之殘餘水分較佳在 0.001 重量%至 5 重量%、例如 0.01 至 1 重量%、尤佳 0.03 至 0.5 重量%範圍內，在每種情況下均以輸入材料之總重量計。

較佳地，露點亦可能受其他因素影響。該等因素之實例為氣流在進入烘箱中時之露點、烘箱溫度及氣流之組成。氣流在進入烘箱中時之露點之降低、烘箱溫度之降低或氣流在烘箱出口處之溫度之降低可導致氣流在出口處之露點之降低。氣流在烘箱出口處之溫度只要高於露點即對露點沒有影響。

尤佳地，露點係藉由改變氣流之氣體替換速率來組態。

較佳地，該方法特徵在於以下特徵中之至少一種、例如至少兩種或至少三種、尤佳至少四種：

I} 輸入材料之殘餘水分在 0.001 至 5 重量%、例如 0.01 至 1 重量%、尤佳 0.03 至 0.5 重量%範圍內，在每種情況下均以輸入材料之總重量計；

II} 氣流之氣體替換速率在 200 至 3000 L/h、例如 200 至 2000 L/h、尤佳 200 至 1000 L/h 範圍內；

III} 在 1700 至 2500°C 範圍內、例如在 1900 至 2400°C 範圍內、尤佳在 2100 至 2300°C 範圍內之烘箱溫度；

IV} 氣流在進入烘箱中時在-50°C 至-100°C、例如-60°C 至-100°C、尤佳-70°C 至-100°C 範圍內之露點；

V} 氣流包含氦氣、氫氣或其組合，較佳為 20:80 至 95:5 比率之氦氣及氫氣；

VI} 氣體在出口處在 10 至 60°C、例如 20 至 50°C、尤佳 20 至 30°C 範圍內之溫度。

當利用具有高殘餘水分之二氧化矽顆粒時，尤佳地利用具有高氣體替換速率及在烘箱入口處具有低露點之氣流。相比之下，當利用具有低殘餘水分之二氧化矽顆粒時，可使用具有低氣體替換速率及在烘箱入口處具有高露點之氣流。

尤佳地，當利用具有小於 3 重量%之殘餘水分之二氧化矽顆粒時，包含氦氣及氫氣之氣流之氣體替換速率可在 200 至 3000 L/h 範圍內。

若具有 0.1%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以 30 kg/h 饋入至烘箱，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在 2800 至 3000 l/h 範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在 2700 至 2900 l/h 範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘箱之前為-90°C 的露點。由此在氣體出口處獲得低於 0°C 之露點。

若具有 0.05%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以 30 kg/h 饋入至烘箱，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在 1900 至 2100 l/h 範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在 1800 至 2000 l/h 範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘箱之前為-90°C 的露點。由此在氣體出口處獲得低於 0°C 之露點。

若具有 0.03%之殘餘水分之二氧化矽顆粒以 30 kg/h 饋入至烘箱，則在 $\text{He}/\text{H}_2 = 50:50$ 之情況下選擇在 1400 至 1600 l/h 範圍內且在 $\text{He}/\text{H}_2 = 30:70$ 之情況下選擇在 1200 至 1400 l/h 範圍內之氣流氣體替換速率，且選擇氣流在進入烘箱之前為-90°C 的露點。由此在氣體出口處獲得低於 0°C 之

露點。

用於熔融二氧化矽顆粒之烘箱溫度較佳在 1700 至 2500°C 範圍內，例如在 1900 至 2400°C 範圍內，尤佳在 2100 至 2300°C 範圍內。

較佳地，於烘箱中之保持時間在 1 小時至 50 小時、例如 1 至 30 小時、尤佳 5 至 20 小時範圍內。在本發明之情形下，保持時間意謂當實施根據本發明之方法時以根據本發明之方式自熔融烘箱(玻璃熔體於其中形成)移出熔融烘箱之填滿量所需的時間。填滿量為熔融烘箱中二氧化矽之全部質量。就此而論，二氧化矽可以固體形式及以玻璃熔體形式存在。

較佳地，烘箱溫度在長度上沿材料輸送之方向升高。較佳地，烘箱溫度在長度上沿材料輸送之方向升高至少 100°C、例如至少 300°C 或至少 500°C 或至少 700°C、尤佳至少 1000°C。較佳地，烘箱中之最高溫度為 1700 至 2500°C、例如 1900 至 2400°C、尤佳 2100 至 2300°C。烘箱溫度之升高可均勻地或根據溫度分佈進行。

較佳地，烘箱溫度在玻璃熔體自烘箱移出之前降低。較佳地，烘箱溫度在玻璃熔體自烘箱移出之前降低 50 至 500°C、例如 100°C 或 400°C、尤佳 150 至 300°C。較佳地，玻璃熔體在移出時之溫度為 1750 至 2100°C、例如 1850 至 2050°C、尤佳 1900 至 2000°C。

較佳地，烘箱溫度在長度上沿材料輸送之方向升高且在玻璃熔體自烘箱移出之前降低。就此而論，烘箱溫度較佳在長度上沿材料輸送之方向升高至少 100°C、例如至少 300°C 或至少 500°C 或至少 700°C、尤佳至少 1000°C。較佳地，烘箱中之最高溫度為 1700 至 2500°C、例如 1900 至 2400°C、尤佳 2100 至 2300°C。較佳地，烘箱溫度在玻璃熔體自烘箱移出之前降低 50 至 500°C、例如 100°C 或 400°C、尤佳 150 至 300°C。

預加熱區段

較佳地，烘箱具有彼此藉由通道接合之至少第一及另一腔室，第一與第二腔室具有不同溫度，第一腔室之溫度低於另一腔室之溫度。在該另一腔室中，玻璃熔體由二氧化矽顆粒形成。此腔室在下文中稱為熔融腔室。經由管道接合至熔融腔室但位於其上游之腔室亦稱為預加熱區段。一實例為至少一個出口直接與熔融腔室之入口連接的彼等。以上配置亦可於獨立烘箱中進行，在該情況下熔融腔室為熔融烘箱。然而，在進一步描述中，術語『熔融烘箱』可視為等同於術語『熔融腔室』：因此關於熔融烘箱所陳述之要素亦可視為適用於熔融腔室，且反之亦然。術語『預加熱區段』在兩種情況下意思相同。

較佳地，二氧化矽顆粒在進入烘箱中時具有 20 至 1300°C 範圍內之溫度。

根據第一實施例，二氧化矽顆粒在進入熔融腔室中之前不經回火。二氧化矽顆粒在進入烘箱中時具有例如 20 至 40°C、尤佳 20 至 30°C 範圍內之溫度。若根據步驟 i.) 提供二氧化矽顆粒 II，則其較佳在進入烘箱中時具有 20 至 40°C、尤佳 20 至 30°C 範圍內之溫度。

根據另一實施例，二氧化矽顆粒在進入烘箱中之前在高達 40 至 1300°C 範圍內之溫度下經回火。回火意謂將溫度設定為所選值。回火原則上可以熟練人員已知且已知用於對二氧化矽顆粒回火之任何方式執行。舉例而言，回火可在與熔融腔室分開配置之烘箱中或在連接至熔融腔室之烘箱中執行。

較佳地，回火係在連接至熔融腔室之腔室中執行。較佳地，烘箱因此包含預加熱區段，在該區段中二氧化矽可經回火。較佳地，預加熱區段本

身為進料烘箱，尤佳為旋轉窯。進料烘箱意謂在操作中實現二氧化矽自進料烘箱之入口移動至進料烘箱之出口的加熱室。較佳地，出口直接連接至熔融烘箱之入口。以此方式，二氧化矽顆粒可在無其他中間步驟或構件之情況下自預加熱區段到達熔融烘箱中。

更佳地，預加熱區段包含至少一個氣體入口及至少一個氣體出口。經由氣體入口，氣體可到達內部、預加熱區段之氣體腔室；且經由氣體出口，其可移出。亦有可能經由預加熱區段之二氧化矽顆粒入口將氣體引入至預加熱區段中。此外，氣體可經由預加熱區段之出口移出且隨後與二氧化矽顆粒分離。此外，較佳地，氣體可經由二氧化矽顆粒之入口及預加熱區段之氣體入口引入，且經由預加熱區段之出口及預加熱區段之氣體出口移出。

較佳地，氣流係藉由使用氣體入口及氣體出口在預加熱區段中產生。適合氣體為例如氫氣、惰性氣體以及其中兩種或多於兩種。較佳之惰性氣體為氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣，尤佳為氮氣及氦氣。較佳地，還原氛圍存在於預加熱區段中。此可以氫氣或氫氣與惰性氣體之組合(例如氫氣與氮氣或氫氣與氦氣之組合，尤佳氫氣與氮氣之組合)形式提供。此外，較佳地，氧化氛圍存在於預加熱區段中。此較佳可以氧氣或氧氣與一或多種其他氣體之組合(空氣為尤佳的)形式提供。更佳地，二氧化矽有可能在減壓下於預加熱區段中回火。

舉例而言，二氧化矽顆粒在進入烘箱中時可具有在 100 至 1100°C 或 300 至 1000°C 或 600 至 900°C 範圍內之溫度。若二氧化矽顆粒 II 根據步驟 i.) 提供，則其在進入烘箱中時較佳具有在 100 至 1100°C 或 300 至 1000°C 或 600 至 900°C 範圍內之溫度。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，烘箱包含至少兩個腔室。較

佳地，烘箱包含第一及至少一個另一腔室。第一與另一腔室藉由通道彼此連接。

至少兩個腔室原則上可以任何方式、較佳豎直或水平地、尤佳豎直地配置於烘箱中。較佳地，腔室經配置於烘箱中，其方式使得在執行根據本發明之第一態樣之方法時，二氧化矽顆粒通過第一腔室且隨後於另一腔室中經加熱以獲得玻璃熔體。另一腔室較佳具有熔融烘箱及其中配置之坩堝的上文所描述之特徵。

較佳地，腔室各自包含入口及出口。較佳地，烘箱之入口經由通道連接至第一腔室之入口。較佳地，烘箱之出口經由通道連接至另一腔室之出口。較佳地，第一腔室之出口經由通道連接至另一腔室之入口。

較佳地，腔室經配置，其方式使得二氧化矽顆粒可經由烘箱之入口到達第一腔室。較佳地，腔室經配置，其方式使得二氧化矽玻璃熔體可經由烘箱之出口自另一腔室移出。尤佳地，二氧化矽顆粒可經由烘箱之入口到達第一腔室，且二氧化矽玻璃熔體可經由烘箱之出口自另一腔室移出。

呈顆粒或粉末形式之二氧化矽可經由通道沿如該方法所定義之材料輸送方向自第一腔室進入另一腔室中。提及藉由通道連接之腔室包括其他中間元件沿材料輸送方向配置於第一與另一腔室之間的配置。原則上，氣體、液體及固體均可通過通道。較佳地，二氧化矽粉末、二氧化矽粉末之漿液及二氧化矽顆粒可通過第一與另一腔室之間的通道。在執行根據本發明之方法的同時，所有引入至第一腔室中之材料均可經由第一與另一腔室之間的通道到達另一腔室。較佳地，僅呈顆粒或粉末形式之二氧化矽經由第一與另一腔室之間的通道到達另一腔室。較佳地，第一與另一腔室之間的通道由二氧化矽所封閉，使得第一與另一腔室之氣體腔室彼此分隔，較

佳使得不同氣體或氣體混合物、不同壓力或兩者可存在於氣體腔室中。根據另一較佳實施例，通道由閘門、較佳旋轉閘門閥形成。

較佳地，烘箱之第一腔室具有至少一個氣體入口及至少一個氣體出口。氣體入口原則上可具有熟練人員已知且適用於引入氣體之任何形式，例如噴嘴、通風口或管子。氣體出口原則上可具有熟練人員已知且適用於移出氣體之任何形式，例如噴嘴、通風口或管子。

較佳地，二氧化矽顆粒係經由烘箱之入口引入至第一腔室中且經升溫。升溫可在一種氣體或兩種或多於兩種氣體之組合存在下執行。為此目的，該氣體或兩種或多於兩種氣體之組合存在於第一腔室之氣體腔室中。第一腔室之氣體腔室意謂第一腔室之不由固相或液相佔用之區域。適合氣體為例如氫氣、氧氣、惰性氣體以及其中兩種或多於兩種。較佳之惰性氣體為氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣及氙氣，尤佳為氮氣、氦氣及其組合。較佳地，升溫係在還原氛圍中執行。此較佳可以氫氣或氫氣與氮氣之組合形式提供。較佳地，二氧化矽顆粒在第一腔室中於該氣流或兩種或多於兩種氣體之組合氣流中經升溫。

更佳地，二氧化矽顆粒係在第一腔室中在減壓下，例如在低於 500 毫巴或低於 300 毫巴、例如 200 毫巴或低於 200 毫巴之壓力下經升溫。

較佳地，第一腔室具有至少一個用以移動二氧化矽顆粒之裝置。原則上，熟練人員已知用於此目的且看來適合之所有裝置均可選。較佳地，為攪拌、震盪及回轉裝置。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，第一與另一腔室中之溫度不同。較佳地，第一腔室中之溫度低於另一腔室中之溫度。較佳地，第一與另一腔室之間的溫度差在 600 至 2400°C 範圍內，例如在 1000 至 2000°C 或

1200 至 1800°C 範圍內，尤佳在 1500 至 1700°C 範圍內。此外，較佳地，第一腔室之溫度比另一腔室中之溫度低 600 至 2400°C、例如 1000 至 2000°C 或 1200 至 1800°C、尤佳 1500 至 1700°C。

根據一較佳實施例，烘箱之第一腔室為預加熱區段，尤佳為具有如上文所描述之特徵的如上文所描述之預加熱區段。較佳地，預加熱區段係經由通道連接至另一腔室。較佳地，二氧化矽經由通道自預加熱區段進入另一腔室中。預加熱區段與另一腔室之間的通道可關閉，使得無引入至預加熱區段中之氣體經由通道進入另一腔室中。較佳地，預加熱區段與另一腔室之間的通道關閉，使得二氧化矽不與水接觸。預加熱區段與另一腔室之間的通道可關閉，使得預加熱區段與第一腔室之氣體腔室彼此分隔，其方式使得不同氣體或氣體混合物、不同壓力或兩者可存在於氣體腔室中。適合通道較佳為如上文所描述之實施例。

根據另一較佳實施例，烘箱之第一腔室不為預加熱區段。舉例而言，第一腔室可為均衡室。均衡室為其上游預加熱區段中之處理量的變化或預加熱區段與另一腔室之間的處理量差異經均衡化之烘箱室。舉例而言，如上文所描述，旋轉窯可配置於第一腔室之上游。此通常具有變化可為平均處理量之至多 6% 之量的處理量。較佳地，二氧化矽保持於均衡室中在其到達均衡室時所處之溫度下。

烘箱亦有可能具有第一腔室；及多於一個其他腔室，例如兩個其他腔室或三個其他腔室或四個其他腔室或五個其他腔室或多於五個其他腔室，尤佳兩個其他腔室。若烘箱具有兩個其他腔室，則第一腔室較佳為預加熱區段，基於材料輸送方向，其他腔室中之第一者為均衡室且其他腔室中之第二者為熔融腔室。

根據另一較佳實施例，添加劑存在於第一腔室中。添加劑較佳係選自由組成之群：鹵素、惰性氣體、鹼、氧氣或其中兩種或多於兩種之組合。

原則上，元素形式之鹵素及鹵素化合物為適合添加劑。較佳之鹵素係選自由以下組成之群：氯、氟、含氯化物及含氟化合物。尤佳為元素氯及氯化氫。

原則上，所有惰性氣體以及其中兩種或多於兩種之混合物為適合添加劑。較佳之惰性氣體為氮氣、氬氣或其組合。

原則上，鹼亦為適合添加劑。較佳之適用作添加劑之鹼為無機及有機鹼。

此外，氧氣為適合添加劑。氧氣較佳以含氧氛圍形式存在，例如與一種惰性氣體或兩種或多於兩種惰性氣體之混合物組合存在，尤佳與氮氣、氬氣或氮氣及氬氣組合存在。

第一腔室原則上可包含熟練人員已知且適用於加熱二氧化矽之任何材料。較佳地，第一腔室包含至少一種選自由以下組成之群之要素：石英玻璃、耐火金屬、鋁及其中兩種或多於兩種之組合，尤佳地，第一腔室包含石英玻璃或鋁。

較佳地，若第一腔室包含聚合物或鋁，則第一腔室中之溫度不超過 600 °C。較佳地，若第一腔室包含石英玻璃，則第一腔室中之溫度為 100 至 1100 °C。較佳地，第一腔室主要包含石英玻璃。

在經由第一與另一腔室之間的通道將二氧化矽自第一腔室輸送至另一腔室時，二氧化矽原則上可以任何狀態存在。較佳地，二氧化矽以固體形式，例如以粒子、粉末或顆粒形式存在。根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，二氧化矽以顆粒形式自第一輸送至另一腔室。

根據另一較佳實施例，另一腔室係由金屬片或燒結材料製成之坩堝，其中燒結材料包含燒結金屬，其中金屬片或燒結金屬係選自由以下組成之群：鉬、鎢及其組合。

玻璃熔體係經由出口、較佳經由噴嘴自烘箱移出。

步驟 iii.)

石英玻璃體由至少一部分玻璃熔體製成。為此，較佳至少一部分在步驟 ii) 中製得之玻璃熔體經移出且石英玻璃體由其製成。

該部分在步驟 ii) 中製得之玻璃熔體之移出原則上可自熔融烘箱或自熔融腔室連續地執行或在玻璃熔體製造已結束之後執行。較佳地，一部分玻璃熔體經連續地移出。玻璃熔體係經由烘箱之出口或經由熔融腔室之出口移出，在每種情況下均較佳經由噴嘴移出。

玻璃熔體可在移出之前、期間或之後冷卻至能夠形成玻璃熔體之溫度。玻璃熔體之黏度上升與玻璃熔體之冷卻相關。玻璃熔體較佳經冷卻，其程度使得在成型時，所產生之形式保持且成型同時係儘可能容易且可靠的且可在極小努力下執行。熟練人員可藉由改變成型工具處玻璃熔體之溫度容易地確定用於成型之玻璃熔體之黏度。較佳地，玻璃熔體在移出時具有在 1750 至 2100°C、例如 1850 至 2050°C、尤佳 1900 至 2000°C 範圍內之溫度。較佳地，玻璃熔體在移出之後經冷卻至低於 500°C、例如低於 200°C 或低於 100°C 或低於 50°C 之溫度，尤佳冷卻至在 20 至 30°C 範圍內之溫度。

所成型之石英玻璃體可為實心體或中空體。實心體意謂主要由單一材料製成之本體。儘管如此，實心體可具有一或多個夾雜物，例如氣泡。實心體中之該等夾雜物通常具有 65 mm³ 或小於 65 mm³、例如小於 40 mm³

或小於 20 mm^3 或小於 5 mm^3 或小於 2 mm^3 、尤佳小於 0.5 mm^3 之尺寸。較佳地，實心體包含小於 0.02 體積%、例如小於 0.01 體積%或小於 0.001 體積%之其體積作為夾雜物，在每種情況下均以實心體之總體積計。

石英玻璃體具有外部形式。外部形式意謂石英玻璃體截面外緣之形式。石英玻璃體之外部形式的截面較佳為圓形、橢圓形或具有三個或多於三個邊角(例如 4、5、6、7 或 8 個邊角)之多邊形，尤佳地，石英玻璃體為圓形。

較佳地，石英玻璃體具有在 100 至 10000 mm、例如 1000 至 4000 mm、尤佳 1200 至 3000 mm 範圍內之長度。

較佳地，石英玻璃體具有在 1 至 500 mm 範圍內、例如 2 至 400 mm 範圍內、尤佳 5 至 300 mm 範圍內之外部直徑。

石英玻璃體之成型係藉助於噴嘴執行。玻璃熔體係經由噴嘴傳送。經由噴嘴成型之石英玻璃體之外部形式由噴嘴開口之形式確定。若開口為圓形，則在使石英玻璃體成型時將製得圓柱。若噴嘴之開口具有結構，則此結構將轉移至石英玻璃體之外部形式。藉助於在開口處具有結構之噴嘴製得的石英玻璃體沿玻璃絲束在長度方向上具有該結構之影像。

噴嘴係整合於熔融烘箱中。較佳地，其作為坩堝之一部分、尤佳作為坩堝出口之一部分整合於熔融烘箱中。

較佳地，至少一部分玻璃熔體係經由噴嘴移出。石英玻璃體之外部形式藉由經由噴嘴移出該至少部分玻璃熔體而形成。

較佳地，石英玻璃體在成型之後經冷卻，以使得其維持其形式。較佳地，石英玻璃體在成型之後經冷卻至低於成型中玻璃熔體之溫度至少 1000°C 、例如至少 1500°C 或至少 1800°C 、尤佳 1900 至 1950°C 的溫度。較佳

地，石英玻璃體經冷卻至低於 500°C、例如低於 200°C 或低於 100°C 或低於 50°C 之溫度，尤佳冷卻至在 20 至 30°C 範圍內之溫度。

根據本發明之第一態樣之一較佳實施例，所獲得之石英玻璃體可經至少一種選自由以下組成之群之程序處理：化學處理、熱處理或機械處理。

較佳地，石英玻璃體經化學後處理。後處理係指處理已製得之石英玻璃體。對石英玻璃體之化學後處理原則上意謂熟練人員已知之任何程序及看來適用於改變石英玻璃體之表面之組成或化學結構的材料，或兩者。較佳地，化學後處理包含至少一種選自由氟化合物處理及超音波清潔組成之群之方式。

可能的氟化合物為尤其氟化氫及含氟酸(例如氫氟酸)。液體較佳具有在 35 至 55 重量%範圍內、較佳在 35 至 45 重量%範圍內之氟化合物含量，重量%在每種情況下均以液體之總量計。構成 100 重量%之剩餘部分通常為水。較佳地，水為完全脫鹽水或去離子水。

超音波清潔較佳係於液浴中、尤佳在清潔劑存在下執行。在超音波清潔之情況下，通常無氟化合物，例如既無氫氟酸亦無氟化氫。

對石英玻璃體之超音波清潔較佳在以下條件中之至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種或至少五種、尤佳全部條件下執行：

- 超音波清潔於連續方法中執行。
- 用於超音波清潔之設備具有六個藉由管彼此連接之腔室。
- 石英玻璃體於各腔室中之保持時間可經設定。較佳地，石英玻璃體於各腔室中之保持時間相同。較佳地，於各腔室中之保持時間在 1 至 120 min 範圍內，例如少於 5 min 或為 1 至 5 min 或 2 至 4 min 或少於 60 min 或 10 至 60 min 或 20 至 50 min，尤佳在 5 至 60 min 範圍內。

- 第一腔室包含較佳含有水及鹼之鹼性介質，及超音波清潔劑。
- 第三腔室包含較佳含有水及酸之酸性介質，及超音波清潔劑。
- 在第二腔室及第四至第六腔室中，石英玻璃體經水、較佳脫鹽水清潔。
- 第四至第六腔室係在水之級聯下操作。較佳地，水僅引入第六腔室中且自第六腔室進入第五腔室中且自第五腔室進入第四腔室中。

較佳地，石英玻璃體經熱後處理。對石英玻璃體之熱後處理原則上意謂熟練人員已知且看來適用於藉助於溫度改變石英玻璃體之形式或結構或兩者的程序。較佳地，熱後處理包含至少一種選自由以下組成之群之方式：回火、壓縮、充氣、拉伸、焊接及其中兩種或多於兩種之組合。較佳地，熱後處理並非為了移除材料之目的執行。

回火較佳藉由於烘箱中，較佳在 900 至 1300°C 範圍內，例如在 900 至 1250°C 或 1040 至 1300°C 範圍內，尤佳在 1000 至 1050°C 或 1200 至 1300°C 範圍內之溫度下加熱石英玻璃體來執行。較佳地，在熱處理中，不得超過 1300°C 之溫度多於 1 h 之連續時段，尤佳地，在熱處理之整個持續時間期間均不得超過 1300°C 之溫度。回火原則上可在減壓下、在常壓下或在加壓下執行，較佳在減壓下執行，尤佳在真空中執行。

壓縮較佳藉由以下方式執行：加熱石英玻璃體，較佳加熱至約 2100°C 之溫度，且隨後在旋轉轉動運動期間、較佳在約 60 rpm 之旋轉速度下成型。舉例而言，呈桿形式之石英玻璃體可成型為圓柱。

較佳地，石英玻璃體可藉由將氣體注入至石英玻璃體中而充氣。舉例而言，石英玻璃體可藉由充氣成型為大直徑之管子。為此，較佳地，將石英玻璃體加熱至約 2100°C 之溫度，同時較佳在約 60 rpm 之旋轉速度下執

行旋轉轉動運動，且用氣體、較佳在達至約 100 毫巴之已確定且受控制的內部壓力下沖洗內部。大直徑之管子意謂具有至少 500 mm 之外徑的管子。

石英玻璃體較佳可經拉伸。拉伸較佳藉由以下方式執行：加熱石英玻璃體，較佳加熱至約 2100°C 之溫度，且隨後在受控制的牽拉速度下牽拉至石英玻璃體之所要外徑。舉例而言，燈管可由石英玻璃體藉由拉伸形成。

較佳地，石英玻璃體經機械後處理。對石英玻璃體之機械後處理原則上意謂熟練人員已知且看來適用於使用研磨構件改變石英玻璃體之形狀或將石英玻璃體分割為多片的任何程序。詳言之，機械後處理包含至少一種選自由以下組成之群之方式：研磨、鑽鑿、搪磨、鋸割、噴水切割、雷射切割、噴砂粗糙化、碾磨及其中兩種或多於兩種之組合。

較佳地，石英玻璃體經此等程序之組合處理，例如經化學與熱後處理或化學與機械後處理或熱與機械後處理之組合處理，尤佳經化學、熱與機械後處理之組合處理。此外，較佳地，石英玻璃體可經歷若干上文所提及之程序，該等程序彼此各自獨立。

根據本發明之第一態樣之一實施例，該方法包含以下方法步驟：

iv.) 由該石英玻璃體製造具有至少一個開口之中空體。

製得之中空體具有內部及外部形式。內部形式意謂中空體之截面之內緣的形式。中空體之截面之內部與外部形式可相同或不同。中空體之截面之內部及外部形式可為圓形、橢圓形或具有三個或多於三個邊角(例如 4、5、6、7 或 8 個邊角)之多邊形。

較佳地，截面之外部形式對應於中空體之內部形式。尤佳地，中空體之截面具有圓形內部及圓形外部形式。

在另一實施例中，中空體之內部與外部形式可不同。較佳地，中空體

之截面具有圓形外部形式及多邊形內部形式。尤佳地，中空體之截面具有圓形外部形式及六邊形內部形式。

較佳地，中空體具有在 100 至 10000 mm、例如 1000 至 4000 mm、尤佳 1200 至 2000 mm 範圍內之長度。

較佳地，中空體具有在 0.8 至 50 mm 範圍內，例如在 1 至 40 mm 或 2 至 30 mm 或 3 至 20 mm 範圍內，尤佳在 4 至 10 mm 範圍內之壁厚。

較佳地，中空體具有 2.6 至 400 mm，例如在 3.5 至 450 mm 範圍內，尤佳在 5 至 300 mm 範圍內之外徑。

較佳地，中空體具有 1 至 300 mm，例如在 5 至 280 mm 或 10 至 200 mm 範圍內，尤佳在 20 至 100 mm 範圍內之內徑。

中空體包含一或多個開口。較佳地，中空體包含一個開口。較佳地，中空體具有偶數個開口，例如 2、4、6、8、10、12、14、16、18 或 20 個開口。較佳地，中空體包含兩個開口。較佳地，中空體為管子。若光導僅包含一個芯，則此中空體形式尤佳。中空體可包含多於兩個開口。開口較佳呈相對定位之開口對形式定位於石英玻璃體之末端。舉例而言，石英玻璃體之每一端可具有 2、3、4、5、6、7 個或多於 7 個開口，尤佳 5、6 或 7 個開口。較佳之形式為例如管子，雙聯管，亦即具有兩個平行通道之管子；及多通道管，亦即具有多於兩個平行通道之管子。

中空體原則上可藉由熟練人員已知之任何方法形成。較佳地，中空體係藉助於噴嘴形成。較佳地，噴嘴在其開口中間包含在形成時使玻璃熔體偏離之裝置。以此方式，中空體可由玻璃熔體形成。

中空體可藉由使用噴嘴及隨後後處理而製造。適合後處理原則上為熟練人員已知用於自實心體製造中空體之所有方法，例如壓縮通道、鑽鑿、

搪磨或研磨。較佳地，適合後處理係經一或多個心軸傳送實心體，藉此形成中空體。此外，心軸可引入至實心體中以製造中空體。較佳地，中空體在形成之後經冷卻。

較佳地，中空體在形成之後經冷卻至低於 500°C 、例如低於 200°C 或低於 100°C 或低於 50°C 之溫度，尤佳冷卻至在 20 至 30°C 範圍內之溫度。

預壓實

原則上有可能使步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒在步驟 ii.) 中升溫以獲得玻璃熔體之前經歷一或多個預處理步驟。可能的預處理步驟為例如熱或機械處理步驟。舉例而言，二氧化矽顆粒可在步驟 ii.) 中升溫之前經壓實。「壓實」意謂減小 BET 表面積及減小孔隙體積。

二氧化矽顆粒較佳藉由加熱二氧化矽顆粒或藉由向二氧化矽顆粒施加壓力(例如軋製或壓製二氧化矽顆粒)以機械方式來壓實。較佳地，二氧化矽顆粒藉由加熱來壓實。尤佳地，二氧化矽顆粒之壓實係藉助於連接至熔融烘箱之預加熱區段加熱來執行。

較佳地，二氧化矽係藉由在 800 至 1400°C 範圍內之溫度下，例如在 850 至 1300°C 範圍內之溫度下，尤佳在 900 至 1200°C 範圍內之溫度下加熱來壓實。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，二氧化矽顆粒之 BET 表面積在步驟 ii.) 中升溫之前不減小至小於 $5\text{ m}^2/\text{g}$ ，較佳不減小至小於 $7\text{ m}^2/\text{g}$ 或不減小至小於 $10\text{ m}^2/\text{g}$ ，尤佳不減小至小於 $15\text{ m}^2/\text{g}$ 。此外，較佳地，與步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒相比，二氧化矽顆粒之 BET 表面積在步驟 ii.) 中升溫之前不減小。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，二氧化矽顆粒之 BET 表面

積減小至小於 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ ，例如減小至小於 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ ，或減小至小於 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ ，或減小至在大於 5 至小於 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 或 7 至 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 之範圍，尤佳減小至在 9 至 $12 \text{ m}^2/\text{g}$ 之範圍。較佳地，與步驟 i.) 中提供之二氧化矽顆粒相比，二氧化矽顆粒之 BET 表面積在步驟 ii.) 中加熱之前減小要小於 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ ，例如減小 1 至 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 或 2 至 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ ，尤佳 3 至 $8 \text{ m}^2/\text{g}$ ，在壓實之後 BET 表面積大於 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

經壓實之二氧化矽顆粒在下文中稱為二氧化矽顆粒 III。較佳地，二氧化矽顆粒 III 具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

A. 在大於 5 至小於 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內，例如在 10 至 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 、尤佳 15 至 $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 範圍內之 BET 表面積；

B. 在 100 至 300 μm 範圍內，尤佳在 120 至 200 μm 範圍內之粒度 D_{10} ；

C. 在 150 至 550 μm 範圍內，尤佳在 200 至 350 μm 範圍內之粒度 D_{50} ；

D. 在 300 至 650 μm 範圍內，尤佳在 400 至 500 μm 範圍內之粒度 D_{90} ；

E. 在 0.8 至 $1.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 1.0 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之容積密度；

F. 在 1.0 至 $1.4 \text{ g}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 1.15 至 $1.35 \text{ g}/\text{cm}^3$ 之夯實密度；

G. 小於 5 ppm、例如小於 4.5 ppm、尤佳小於 4 ppm 之碳含量；

H. 小於 500 ppm、尤佳 1 ppb 至 200 ppm 之 Cl 含量，

其中 ppm 及 ppb 各自以二氧化矽顆粒 III 之總重量計。

二氧化矽顆粒 III 較佳具有特徵組合 A./F./G.或 A./F./H.或 A./G./H.，更佳具有特徵組合 A./F./G./H.。

二氧化矽顆粒 III 較佳具有特徵組合 A./F./G.，其中 BET 表面積在 10 至 30 m²/g 範圍內，夯實密度在 1.15 至 1.35 g/mL 範圍內，且碳含量小於 4 ppm。

二氧化矽顆粒 III 較佳具有特徵組合 A./F./H.，其中 BET 表面積在 10 至 30 m²/g 範圍內，夯實密度在 1.15 至 1.35 g/mL 範圍內，且氯含量在 1 ppb 至 200 ppm 範圍內。

二氧化矽顆粒 III 較佳具有特徵組合 A./G./H.，其中 BET 表面積在 10 至 30 m²/g 範圍內，碳含量小於 4 ppm，且氯含量在 1 ppb 至 200 ppm 範圍內。

二氧化矽顆粒 III 較佳具有特徵組合 A./F./G./H.，其中 BET 表面積在 10 至 30 m²/g 範圍內，夯實密度在 1.15 至 1.35 g/mL 範圍內，碳含量小於 4 ppm，且氯含量在 1 ppb 至 200 ppm 範圍內。

較佳地，在至少一個方法步驟中，引入不同於二氧化矽之矽組分。不同於二氧化矽之矽組分之引入在下文中亦稱為 Si 摻雜。原則上，Si 摻雜可在任何方法步驟中執行。較佳地，Si 摻雜較佳係在步驟 i.)中或在步驟 ii.)中進行。

不同於二氧化矽之矽組分原則上可以任何形式，例如以固體形式、以液體形式、以氣體形式、於溶液中或以分散液形式引入。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係以粉末形式引入。此外，較佳地，不同於二氧化矽之矽組分可以液體形式或以氣體形式引入。

不同於二氧化矽之矽組分較佳係以在 1 至 100,000 ppm 範圍內、例如

在 10 至 10,000 ppm 或 30 至 1000 ppm 範圍內，或在 50 至 500 ppm 範圍內，尤佳在 80 至 200 ppm 範圍內，更尤佳在 200 至 300 ppm 範圍內之量引入，在每種情況下均以二氧化矽之總重量計。

不同於二氧化矽之矽組分可為固體、液體或氣體。若其為固體，則其較佳具有至多 10 mm、例如至多 1000 μm 、至多 400 μm 或在 1 至 400 μm 範圍內，例如在 2 至 200 μm 或 3 至 100 μm 、尤佳 5 至 50 μm 範圍內之平均粒度。粒度值係基於不同於二氧化矽之矽組分在室溫下之狀態。

矽組分較佳具有至少 99.5 重量%、例如至少 99.8 重量%或至少 99.9 重量%或至少 99.99 重量%、尤佳至少 99.999 重量%之純度，在每種情況下均以矽組分之總重量計。較佳地，矽組分具有不大於 10 ppm、例如不大於 50 ppm、尤佳不大於 1 ppm 之碳含量，在每種情況下均以矽組分之總重量計。尤佳地，此適用於用作矽組分之矽。較佳地，矽組分具有不大於 250 ppm、例如不大於 150 ppm、尤佳不大於 100 ppm 之量的選自由以下組成之群之雜質：Al、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、Ti、V、W、Zn、Zr，在每種情況下均以矽組分之總重量計。尤佳地，此在矽用作矽組分時適用。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在方法步驟 i.) 中引入。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在加工二氧化矽粉末以獲得二氧化矽顆粒(步驟 II.) 期間引入。舉例而言，不同於二氧化矽之矽組分可在造粒之前、期間或之後引入。

較佳地，二氧化矽可藉由將不同於二氧化矽之矽組分引入至包含二氧化矽粉末之漿液而經 Si 摻雜。舉例而言，不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽粉末混合且隨後成漿液，或不同於二氧化矽之矽組分可引入至二氧

化矽粉末於液體中之漿液中且隨後成漿液，或二氧化矽粉末可引入至不同於二氧化矽之矽組分於液體中之漿液或溶液中且隨後成漿液。

較佳地，二氧化矽可藉由在造粒期間引入不同於二氧化矽之矽組分而經 Si 摻雜。原則上有可能在造粒期間之任何時間點引入不同於二氧化矽之矽組分。在噴霧造粒之情況下，不同於二氧化矽之矽組分可例如經由噴嘴與漿液一起噴霧至噴霧塔中。在滾軋造粒之情況下，不同於二氧化矽之矽組分較佳可例如在將漿液引入至攪拌容器中之後以固體形式或以漿液形式引入。

此外，較佳地，二氧化矽可藉由在造粒之後引入不同於二氧化矽之矽組分而經 Si 摻雜。舉例而言，二氧化矽可在處理二氧化矽顆粒 I 以獲得二氧化矽顆粒 II 期間、較佳在熱或機械處理二氧化矽顆粒 I 期間藉由引入不同於二氧化矽之矽組分而經摻雜。

較佳地，二氧化矽顆粒 II 經不同於二氧化矽之矽組分摻雜。

此外，較佳地，不同於二氧化矽之矽組分亦可在若干上文所提及之區段期間、尤其在熱或機械處理二氧化矽顆粒 I 以獲得二氧化矽顆粒 II 期間及之後引入。

不同於二氧化矽之矽組分原則上可為矽或熟練人員已知且具有還原效應之任何含矽化合物。較佳地，不同於二氧化矽之矽組分為矽、矽-氫化合物(例如矽烷)、矽-氧化合物(例如一氧化矽)或矽-氫-氧化合物(例如二矽氧烷)。較佳之矽烷之實例為單矽烷、二矽烷、三矽烷、四矽烷、五矽烷、六矽烷、七矽烷、高碳同系化合物以及前述之異構體，及環狀矽烷，如環五矽烷。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在方法步驟 ii.) 中引入。.

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽顆粒一起直接引入至熔融坩堝中。較佳地，矽作為不同於二氧化矽之矽組分可與二氧化矽顆粒一起引入至熔融坩堝中。矽較佳係以粉末形式引入，該粉末尤其具有先前關於不同於二氧化矽之矽組分給出之粒度。

較佳地，不同於二氧化矽之矽組分係在引入至熔融坩堝中之前添加至二氧化矽顆粒中。添加原則上可在形成顆粒之後的任何時間，例如在預加熱區段中、在預壓實二氧化矽顆粒 II 之前或期間或對二氧化矽顆粒 III 執行。

藉由添加不同於二氧化矽之矽組分獲得之二氧化矽顆粒在下文中稱為「Si 摻雜顆粒」。較佳地，Si 摻雜顆粒具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

[1] 在大於 5 至小於 40 m^2/g 範圍內，例如在 10 至 30 m^2/g 、尤佳 15 至 25 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；

[2] 在 100 至 300 μm 範圍內，尤佳在 120 至 200 μm 範圍內之粒度 D_{10} ；

[3] 在 150 至 550 μm 範圍內，尤佳在 200 至 350 μm 範圍內之粒度 D_{50} ；

[4] 在 300 至 650 μm 範圍內，尤佳在 400 至 500 μm 範圍內之粒度 D_{90} ；

[5] 在 0.8 至 1.6 g/cm^3 範圍內、尤佳 1.0 至 1.4 g/cm^3 之容積密度；

[6] 在 1.0 至 1.4 g/cm^3 範圍內、尤佳 1.15 至 1.35 g/cm^3 之夯實密度；

[7] 小於 5 ppm，例如小於 4.5 ppm，尤佳小於 4 ppm 之碳含量；

[8] 小於 500 ppm，尤佳 1 ppb 至 200 ppm 之 Cl 含量；

[9] 小於 200 ppb，尤佳 1 ppb 至 100 ppb 之 Al 含量；

[10] 小於 1000 ppb，例如在 1 至 400 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 200 ppb 範圍內之不同於鋁的金屬之金屬含量；

[11] 小於 3 重量%，例如在 0.001 重量%至 2 重量%範圍內，尤佳為 0.01 至 1 重量%之殘餘水分含量；

其中重量%、ppm 及 ppb 各自以 Si 摻雜顆粒之總重量計。

在本發明之第一態樣之一較佳實施例中，熔融能量係經由固體表面轉移至二氧化矽顆粒。

固體表面意謂不同於二氧化矽顆粒表面且在二氧化矽顆粒經加熱以熔融的溫度下不熔融或崩塌之表面。適用於固體表面之材料為例如適用作坩堝材料之材料。

固體表面原則上可為熟練人員已知且適用於此目的之任何表面。舉例而言，坩堝或不為坩堝之單獨組件可用作固體表面。

固體表面原則上可以熟練人員已知且適用於此目的之任何方式加熱，以便將熔融能量轉移至二氧化矽顆粒。較佳地，固體表面係藉由電阻加熱或感應加熱來加熱。在感應加熱之情況下，能量係藉助於線圈直接耦合至固體表面中且自其傳遞至其內側。在電阻加熱之情況下，固體表面自外側升溫且將能量自其傳遞至其內側。就此而論，具有低熱容量之加熱室氣體(例如氬氣氛圍或含氬氣之氛圍)為有利的。舉例而言，固體表面可電加熱亦或藉由自外部用火焰焙燒固體表面來加熱。較佳地，固體表面經加熱至一溫度，該溫度可將足以熔融二氧化矽顆粒之量的能量轉移至二氧化矽顆粒及/或部分熔融之二氧化矽顆粒。

若單獨組件用作固體表面，則此可以任何方式與二氧化矽顆粒接觸，

該方式例如藉由將該組件佈置於二氧化矽顆粒上；或藉由在二氧化矽顆粒之細粒之間引入該組件；或藉由在坩堝與二氧化矽顆粒之間插入該組件；或藉由其中兩種或多於兩種之組合。該組件可在熔融能量轉移之前或期間或之前及期間經加熱。

較佳地，熔融能量係經由坩堝之內側轉移至二氧化矽顆粒。在此情況下，坩堝經充分加熱以使得二氧化矽顆粒熔融。坩堝較佳係電阻或感應地加熱。溫暖係自坩堝之外側轉移至內側。坩堝內側之固體表面將熔融能量轉移至二氧化矽顆粒。

根據本發明之另一較佳實施例，熔融能量並非經由氣體隔室轉移至二氧化矽顆粒。此外，較佳地，熔融能量並非藉由用火焰焙燒二氧化矽顆粒而轉移至二氧化矽顆粒。此等排除的轉移能量之方式之實例為自上方引導一或多個爐頭火焰於熔融坩堝中或至二氧化矽上或兩者。

根據本發明之第一態樣的上文所描述之方法係關於石英玻璃體之製備。

較佳地，石英玻璃體具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤佳至少五種：

A] 小於 500 ppm、例如小於 400 ppm、尤佳小於 300 ppm 之 OH 含量；

B] 小於 60 ppm、較佳小於 40 ppm、例如小於 20 ppm 或小於 2 ppm、尤佳小於 0.5 ppm 之氯含量；

C] 小於 200 ppb、例如小於 100 ppb、尤佳小於 80 ppb 之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ ，例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之 ODC 含量；

E] 小於 1 ppm、例如小於 0.5 ppm、尤佳小於 0.1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] $\log_{10} (\eta (1250^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之 OH 含量 A]計，不大於 10%、較佳不大於 5% 之 OH 含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之 Cl 含量 B]計，不大於 10%、較佳不大於 5% 之 Cl 含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之 Al 含量 C]計，不大於 10%、較佳不大於 5% 之 Al 含量標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於 1000 ppb，例如小於 500 ppb 或小於 300 ppb 或小於 100 ppb，或在 1 至 500 ppb 或 1 至 300 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 100 ppb 範圍內之鎢含量；

M] 小於 1000 ppb，例如小於 500 ppb 或小於 300 ppb 或小於 100 ppb，或在 1 至 500 ppb 或 1 至 300 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 100 ppb 範圍內之鋁含量，

其中 ppb 及 ppm 各自以該石英玻璃體之總重量計。

較佳地，石英玻璃體具有小於 1000 ppb、例如小於 500 ppb、尤佳小於 100 ppb 之不同於鋁的金屬之金屬含量，在每種情況下均以石英玻璃體

之總重量計。然而，通常，石英玻璃體具有至少 1 ppb 之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、銅、鋁、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

石英玻璃體可包含其他成分。較佳地，石英玻璃體包含少於 500 ppm、例如少於 450 ppm、尤佳少於 400 ppm 之其他成分，ppm 在每種情況下均以石英玻璃體之總重量計。可能的其他成分為例如碳、氟、碘、溴及磷。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子、離子或錯合物之一部分存在。然而通常，石英玻璃體具有至少 1 ppb 之其他成分之含量。

較佳地，石英玻璃體包含少於 5 ppm、例如少於 4.5 ppm、尤佳少於 4 ppm 碳，在每種情況下均以石英玻璃體之總重量計。然而通常，石英玻璃體具有至少 1 ppb 之碳含量。

較佳地，石英玻璃體具有均質分佈之 OH 含量、Cl 含量或 Al 含量。石英玻璃體之均質性之指示可以 OH 含量、Cl 含量或 Al 含量之標準差表示。標準差為變數(此處為 OH 含量、氯含量或鋁含量)之值自其算術平均值之擴散的量度。為了量測標準差，樣品中所討論之組分(例如 OH、氯或鋁)之含量係在至少七個量測位置量測。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/C]或 A]/B]/D]或 A]/B]/F]，更佳具有特徵組合 A]/B]/C]/D]或 A]/B]/C]/F]或 A]/B]/D]/F]，更佳具有特徵組合 A]/B]/C]/D]/F]。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/C]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，且鋁含量小於 80 ppb。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/D]，OH 含量小於 400 ppm，氯

含量小於 100 ppm，且 ODC 含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/F]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/C]/D]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，鋁含量小於 80 ppb，且 ODC 含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/C]/F]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，鋁含量小於 80 ppb，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/D]/F]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，ODC 含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

石英玻璃體較佳具有特徵組合 A]/B]/C]/D]/F]，其中 OH 含量小於 400 ppm，氯含量小於 100 ppm，鋁含量小於 80 ppb，且 ODC 含量在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，且黏度($p=1013 \text{ hPa}$)在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 範圍內。

本發明之第二態樣係一種二氧化矽顆粒。二氧化矽顆粒可藉由包含以下步驟之方法獲得：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{\text{Cl}(1)}$ ，

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，

其中該二氧化矽粉末係由矽-氯化物，較佳選自由四氯化矽及三氯矽烷組成之群之矽-氯化物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

其中該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 大於該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

矽-氯化物意謂由元素矽與氯及視情況氫及氧構成之無機化合物。

較佳地，二氧化矽粉末具有在第一態樣之上下文中關於二氧化矽粉末所描述之特徵。較佳地，二氧化矽顆粒具有在第一態樣之上下文中關於二氧化矽顆粒所描述之特徵。

較佳地，步驟 I. 至 III. 之特徵在於在第一實施例之上下文中描述的特徵及較佳實施例。詳言之，步驟 I. 至 III. 之特徵在於以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種，尤佳至少四種：

- 氨係氣態氨或溶解於水中之氨。
- 氨可獲自選自由以下組成之群的釋放氨之化合物：氟化銨、氯化銨、溴化銨、碘化銨、氫氧化銨、硫酸銨及碳酸銨。
- 接觸係在液體中進行。
- 二氧化矽顆粒之氯含量小於 200 ppm，較佳小於 150 ppm 或小於 100 ppm，尤佳小於 50 ppm，在每種情況下均以二氧化矽顆粒之總重量計。通常，二氧化矽顆粒之氯含量係至少 1 ppb。
- 該至少兩個粒子相對於彼此進行運動。舉例而言，該方法係在旋轉窯中進行。

較佳地，二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 與二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 的比率係在 500:1 至 10:1 範圍內，例如在 400:1 至 20:1 或 300:1 至 50:1 範圍內，尤佳在 100:1 至 250:1 範圍內。

較佳地，二氧化矽顆粒具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種，尤佳至少五種：

A) 在 5 至 50 m^2/g 範圍內，例如在 10 至 45 m^2/g 範圍內，尤佳在 20 至 40 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；

B) 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.6 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.7 至 1.0 g/cm^3 範圍內之容積密度；

C) 小於 50 ppm，例如小於 30 ppm 或小於 20 ppm 或小於 10 ppm，尤佳小於 5 ppm 之碳含量；

D) 小於 200 ppb，較佳小於 100 ppb，例如小於 50 ppb，或 1 至 200 ppb 或 5 至 100 ppb，尤佳在 10 至 50 ppb 範圍內之鋁含量；

E) 在 50 至 500 μm 範圍內，例如在 100 至 400 μm 範圍內，尤佳在 180 至 300 μm 範圍內之平均粒度；

F) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內，例如在 0.75 至 1.1 g/cm^3 範圍內，尤佳在 0.8 至 1.0 g/cm^3 範圍內之夯實密度；

G) 在 0.1 至 2.5 mL/g 範圍內，例如在 0.15 至 1.5 mL/g 範圍內，尤佳在 0.2 至 0.8 mL/g 範圍內之孔隙體積；

H) 在 23 至 26° 範圍內之靜止角；

I) 在 50 至 150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

J) 在 150 至 300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

K) 在 250 至 620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ，

其中 ppm 及 ppb 各自以該二氧化矽顆粒之總重量計。

本發明之第三態樣為一種可藉由根據本發明之第一態樣之方法獲得的石英玻璃體。

較佳地，石英玻璃體具有以下特徵中之至少一種，例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤佳至少五種：

A] 小於 500 ppm、例如小於 400 ppm、尤佳小於 300 ppm 之 OH 含量；

B] 小於 60 ppm、較佳小於 40 ppm、例如小於 20 ppm 或小於 2 ppm、尤佳小於 0.5 ppm 之氯含量；

C] 小於 200 ppb、例如小於 100 ppb、尤佳小於 80 ppb 之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ ，例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之 ODC 含量；

E] 小於 1 ppm，例如小於 0.5 ppm，尤佳小於 0.1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量；

F] 在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之 OH 含量 A]計，不大於 10%、較佳不大於 5% 之 OH 含量標準差；

H] 以該石英玻璃體之 Cl 含量 B]計，不大於 10%、較佳不大於 5% 之 Cl 含量標準差；

I] 以該石英玻璃體之 Al 含量 C]計，不大於 10%、較佳不大於 5%

之 Al 含量標準差；

K] 圓柱形形式；

L] 小於 1000 ppb，例如小於 500 ppb 或小於 300 ppb 或小於 100 ppb，或在 1 至 500 ppb 或 1 至 300 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 100 ppb 範圍內之鎢含量；

M] 小於 1000 ppb，例如小於 500 ppb 或小於 300 ppb 或小於 100 ppb，或在 1 至 500 ppb 或 1 至 300 ppb 範圍內，尤佳在 1 至 100 ppb 範圍內之鋁含量，

其中 ppb 及 ppm 各自以該石英玻璃體之總重量計。

本發明之第四態樣為一種製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟 iv.) 之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 根據本發明之第三態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至該石英玻璃體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸來自步驟 B/ 之該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套 M1 之光導。

步驟 A/

步驟 A/ 中提供之石英玻璃體為具有至少一個開口之中空體。步驟 A/ 中提供之石英玻璃體較佳特徵在於根據本發明之第三態樣之特徵。步驟 A/ 中提供之石英玻璃體較佳可藉由根據本發明之第一態樣的包含自該石英玻

璃體製備中空體作為步驟 iv.)之方法獲得。尤佳地，由此獲得之石英玻璃體具有根據本發明之第三態樣之特徵。

步驟 B/

經由石英玻璃體之至少一個開口引入一或多個芯棒(步驟 B/)。在本發明之情形下，芯棒意謂經設計以引入至夾套(例如夾套 M1)中且經加工以獲得光導之物品。芯棒具有石英玻璃之芯。較佳地，芯棒包含石英玻璃之芯及包圍芯之夾套層 M0。

各芯棒具有經選擇以使得其適合石英玻璃體之形式。較佳地，芯棒之外部形式對應於石英玻璃體之開口之形式。尤佳地，石英玻璃體為管子且芯棒為具有圓形截面之棒。

芯棒之直徑小於中空體之內徑。較佳地，芯棒之直徑比中空體之內徑小 0.1 至 3 mm、例如小 0.3 至 2.5 mm 或小 0.5 至 2 mm 或小 0.7 至 1.5 mm、尤佳小 0.8 至 1.2 mm。

較佳地，石英玻璃體之內徑比芯棒之直徑的比率在 2:1 至 1.0001:1 範圍內，例如在 1.8:1 至 1.01:1 範圍內或在 1.6:1 至 1.005:1 範圍內或在 1.4:1 至 1.01:1 範圍內，尤佳在 1.2:1 至 1.05:1 範圍內。

較佳地，石英玻璃體內部未由芯棒填充之區域可填充有至少一種其他組分，例如二氧化矽粉末或二氧化矽顆粒。

亦有可能將已存在於另一石英玻璃體中之芯棒引入至一石英玻璃體中。在此情況下該另一石英玻璃體之外徑小於該石英玻璃體之內徑。引入至石英玻璃體中之芯棒亦可存在於兩個或多於兩個其他石英玻璃體中，例如存在於 3 或 4 或 5 或 6 個或多於 6 個其他石英玻璃體中。

以此方式可獲得的具有一或多個芯棒之石英玻璃體在下文中將稱為

「前驅體」。

步驟 C/

在溫暖處拉伸前驅體(步驟 C/)。所獲得之產物為具有一或多個芯及至少一個夾套 M1 之光導。

較佳地，前驅體之拉伸係以在 1 至 100 m/h 範圍內之速度，例如以在 2 至 50 m/h 或 3 至 30 m/h 範圍內之速度執行。尤佳地，石英玻璃體之拉伸係以 5 至 25 m/h 範圍內之速度執行。

較佳地，拉伸係在溫暖處在至多 2500°C 之溫度下、例如在 1700 至 2400°C 範圍內之溫度下、尤佳在 2100 至 2300°C 範圍內之溫度下執行。

較佳地，前驅體經傳送至烘箱，該烘箱自外部加熱前驅體。

較佳地，前驅體經拉伸直至達成光導之所要厚度。較佳地，前驅體經拉伸至 1,000 至 6,000,000 倍長度、例如至 10,000 至 500,000 倍長度或 30,000 至 200,000 倍長度，在每種情況下均以步驟 A/中提供之石英玻璃體之長度計。尤佳地，前驅體經拉伸至 100,000 至 10,000,000 倍長度、例如至 150,000 至 5,800,000 倍長度或 160,000 至 640,000 倍長度或 1,440,000 至 5,760,000 倍長度或 1,440,000 至 2,560,000 倍長度，在每種情況下均以步驟 A/中提供之石英玻璃體之長度計。

較佳地，前驅體之直徑藉由拉伸減小 100 至 3,500 範圍內、例如 300 至 3,000 或 400 至 800 或 1,200 至 2,400 或 1,200 至 1,600 範圍內之因數，在每種情況下均以步驟 A/中提供之石英玻璃體之直徑計。

亦稱為光波導之光導可包含適用於傳導或引導電磁輻射、尤其光之任何材料。

傳導或引導輻射意謂使輻射在光導之長度延伸上傳播而不顯著阻塞

或衰減輻射之強度。為此，輻射係經由光導之一端耦合至光導中。較佳地，光導傳導 170 至 5000 nm 波長範圍內之電磁輻射。較佳地，所討論之波長範圍內之輻射藉由光導的衰減在 0.1 至 10 dB/km 範圍內。較佳地，光導具有至多 50 Tbit/s 之轉移速率。

光導較佳具有大於 6 m 之捲曲參數。在本發明之情形下，捲曲參數意謂以不受外力之自由移動之纖維形式存在的纖維(例如光導或夾套 M1)之彎曲半徑。

光導較佳經製得為撓性的。在本發明之情形下，撓性的意謂光導之特徵在於 20 mm 或小於 20 mm、例如 10 mm 或小於 10 mm、尤佳小於 5 mm 或更小之彎曲半徑。彎曲半徑意謂在不使光導斷裂之情況下且在不削弱光導傳導輻射之能力之情況下可形成的最小半徑。在大於 0.1 dB 之光之衰減傳送至光導中之彎曲部時存在削弱。衰減較佳係在 1550 nm 之參考波長下提及。

較佳地，石英由二氧化矽與少於 1 重量%其他物質、例如少於 0.5 重量%其他物質、尤佳少於 0.3 重量%其他物質構成，在每種情況下均以石英之總重量計。此外，較佳地，以石英之總重量計，石英包含至少 99 重量%二氧化矽。

光導較佳具有細長形式。光導之形式由其長度延伸 L 及其截面 Q 界定。光導較佳沿著其長度延伸 L 具有圓形外壁。光導之截面 Q 始終確定於垂直於光導外壁之平面中。若光導在長度延伸 L 上為彎曲的，則截面 Q 確定為垂直於光導外壁上一點處之切線。光導較佳具有 0.04 至 1.5 mm 範圍內之直徑 d_L 。光導較佳具有 1 m 至 100 km 範圍內之長度。

根據本發明，光導包含一或多個芯，例如一個芯或兩個芯或三個芯或

四個芯或五個芯或六個芯或七個芯或多於七個芯，尤佳一個芯。較佳地，經由光導傳導之電磁輻射之多於 90%、例如多於 95%、尤佳多於 98%係在芯中傳導。為了在芯中傳輸光，如已關於光導給出的較佳之波長範圍適用。較佳地，芯之材料係選自由以下組成之群：玻璃或石英玻璃或兩者之組合，尤佳為石英玻璃。芯可彼此獨立地由相同材料或不同材料製成。較佳地，所有芯均由相同材料、尤佳石英玻璃製成。

各芯具有較佳圓形之截面 Q_K 且具有長度為 L_K 之細長形式。芯之截面 Q_K 與各其他芯之截面 Q_K 無關。芯之截面 Q_K 可相同或不同。較佳地，所有芯之截面 Q_K 均相同。芯之截面 Q_K 始終係於垂直於芯外壁或光導外壁之平面中確定。若芯在長度延伸上為彎曲的，則截面 Q_K 將垂直於芯外壁上一點處之切線。芯之長度 L_K 獨立於各其他芯之長度 L_K 。芯之長度 L_K 可相同或不同。較佳地，所有芯之長度 L_K 均相同。各芯較佳具有 1 m 至 100 km 範圍內之長度 L_K 。各芯具有直徑 d_K 。芯之直徑 d_K 獨立於各其他芯之直徑 d_K 。芯之直徑 d_K 可相同或不同。較佳地，所有芯之直徑 d_K 均相同。較佳地，各芯之直徑 d_K 在 0.1 至 1000 μm 、例如 0.2 至 100 μm 或 0.5 至 50 μm 、尤佳 1 至 30 μm 範圍內。

各芯垂直於芯之最大延伸具有至少一個折射率分佈。「折射率分佈」意謂折射率在垂直於芯之最大延伸之方向上恆定或變化。較佳之折射率分佈對應於同心折射率分佈，例如同心折射率輪廓，其中具有最大折射率之第一區域存在於芯之中心中且其由具有較低折射率之另一區域包圍。較佳地，各芯在其長度 L_K 上僅具有一個折射率分佈。芯之折射率分佈獨立於各其他芯中之折射率分佈。芯之折射率分佈可相同或不同。較佳地，所有芯之折射率分佈均相同。原則上，芯亦有可能具有多個不同折射率分佈。

垂直於芯之最大延伸的各折射率分佈具有最大折射率 n_K 。垂直於芯之最大延伸的各折射率分佈亦可具有其他較低折射率。折射率分佈之最低折射率較佳比折射率分佈之最大折射率 n_K 小不超過 0.5。折射率分佈之最低折射率較佳比折射率分佈之最大折射率 n_K 小 0.0001 至 0.15、例如 0.0002 至 0.1、尤佳 0.0003 至 0.05。

較佳地，芯具有 1.40 至 1.60 範圍內、例如 1.41 至 1.59 範圍內、尤佳 1.42 至 1.58 範圍內之折射率 n_K ，在每種情況下均在 $\lambda_r = 589 \text{ nm}$ (鈉 D 線)之參考波長下、在 20°C 之溫度下且在正常壓力($p = 1013 \text{ hPa}$)下量測。關於就此而言之其他細節，參見測試方法章節。芯之折射率 n_K 獨立於各其他芯之折射率 n_K 。芯之折射率 n_K 可相同或不同。較佳地，所有芯之折射率 n_K 均相同。

較佳地，光導之各芯具有 1.9 至 2.5 g/cm^3 範圍內、例如 2.0 至 2.4 g/cm^3 範圍內、尤佳 2.1 至 2.3 g/cm^3 範圍內之密度。較佳地，芯具有小於 100 ppb 、例如小於 20 ppb 或小於 5 ppb 、尤佳小於 1 ppb 之殘餘水分含量，在每種情況下均以芯之總重量計。芯之密度獨立於各其他芯之密度。芯之密度可相同或不同。較佳地，所有芯之密度均相同。

若光導包含多於一個芯，則各芯獨立於其他芯特徵在於以上特徵。所有芯較佳均具有相同特徵。

根據本發明，芯由至少一個夾套 M1 包圍。夾套 M1 較佳在芯之整個長度上包圍芯。較佳地，夾套 M1 包圍芯的至少 95%、例如至少 98% 或至少 99%、尤佳 100%(亦即芯之整個外壁)之外表面。通常，芯完全由夾套 M1 包圍直至末端(在每種情況下最後 1-5 cm)。此用以保護芯免受機械損害。

夾套 M1 可包含折射率低於沿芯之截面 Q_K 之輪廓的至少一個點 P 之任何材料，包括二氧化矽。較佳地，芯之截面 Q_K 之輪廓中的此至少一個點為處於芯之中心處之點。此外，較佳地，芯之截面之輪廓中的點 P 為芯中具有最大折射率 n_{Kmax} 之點。較佳地，夾套 M1 之折射率 n_{M1} 比芯之截面 Q 之輪廓中的至少一個點處之芯之折射率 n_K 低至少 0.0001。較佳地，夾套 M1 之折射率 n_{M1} 比芯之折射率 n_K 低 0.0001 至 0.5 範圍內、例如 0.0002 至 0.4 範圍內、尤佳 0.0003 至 0.3 範圍內之量。

夾套 M1 較佳具有 0.9 至 1.599 範圍內、例如 1.30 至 1.59 範圍內、尤佳 1.40 至 1.57 範圍內之折射率 n_{M1} 。較佳地，夾套 M1 形成具有恆定折射率 n_{M1} 之光導區域。具有恆定折射率之區域意謂折射率偏離 n_{M1} 之平均值不大於 0.0001 之區域。

原則上，光導可包含其他夾套。尤佳地，其他夾套中之至少一者、較佳其中若干或所有的折射率低於各芯之折射率 n_K 。較佳地，光導具有一個或兩個或三個或四個或多於四個包圍夾套 M1 之其他夾套。較佳地，包圍夾套 M1 之其他夾套之折射率低於夾套 M1 之折射率 n_{M1} 。

較佳地，光導具有一個或兩個或三個或四個或多於四個包圍芯且由夾套 M1 包圍(亦即定位於芯與夾套 M1 之間)之其他夾套。此外，較佳地，定位於芯與夾套 M1 之間的其他夾套之折射率高於夾套 M1 之折射率 n_{M1} 。

較佳地，折射率自光導之芯向最外夾套減小。折射率自芯向最外夾套之減小可逐步或連續地發生。折射率之減小可具有不同區段。此外，較佳地，折射率可在至少一個區段中為步階式的且在至少一個其他區段中為連續的。步長可具有相同或不同高度。當然有可能將具有增大之折射率的區段配置於具有減小之折射率的區段之間。

不同夾套之不同折射率可例如藉由摻雜夾套 M1、其他夾套及/或芯來組態。

視製備芯之方式而定，芯在其製備之後可能已具有第一夾套層 M0。直接鄰接芯之此夾套層 M0 有時亦稱為整體夾套層。夾套層 M0 定位得比夾套 M1 及其他夾套(若其存在)更接近芯之中間點。夾套層 M0 通常不起光傳導或輻射傳導之作用。實際上，夾套層 M0 更多地用以在輻射經傳輸時使其保持於芯內部。芯中傳導之輻射由此較佳在芯至夾套層 M0 之界面處經反射。芯至夾套層 M0 之此界面較佳特徵在於折射率之變化。夾套層 M0 之折射率較佳低於芯之折射率 n_K 。較佳地，夾套層 M0 包含與芯相同之材料，但由於摻雜或添加劑而具有低於芯之折射率。

較佳地，至少夾套 M1 由二氧化矽製成且具有以下特徵中之至少一種、較佳若干或全部特徵：

- a) 小於 10 ppm、例如小於 5 ppm、尤佳小於 1 ppm 之 OH 含量；
- b) 小於 60 ppm、較佳小於 40 ppm、例如小於 20 ppm 或小於 2 ppm、尤佳小於 0.5 ppm 之氯含量；
- c) 小於 200 ppb、較佳小於 100 ppb、例如小於 80 ppb、尤佳小於 60 ppb 之鋁含量；
- d) 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ ，例如在 $0.1 \cdot 10^{15}$ 至 $3 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內，尤佳在 $0.5 \cdot 10^{15}$ 至 $2.0 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 範圍內之 ODC 含量；
- e) 小於 1 ppm、例如小於 0.5 ppm、尤佳小於 0.1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量；
- f) 在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 及/或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) =$

12.2 及/或 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^{\circ}\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

g) 大於 6 m 之捲曲參數；

h) 以夾套 M1 之 OH 含量 a)計，不大於 10%、較佳不大於 5%之 OH 含量標準差；

i) 以夾套 M1 之 Cl 含量 b)計，不大於 10%、較佳不大於 5%之 Cl 含量標準差；

j) 以夾套 M1 之 Al 含量 c)計，不大於 10%、較佳不大於 5%之 Al 含量標準差；

k) 小於 $1 \cdot 10^{-4}$ 之折射率均質性；

l) 在 1150 至 1250°C 範圍內，尤佳在 1180 至 1220°C 範圍內之轉變點 T_g ，

其中 ppb 及 ppm 各自以夾套 M1 之總重量計。

較佳地，夾套具有小於 $1 \cdot 10^{-4}$ 之折射率均質性。折射率均質性指示以樣品中所量測之所有折射率之平均值計，樣品(例如夾套 M1 或石英玻璃體)之各位置處折射率之最大偏差。為了量測平均值，折射率係在至少七個量測位置量測。

較佳地，夾套 M1 具有小於 1000 ppb、例如小於 500 ppb、尤佳小於 100 ppb 之不同於鋁的金屬之金屬含量，在每種情況下均以夾套 M1 之總重量計。然而通常，夾套 M1 具有至少 1 ppb 之不同於鋁的金屬之含量。該等金屬為例如鈉、鋰、鉀、鎂、鈣、鋇、銻、銻、銅、鉬、鈦、鐵及鉻。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子或離子或錯合物之一部分存在。

夾套 M1 可包含其他成分。較佳地，夾套包含少於 500 ppm、例如少

於 450 ppm、尤佳少於 400 ppm 之其他成分，ppm 在每種情況下均以夾套 M1 之總重量計。可能的其他成分為例如碳、氟、碘、溴及磷。其可例如以元素形式、以離子形式或作為分子、離子或錯合物之一部分存在。然而通常，夾套 M1 具有至少 1 ppb 之其他成分之含量。

較佳地，夾套 M1 包含少於 5 ppm、例如少於 4 ppm 或少於 3 ppm、尤佳少於 2 ppm 碳，在每種情況下均以夾套 M1 之總重量計。然而通常，夾套 M1 具有至少 1 ppb 之碳含量。

較佳地，夾套 M1 具有均質分佈之 OH 含量、Cl 含量或 Al 含量。

在光導之一較佳實施例中，夾套 M1 以重量計貢獻至少 80 重量%、例如至少 85 重量%、尤佳至少 90 重量%，在每種情況下均以夾套 M1 及芯之總重量計。較佳地，夾套 M1 以重量計貢獻至少 80 重量%、例如至少 85 重量%、尤佳至少 90 重量%，在每種情況下均以夾套 M1、芯及定位於夾套 M1 與芯之間的其他夾套之總重量計。較佳地，夾套 M1 以重量計貢獻至少 80 重量%、例如至少 85 重量%、尤佳至少 90 重量%，在每種情況下均以光導之總重量計。

較佳地，夾套 M1 具有 2.1 至 2.3 g/cm³ 範圍內、尤佳 2.18 至 2.22 g/cm³ 範圍內之密度。

本發明之第五條關於一種可藉由包含以下步驟之方法獲得之光導：

A/ 提供

A1/ 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟 iv.) 之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 根據本發明之第三態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入至該石英玻璃體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸步驟 B/之該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套 M1 之光導。

步驟 A/、B/及 C/較佳特徵在於在本發明之第四態樣之情形下所描述的特徵。

光導較佳特徵在於在本發明之第四態樣之情形下所描述的特徵。

本發明之第六態樣係關於一種製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟 iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 根據本發明之第三態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

步驟(i)

在步驟(i)中，提供中空體。步驟(i)中提供之中空體包含至少一個開口，例如一個開口或兩個開口或三個開口或四個開口，尤佳一個開口或兩個開口。

較佳地，在步驟(i)中提供可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟 iv.)之方法獲得的具有至少一個開口之中空體(步驟(i-1))。較佳地，中空體具有在本發明之第一或第三態樣之情形下所描述的特徵。

較佳地，在步驟(i)中提供可獲自根據本發明之第三態樣的石英玻璃體

之中空體(步驟(i-2))。關於加工根據本發明之第三態樣之石英玻璃體以獲得中空體，存在許多可能性。

較佳地，具有兩個開口之中空體可類似於本發明之第一態樣之步驟iv.)自石英玻璃體形成。

加工石英玻璃體以獲得具有開口之中空體原則上可藉助於熟練人員已知且適用於製備具有開口之玻璃中空體之任何方法執行。舉例而言，包含壓製、吹製、抽吸或其組合之方法為適合的。亦有可能藉由封閉一開口(例如藉由熔融閉塞)自具有兩個開口之中空體形成具有一個開口之中空體。

所獲得之中空體較佳具有在本發明之第一及第三態樣之情形下所描述的特徵。

中空體由較佳以 98 至 100 重量%之範圍、例如 99.9 至 100 重量%之範圍、尤佳 100 重量%包含二氧化矽之材料製成，在每種情況下均以中空體之總重量計。

製備中空體之材料較佳具有至少一種、較佳若干、例如兩種或較佳所有的以下特徵：

HK1. 以材料之總重量計，較佳大於 95 重量%、例如大於 97 重量%、尤佳大於 99 重量%之二氧化矽含量；

HK2. 2.1 至 2.3 g/cm³ 範圍內、尤佳 2.18 至 2.22 g/cm³ 範圍內之密度；

HK3. 以中空體內部產生之光之量計，在 350 至 750 nm 可見光範圍內之至少一個波長下在 10 至 100%範圍內、例如 30 至 99.99%範圍內、尤佳 50 至 99.9%範圍內之透光率；

HK4. 小於 500 ppm、例如小於 400 ppm、尤佳小於 300 ppm 之 OH 含量；

HK5. 小於 60 ppm、較佳小於 40 ppm、例如小於 20 ppm 或小於 2 ppm、尤佳小於 0.5 ppm 之氯含量；

HK6. 小於 200 ppb、例如小於 100 ppb、尤佳小於 80 ppb 之鋁含量；

HK7. 小於 5 ppm、例如小於 4.5 ppm、尤佳小於 4 ppm 之碳含量；

HK8. 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 之 ODC 含量；

HK9. 小於 1 ppm、例如小於 0.5 ppm、尤佳小於 0.1 ppm 之不同於鋁的金屬之金屬含量；

HK10. 在 $\log_{10} \eta (1250^\circ\text{C}) = 11.4$ 至 $\log_{10} \eta (1250^\circ\text{C}) = 12.4$ 及/或 $\log_{10} \eta (1300^\circ\text{C}) = 11.1$ 至 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C}) = 11.7$ 及/或 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C}) = 10.5$ 至 $\log_{10} \eta (1350^\circ\text{C}) = 11.1$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

HK11. 在 1150 至 1250°C 範圍內，尤佳在 1180 至 1220°C 範圍內之轉變點 T_g ；

其中 ppm 及 ppb 各自以中空體之總重量計。

步驟(ii)

較佳地，步驟(i)之中空體在用氣體填充之前用電極、較佳兩個電極裝配。較佳地，電極連接至電流之來源。較佳地，電極連接至施照體插口。

電極之材料較佳係選自金屬之群。原則上，電極材料可選自在施照體之操作條件下其形式或作為電極之電導率不會氧化、腐蝕、熔融或以其他方式變得受損害的任何金屬。電極材料較佳係選自由以下組成之群：鐵、鋁、銅、鎢、銻、金及鉑或選自其之至少兩者，鎢、鋁或銻較佳。

步驟(iii)

用氣體填充在步驟(i)中提供且在步驟(ii)中視情況用電極裝配之中空體。

填充可以熟練人員已知且適用於填充之任何方法執行。較佳地，氣體係經由至少一個開口饋入至中空體中。

較佳地，中空體在用氣體填充之前經抽真空，較佳經抽真空至小於 2 毫巴之壓力。藉由隨後引入氣體，用氣體填充中空體。可重複此等步驟以便減少空氣雜質、尤其氧氣。較佳地，重複此等步驟至少兩次、例如至少三次或至少四次、尤佳至少五次直至其他氣體雜質(諸如空氣，尤其氧氣)之量足夠低。此程序對於填充具有一個開口之中空體而言尤佳。

在包含兩個或多於兩個開口之中空體中，中空體較佳係經由開口之一填充。在用氣體填充之前中空體中存在之空氣可經由至少一個其他開口離開。氣體經饋入至中空體直至其他氣體雜質(諸如空氣，尤其氧氣)之量足夠低。

較佳地，中空體係用惰性氣體；或用兩種或多於兩種惰性氣體之組合；例如用氮氣、氦氣、氖氣、氬氣、氪氣、氙氣或其兩者或多於兩者之組合；尤佳用氮氣、氬氣或氮氣及氬氣之組合填充。用於施照體之中空體的更佳之填充材料為氘及汞。

較佳地，中空體在填充氣體之後經封閉，以使得在進一步加工期間氣體不會離開、在進一步加工期間無空氣自外部進入或兩種情況皆有。封閉可藉由熔融或置放帽蓋來執行。適合帽蓋為例如石英玻璃帽蓋(其例如熔融至中空體上)或施照體插口。較佳地，中空體係藉由熔融來封閉。

根據本發明之第六態樣之施照體包含中空體及視情況電極。施照體較佳具有至少一種、例如至少兩種或至少三種或至少四種、尤佳至少五種以下特徵：

I.) 在 0.1 cm^3 至 10 m^3 範圍內，例如在 0.3 cm^3 至 8 m^3 範圍內，尤

佳在 0.5 cm^3 至 5 m^3 範圍內之體積；

II.) 在 1 mm 至 100 m 範圍內，例如在 3 mm 至 80 m 範圍內，尤佳在 5 mm 至 50 m 範圍內之長度；

III.) 在 2 至 360° 範圍內，例如在 10 至 360° 範圍內，尤佳在 30 至 360° 範圍內之輻射角；

IV.) 在 145 至 4000 nm 波長範圍內，例如在 150 至 450 nm 或 800 至 4000 nm 範圍內，尤佳在 160 至 280 nm 範圍內之光輻射；

V.) 在 1 mW 至 100 kW 範圍內，尤佳在 1 kW 至 100 kW 範圍內或在 1 至 100 W 範圍內之功率。

本發明之第七樣係關於一種可藉由包含以下步驟之方法獲得之施照體：

(i) 提供：

(i-1) 可藉由根據本發明之第一態樣的包含步驟 iv.) 之方法獲得的具有至少一個開口之中空體；或

(i-2) 根據本發明之第三態樣之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

步驟(i)、(ii)及(iii)較佳特徵在於在第六態樣之上下文中所描述的特徵。

施照體較佳特徵在於在第五態樣之上下文中所描述的特徵。

本發明之第八態樣係關於一種製備成型體之方法，其包含以下步驟：

(1) 提供根據本發明之第一或第三態樣之石英玻璃體；

(2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

步驟(1)中提供之石英玻璃體為根據本發明之第三態樣或可藉由根據本發明之第一態樣之方法獲得的石英玻璃體。較佳地，所提供之石英玻璃體具有本發明之第一或第三態樣之特徵。

步驟(2)

為了形成步驟(1)中提供之石英玻璃體，原則上熟練人員已知且適用於形成石英玻璃之任何方法均為可能的。較佳地，石英玻璃體係如在本發明之第一、第四及第六態樣之情形下所描述形成以獲得成型體。此外，較佳地，成型體可藉助於玻璃吹製者所已知之技術成型。

成型體原則上可呈可自石英玻璃成型之任何形狀。較佳之成型體為例如：

- 具有至少一個開口之中空體，諸如圓底燒瓶及立式燒瓶，
- 用於該等中空體之夾具及帽蓋，
- 開放式製品，諸如碗及船(晶圓載體)，
- 開放式或可封閉配置之坩堝，
- 板片及窗，
- 比色管，
- 管子及中空圓柱，例如反應管、截面管、立方體腔室，
- 棒、桿及塊，例如呈圓形或角形、對稱或不對稱形式，
- 在一端或兩端封閉之管子及中空圓柱，
- 圓頂及鐘狀物，
- 凸緣，
- 透鏡及稜鏡，

- 彼此焊接之部件，
- 彎曲部件，例如凸面或凹面表面及板片，彎曲棒及管。

根據一較佳實施例，成型體可在成型之後經處理。為此，原則上結合本發明之第一態樣所描述的適用於後處理石英玻璃體之所有方法均為可能的。較佳地，成型體可例如藉由鑽探、搪磨、外部研磨、減小尺寸或拉伸而經機械加工。

本發明之第九態樣係關於一種可藉由包含以下步驟之方法獲得之成型體：

- (1) 提供根據本發明之第一或第三態樣之石英玻璃體；
- (2) 使該石英玻璃體成型以獲得該成型體。

步驟(1)及(2)較佳特徵在於在第八態樣之上下文中所描述的特徵。

成型體較佳特徵在於在第八態樣之上下文中所描述的特徵。

本發明之第十態樣係由矽-氯化化合物製備之二氧化矽粉末用於製備石英玻璃及選自由光導、施照體及成型體組成之群的包含石英玻璃之產品之用途，其中該二氧化矽粉末較佳具有以下特徵：

- a. 在 10 至 70 m^2/g 範圍內之 BET 表面積，及
- b. 在 0.01 至 0.3 g/cm^3 範圍內之容積密度。

【圖式簡單說明】

圖 1 流程圖(製備石英玻璃體之方法)

圖 2 流程圖(製備二氧化矽顆粒 I 之方法)

圖 3 流程圖(製備二氧化矽顆粒 II 之方法)

圖 4 流程圖(製備光導之方法)

圖 5 流程圖(製備施照體之方法)

圖 6 烘箱中之掛式坩堝之示意圖

圖 7 烘箱中之立式坩堝之示意圖

圖 8 具有沖洗環之坩堝之示意圖

圖 9 噴霧塔之示意圖

圖 10 光導之截面之示意圖

圖 11 光導之視圖之示意圖

圖 12 具有露點量測裝置之坩堝之示意圖

圖 13 氣壓燒結烘箱(GDS 烘箱)之示意圖

圖 14 流程圖(製備成型體之方法)

【實施方式】

圖 1 展示根據本發明製備石英玻璃體之方法 100 之流程圖，其含有步驟 101 至 104。在第一步驟 101 中，提供二氧化矽顆粒。在第二步驟 102 中，自二氧化矽顆粒製造玻璃熔體。

較佳地，可引入至烘箱中且自烘箱移出之模具用於熔融。該等模具通常由石墨製成。其向澆鑄物件提供陰性形式。在步驟 103 中使二氧化矽顆粒填充至模具中且首先於模具中熔融。隨後，藉由冷卻熔體在同一模具中形成石英玻璃體。隨後使其自模具釋放且例如在視情況選用之步驟 104 中進一步加工。此程序為不連續的。熔體之形成較佳係在減壓下、尤其在真空中執行。此外，在步驟 103 期間有可能間歇地向烘箱饋入還原性含氫氣氛圍。

在另一程序中，較佳利用懸掛式或立式坩堝。熔融較佳係在還原性含氫氣氛圍中執行。在第三步驟 103 中，形成石英玻璃體。石英玻璃體之形成較佳係藉由自坩堝移出至少一部分玻璃熔體且冷卻來執行。移出較佳係

經由坩堝下端之噴嘴執行。在此情況下，石英玻璃體之形式可由噴嘴之設計確定。以此方式，舉例而言，可獲得實心體。舉例而言，若噴嘴另外具有心軸，則獲得中空體。製備石英玻璃體之方法之此實例及尤其步驟 103 較佳係連續地執行。在視情況選用之步驟 104 中，可自實心石英玻璃體形成中空體。

圖 2 展示製備二氧化矽顆粒 I 之方法 200 之流程圖，其含有步驟 201 至 204。在第一步驟 201 中，提供二氧化矽粉末。二氧化矽粉末較佳係獲自使矽-氯化物在熱解方法中轉化為二氧化矽之合成方法。在第二步驟 202 中，使二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末。經處理之二氧化矽粉末之氯含量低於在用氨加工之前的二氧化矽粉末。在第三步驟 203 中，將經處理之二氧化矽粉末與液體、較佳與水混合以獲得經處理之二氧化矽粉末之漿液。在第四步驟 204 中，使漿液中所含有之二氧化矽轉變為二氧化矽顆粒，較佳藉由噴霧造粒執行。為此，將漿液經由噴嘴噴霧至噴霧塔中且乾燥以獲得細粒。由此獲得的二氧化矽顆粒的氯含量低於氨處理之前之二氧化矽粉末 I。

圖 3 展示製備二氧化矽顆粒 II 之方法 300 之流程圖，其含有步驟 301、302、303 及 304。步驟 301、302 及 303 對應於根據圖 2 之步驟 201、202 及 203 進行。在步驟 304 中，加工在步驟 303 中獲得之二氧化矽顆粒 I 以獲得二氧化矽顆粒 II。此較佳藉由使二氧化矽顆粒 I 在含氯氣氛圍中升溫來執行。

圖 4 展示製備光導之方法之流程圖，其含有步驟 401、403 及 404 以及視情況選用之步驟 402。在第一步驟 401 中，提供石英玻璃體、較佳根據方法 100 製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空石英玻璃

體。在第二步驟 402 中，對應於步驟 104，自步驟 401 中提供之實心石英玻璃體形成中空石英玻璃體。在第三步驟 403 中，將一個或多於一個芯棒引入至中空中。在第四步驟 404 中，加工裝配有一個或多於一個芯棒之石英玻璃體以獲得光導。為此，裝配有一個或多於一個芯棒之石英玻璃體較佳藉由升溫而軟化且經拉伸直至達成光導之所要厚度。

圖 5 展示製備施照體之方法之流程圖，其含有步驟 501、503 及 504 以及視情況選用之步驟 502。在第一步驟 501 中，提供石英玻璃體、較佳根據方法 100 製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空石英玻璃體。若步驟 501 中提供之石英玻璃體為實心的，則對應於步驟 104，視情況在第二步驟 502 中形成其以獲得中空石英玻璃體。在視情況選用之第三步驟中，用電極裝配中空石英玻璃體。在第四步驟 504 中，用氣體、較佳氬氣、氮氣、氙氣或其組合填充中空石英玻璃體。較佳地，實心石英玻璃體係首先提供(501)、成型以獲得中空體(502)、用電極裝配(503)及用氣體填充(504)。

在圖 6 中，展示具有懸掛式坩堝之烘箱 800 之較佳實施例。坩堝 801 係懸掛式配置於烘箱 800 中。坩堝 801 在其上部區域中具有吊架總成 802，以及固體入口 803 及噴嘴 804 作為出口。坩堝 801 係經由固體入口 803 經二氧化矽顆粒 805 填充。在操作中，二氧化矽顆粒 805 存在於坩堝 801 之上部區域中，而玻璃熔體 806 存在於坩堝之下部區域中。坩堝 801 可藉由配置於坩堝壁 810 外側上之加熱元件 807 加熱。烘箱亦在加熱元件 807 與烘箱之外壁 808 之間具有絕熱層 809。絕熱層 809 與坩堝壁 810 中間的空間可經氣體填充且為此目的具有氣體入口 811 及氣體出口 812。石英玻璃體 813 可經由噴嘴 804 自烘箱移出。

在圖 7 中，展示具有立式坩堝之烘箱 900 之較佳實施例。坩堝 901 係立式配置於烘箱 900 中。坩堝 901 具有站立區域 902、固體入口 903 及噴嘴 904 作為出口。坩堝 901 係經由入口 903 經二氧化矽顆粒 905 填充。在操作中，二氧化矽顆粒 905 存在於坩堝之上部區域中，而玻璃熔體 906 存在於坩堝之下部區域中。坩堝可藉由配置於坩堝壁 910 外側上之加熱元件 907 加熱。烘箱亦在加熱元件 907 與外壁 908 之間具有絕熱層 909。絕熱層 909 與坩堝壁 910 中間的空間可經氣體填充且為此目的具有氣體入口 911 及氣體出口 912。石英玻璃體 913 可經由噴嘴 904 自坩堝 901 移出。

圖 8 中展示坩堝 1000 之較佳實施例。坩堝 1000 具有固體入口 1001 及噴嘴 1002 作為出口。坩堝 1000 係經由固體入口 1001 經二氧化矽顆粒 1003 填充。在操作中，二氧化矽顆粒 1003 以靜止錐 1004 形式存在於坩堝 1000 之上部區域中，而玻璃熔體 1005 存在於坩堝之下部區域中。坩堝 1000 可經氣體填充。其具有氣體入口 1006 及氣體出口 1007。氣體入口為安裝於二氧化矽顆粒上方之坩堝壁上的沖洗環。坩堝內部之氣體係經由接近於熔融水平面及/或靜止錐上方、靠近坩堝壁之沖洗環(此處未展示氣體饋入)釋放，且沿以環形式配置於坩堝 1000 之蓋 1008 中的氣體出口 1007 之方向流動。以此方式產生之氣流 1010 沿坩堝壁移動且浸沒其。石英玻璃體 1009 可經由噴嘴 1002 自坩堝 1000 移出。

圖 9 中展示用於對二氧化矽噴霧造粒之噴霧塔 1100 之較佳實施例。噴霧塔 1100 包含進料端 1101，含有二氧化矽粉末及液體之加壓漿液經由該進料端饋入至噴霧塔中。在管線之末端為噴嘴 1102，漿液經由該噴嘴以精細擴散之分佈形式引入至噴霧塔中。較佳地，噴嘴向上傾斜，以使得漿液沿噴嘴方向以精細液滴形式噴霧至噴霧塔中，且隨後在重力影響下以弧

形落下。在噴霧塔之上端存在氣體入口 1103。藉由經由氣體入口 1103 引入氣體，氣流沿與漿液自噴嘴 1102 之出口方向相反的方向產生。噴霧塔 1100 亦包含篩檢裝置 1104 及篩分裝置 1105。小於規定粒度之粒子係藉由篩檢裝置 1104 提取且經由排出口 1106 移出。篩檢裝置 1104 之提取強度可經組態以對應於待提取之粒子之粒度。大於規定粒度之粒子係藉由篩分裝置 1105 篩分出且經由排出口 1107 移出。篩分裝置 1105 之篩透過率可經選擇以對應於待篩分出之粒度。剩餘粒子(具有所要粒度之二氧化矽顆粒)係經由出口 1108 移出。

圖 10 中展示根據本發明之光導 1200 之示意性截面，該光導具有芯 1201 及包圍芯 1201 之夾套 M1 1202。

圖 11 示意性地展示具有電纜結構之光導 1300 之俯視圖。為了表示芯 1301 及圍繞芯 1301 之夾套 M1 1302 之配置，一部分芯 1301 展示為不具有夾套 M1 1302。然而典型地，芯 1301 在其整個長度上均由夾套 M1 1302 包覆。

圖 12 展示坩堝 1400 之較佳實施例。坩堝具有固體入口 1401 及出口 1402。在操作中，二氧化矽顆粒 1403 以靜止錐 1404 形式存在於坩堝 1400 之上部區域中，而玻璃熔體 1405 存在於坩堝之下部區域中。坩堝 1400 具有氣體入口 1406 及氣體出口 1407。氣體入口 1406 及氣體出口 1407 配置於二氧化矽顆粒 1403 之靜止錐 1404 上方。氣體出口 1406 包含氣體進料端 1408 及量測離開氣體之露點之裝置 1409 的管線。裝置 1409 包含露點鏡式濕度計(此處未展示)。坩堝與量測露點之裝置 1409 之間的分隔可變化。石英玻璃體 1410 可經由坩堝 1400 之出口 1402 移出。

圖 13 展示適用於真空燒結方法、氣壓燒結方法及尤其其組合的烘箱

1500 之較佳實施例。烘箱自外部朝內具有耐壓夾套 1501 及絕熱層 1502。稱為烘箱內部的由此封圍之空間可經由氣體進料端 1504 饋有氣體或氣體混合物。此外，烘箱內部具有氣體出口 1505，氣體可經由該氣體出口移出。根據氣體進料端 1504 與 1505 處氣體移出之間的氣體輸送平衡，可在烘箱 1500 之內部產生過壓、真空或亦氣流。此外，加熱元件 1506 存在於烘箱內部 1500。其通常安裝於絕熱層 1502 上(此處未展示)。為了保護熔體材料免受污染，在烘箱內部存在所謂的「襯墊」1507，其將烘箱室 1503 與加熱元件 1506 分隔開。具有待熔融材料 1509 之模具 1508 可引入至烘箱室 1503 中。模具 1508 可在一側打開(此處展示)或可完全封圍熔體材料 1509(未展示)。

圖 14 展示製備成型體之方法之流程圖，其含有步驟 1601 及 1602。在第一步驟 1601 中，提供石英玻璃體、較佳根據方法 100 製備之石英玻璃體。該種石英玻璃體可為實心或中空體石英玻璃體。在第二步驟 1602 中，自步驟 1601 中提供之實心石英玻璃體形成成型體。

[測試方法]

a. 假定溫度

假定溫度係藉由拉曼光譜分析(Raman spectroscopy)使用約 606 cm^{-1} 下之拉曼散射強度來量測。*Pfleiderer* 等人;「The UV-induced 210 nm absorption band in fused Silica with different thermal history and stoichiometry」; Journal of Non-Crystalline Solids, 第 159 卷 (1993), 第 145-153 頁之稿件中所描述的程序及分析。

b. OH 含量

玻璃之 OH 含量係藉由紅外光譜分析來量測。利用 D. M. Dodd & D.

M. Fraser 「Optical Determinations of OH in Fused Silica」(J.A.P. 37, 3991 (1966))之方法。替代其中所提及之裝置，利用 FTIR 光譜儀(傅立葉變換(Fourier transform)紅外光譜儀，Perkin Elmer 之現行 System 2000)。對光譜之分析原則上可對約 3670 cm^{-1} 下之吸收帶或約 7200 cm^{-1} 下之吸收帶執行。帶之選擇係基於經由 OH 吸收之透射率損失在 10 與 90%之間來進行。

c. 缺氧中心(ODC)

在定量偵測中，ODC(I)吸收係在 165 nm 下、藉助於傳輸量測、以粗度在 1-2 mm 之間的探針、使用 McPherson, Inc. (USA)之型號 VUVAS 2000 真空 UV 光譜儀量測。

則：

$$N = \alpha / \sigma$$

其中

$$N = \text{缺陷濃度}[1/\text{cm}^3]$$

$$\alpha = \text{ODC(I)帶之光學吸收}[1/\text{cm}, \text{base } e]$$

$$\sigma = \text{有效截面}[\text{cm}^2]$$

其中有效截面設定為 $\sigma = 7.5 \cdot 10^{-17} \text{ cm}^2$ (來自 L. Skuja, 「Color Centers and Their Transformations in Glassy SiO_2 」, Lectures of the summer school 「Photosensitivity in optical Waveguides and glasses」, 1998 年 7 月 13-18 日, Vitznau, Switzerland)。

d. 元素分析

d-1) 將固體樣品碾碎。隨後，藉由以下方式清潔約 20 g 樣品：將其引入至耐 HF 之容器中，用 HF 完全覆蓋其，且在 100°C 下熱處理一小時。

在冷卻之後，丟棄酸且用高純度水清潔樣品數次。隨後，在乾燥箱中乾燥容器及樣品。

隨後，將約 2 g 固體樣品(如上清潔之碾碎材料；無預處理之粉塵等)稱重至耐 HF 之萃取容器中且溶解於 15 ml HF (50 重量%)中。將萃取容器封閉且在 100℃ 下熱處理直至樣品完全溶解。隨後，打開萃取容器且在 100℃ 下進一步熱處理，直至溶液完全蒸發。同時，用 15 ml 高純度水填充萃取容器 3 次。引入 1 ml HNO₃ 至萃取容器中，以便溶解分離之雜質且用高純度水填充達至 15 ml。樣品溶液隨後準備好。

d-2) ICP-MS / ICP-OES 量測

視預期元素濃度而利用 OES 抑或 MS。典型地，MS 之量測值為 1 ppb，且 OES 之量測值為 10 ppb(在各情況下均以所稱重樣品計)。用量測裝置量測元素濃度係根據裝置製造商(ICP-MS: Agilent 7500ce; ICP-OES: Perkin Elmer 7300 DV)之規定且使用經認證之校準用參考液體來執行。隨後以探針之初始重量(2 g)計，轉化藉由裝置量測的溶液(15 ml)中之元素濃度。

注意：應記住，為了量測所討論之元素濃度，酸、容器、水及裝置必須足夠純。此藉由萃取不具有石英玻璃之空白樣品來檢查。

以下元素係以此方式量測：Li、Na、Mg、K、Ca、Fe、Ni、Cr、Hf、Zr、Ti、(Ta)、V、Nb、W、Mo、Al。

d-3) 以液體形式存在之樣品之量測係如上文所描述執行，其中省略根據步驟 d-1)之樣品製備。引入 15 ml 液體樣品至萃取燒瓶中。無需進行以初始樣品重量計之轉化。

e. 測定液體之密度

為了量測液體之密度，將精確規定體積之液體稱重至對液體及其成分

惰性之量測裝置中，其中量測容器之空重量及填充重量。密度以兩個重量量測值之間的差值除以所引入液體之體積給出。

f. 氟離子測定

將 15 g 石英玻璃樣品碾碎且藉由在 70°C 下於硝酸中處理來清潔。隨後將樣品用高純度水洗滌數次，且隨後乾燥。將 2 g 樣品稱重至鎳坩堝中且用 10 g Na_2CO_3 及 0.5 g ZnO 覆蓋。將坩堝用 Ni 蓋封閉且在 1000°C 下烘烤一小時。隨後將鎳坩堝用水填充且使其沸騰直至熔體外皮完全溶解。將溶液轉移至 200 ml 量測燒瓶且用高純度水填充達至 200 ml。在使未溶解成分沈降之後，取 30 ml 且轉移至 100 ml 量測燒瓶，添加 0.75 ml 冰乙酸及 60 ml TISAB 且用高純度水填滿。將樣品溶液轉移至 150 ml 玻璃燒杯。

樣品溶液中氟離子含量之量測係藉助於適用於預期濃度範圍之離子敏感(氟離子)電極及如製造商規定之顯示裝置(此處為氟離子選擇性電極及參考電極 F-500 與 R503/D，連接至 pMX 3000/pH/ION，來自 Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH)執行。用溶液中之氟離子濃度、稀釋因數及樣品重量，計算石英玻璃中之氟離子濃度。

g. 測定氯(>= 50 ppm)

將 15 g 石英玻璃樣品碾碎且藉由在約 70°C 下用硝酸處理來清潔。隨後，將樣品用高純度水沖洗數次，且隨後乾燥。隨後將 2 g 樣品填充至用於壓力容器之 PTFE 插入物中，用 15 ml NaOH ($c=10 \text{ mol/l}$) 溶解，用 PTFE 蓋封閉且置放於壓力容器中。將其封閉且在約 155°C 下熱處理 24 小時。在冷卻之後，將 PTFE 插入物移出且將溶液完全轉移至 100 ml 量測燒瓶。添加 10 ml HNO_3 (65 重量%)及 15 ml 乙酸鹽緩衝液，使其冷卻且用高純度

水填充至 100 ml。將樣品溶液轉移至 150 ml 玻璃燒杯。樣品溶液具有 5 與 7 之間的範圍內之 pH 值。

樣品溶液中氯離子含量之量測係藉助於適用於預期濃度範圍之離子敏感(氯離子)電極及如製造商規定之顯示裝置(此處為型號 C1-500 之電極及型號 R-503/D 之參考電極，連接至 pMX 3000/pH/ION，來自 Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH)執行。

h. 氯含量(< 50 ppm)

石英玻璃中 < 50 ppm 達至 0.1 ppm 之氯含量係藉由中子活化分析(NAA)來量測。為此，自所研究之石英玻璃體取 3 個各自具有 3 mm 直徑及 1 cm 長度之孔。將其送至分析之研究機構，在此情況下送至 Mainz, Germany 之 Johannes-Gutenberg University 的核化學研究所。為了排除樣品受氯污染，直接在量測之前的位置處配置在 HF 浴中對樣品之澈底清潔。各孔經量測數次。結果及孔隨後由研究機構送回。

i. 光學性質

石英玻璃樣品之透射率係用來自 Perkin Elmer 之商業光柵-或 FTIR-光譜儀(Lambda 900 [190-3000 nm]或 System 2000 [1000-5000 nm])量測。選擇係由所需量測範圍確定。

為了量測絕對透射率，在平行平面上對樣品體拋光(表面粗糙度 RMS < 0.5 nm)且藉由超音波處理清除掉表面之所有殘餘物。樣品厚度為 1 cm。在歸因於雜質、摻雜劑等之預期強透射損失之情況下，可選擇更厚或更薄樣品以便保持在裝置之量測範圍內。選擇一樣品厚度(量測長度)，在該樣品厚度下由於輻射通過樣品而僅產生輕微假像且同時量測到足夠偵測之效應。

量測不透明度，將樣品置放於積分球之前。不透明度係使用量測之透射率值 T 根據下式計算： $O = 1/T = I_0/I$ 。

j. 管或棒中之折射率及折射率分佈

管/棒之折射率分佈可藉助於 York Technology Ltd. Preform Profiler P102 或 P104 表徵。為此，將棒置放得位於量測腔室中，腔室緊密封閉。隨後將量測腔室用在 633 nm 測試波長下之折射率極類似於最外玻璃層在 633 nm 下之折射率的浸入油填充。雷射束隨後經過量測腔室。在量測腔室後面(沿輻射之方向)安裝有量測(進入量測腔室之輻射與離開量測腔室之輻射相比的)偏向角之偵測器。在棒之折射率分佈具放射對稱性之假定下，可藉助於逆 Abel 變換重構徑向折射率分佈。此等計算係藉由裝置製造商 York 之軟體執行。

樣品之折射率係類似於上文描述用 York Technology Ltd. Preform Profiler P104 量測。在各向同性樣品之情況下，折射率分佈之量測僅給出一個值，折射率。

k. 碳含量

二氧化矽顆粒及二氧化矽粉末之表面碳含量之定量量測係用來自 Leco Corporation, USA 之碳分析儀 RC612，藉由用氧氣使所有表面碳污染物(除 SiC 之外)完全氧化以獲得二氧化碳來執行。為此，將 4.0 g 樣品稱重且引入至石英玻璃盤中之碳分析儀中。將樣品浸潤於純氧氣中且加熱至 900°C 維持 180 秒。所形成之 CO₂ 係藉由碳分析儀之紅外偵測器來量測。在此等量測條件下，偵測極限處於 ≤ 1 ppm (重量 ppm) 碳。

適用於使用以上所提及之碳分析儀的此分析之石英玻璃船可作為 LECO 分析儀之消耗品以 LECO 編號 781-335 於實驗室供應市場獲得，在

本發明之情況下獲自 Deslis Laborhandel, Flurstraße 21, D-40235 Dusseldorf (Germany), Deslis 編號 LQ-130XL。該種船具有約 25 mm/60 mm/15 mm 之寬度/長度/高度維度。石英玻璃船經樣品材料填充達至其高度的一半。對於二氧化矽粉末，可達至 1.0 g 樣品材料之樣品重量。偵測下限則為<1 重量 ppm 碳。在相同船中，就相同填充高度而言，達至 4 g 二氧化矽顆粒之樣品重量(平均粒度在 100 至 500 μm 範圍內)。偵測下限則為約 0.1 重量 ppm 碳。當樣品之量測表面積分為空樣品(空樣品=以上方法但用空石英玻璃船)之量測表面積分的不大於三倍時，達至偵測下限。

l. 捲曲參數

捲曲參數(亦稱為：「纖維捲曲」)係根據 DIN EN 60793-1-34:2007-01 (德語版之標準 IEC 60793-1-34:2006)量測。量測係根據附件 A 於章節 A.2.1、A.3.2 及 A.4.1 中描述之方法(「極值技術」)進行。

m. 衰減

衰減係根據 DIN EN 60793-1-40:2001 (德語版之標準 IEC 60793-1-40:2001)量測。量測係根據附件中描述之方法(「回切法」)在 $\lambda = 1550 \text{ nm}$ 之波長下進行。

n. 漿液之黏度

將漿液用脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 $\text{M}\Omega\text{cm}$)設定為 30 重量%固體含量之濃度。黏度隨後係用來自 Anton-Paar 之 MCR102 量測。為此，黏度係在 5 rpm 下量測。量測係在 23°C 之溫度及 1013 hPa 之氣壓下進行。

o. 搖變性

將漿液之濃度用脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2

MΩcm)設定為 30 重量%固體之濃度。搖變性隨後係用來自 Anton-Paar 的具有錐與板配置之 MCR102 量測。黏度係在 5 rpm 及 50 rpm 下量測。第一與第二值之商給出搖變指數。量測係在 23℃ 之溫度下進行。

p. 漿液之 ζ 電位

為了 ζ 電位量測，利用 ζ 電位單元(Flow Cell, Beckman Coulter)。將樣品溶解於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 MΩcm)中以獲得具有 1 g/L 濃度之 20 mL 溶液。經由添加具有 0.1 mol/L 及 1 mol/L 濃度之 HNO₃ 溶液及具有 0.1 mol/L 濃度之 NaOH 溶液將 pH 設定為 7。量測係在 23℃ 之溫度下進行。

q. 漿液之等電點

等電點，利用 ζ 電位量測單元(Flow Cell, Beckman Coulter)及自動滴定儀(DelsaNano AT, Beckman Coulter)。將樣品溶解於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質：18.2 MΩcm)中以獲得具有 1 g/L 濃度之 20 mL 溶液。藉由添加具有 0.1 mol/L 及 1 mol/L 濃度之 HNO₃ 溶液及具有 0.1 mol/L 濃度之 NaOH 溶液改變 pH。等電點為 ζ 電位等於 0 所處之 pH 值。量測係在 23℃ 之溫度下進行。

r. 漿液之 pH 值

漿液之 pH 值係使用來自 Wissenschaftlich-Technische-Werkstätten GmbH 之 WTW 3210 量測。來自 WTW 之 pH 3210 Set 3 用作電極。量測係在 23℃ 之溫度下進行。

s. 固體含量

將稱重部分 m_1 之樣品加熱至 500℃ 維持 4 小時，在冷卻之後再稱重 (m_2)。固體含量 w 以 $m_2/m_1 \cdot 100$ [重量%]給出。

t. 容積密度

容積密度係根據標準 DIN ISO 697:1984-01 用來自 Powtec 之 SMG 697 量測。散裝材料(二氧化矽粉末或顆粒)不會結塊。

u. 夯實密度(顆粒)

夯實密度係根據標準 DIN ISO 787:1995-10 量測。

v. 量測孔隙尺寸分佈

孔隙尺寸分佈係根據 DIN 66133 (在 480 mN/m 之表面張力及 140°之接觸角下)量測。為了量測小於 3.7 nm 之孔隙尺寸，使用來自 Porotec 之 Pascal 400。為了量測 3.7 nm 至 100 μm 之孔隙尺寸，使用來自 Porotec 之 Pascal 140。在量測之前使樣品經歷壓力處理。為此，使用手動液壓機(來自 Specac Ltd., River House, 97 Cray Avenue, Orpington, Kent BR5 4HE, U.K.之訂單編號 15011)。將 250 mg 樣品材料稱重至來自 Specac Ltd.之具有 13 mm 內徑之糰粒螺模中且負載有 1 t，根據顯示。維持此負載 5 s 且視需要再調節。隨後釋放樣品上之負載，且將樣品在再循環空氣乾燥箱中在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 下乾燥 4 h。

將樣品稱重至精確度為 0.001 g 之型號 10 穿透計中，且為了得到良好量測再現性，其經選擇以使得所用之主幹體積(亦即用於填充穿透計可能使用的 Hg 體積之百分比)在總 Hg 體積之 20%至 40%之間的範圍內。隨後將穿透計緩慢抽真空至 50 μm Hg 且保持在此壓力下 5 min。以下參數直接由量測裝置之軟體提供：總孔隙體積、總孔隙表面積(假定圓柱形孔隙)、平均孔隙半徑、峰孔隙半徑(最常出現之孔隙半徑)、峰值 n. 2 孔隙半徑(μm)。

w. 初始粒度

初始粒度係使用掃描電子顯微鏡(SEM)型號 Zeiss Ultra 55 量測。將

樣品懸浮於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質: 18.2 MΩcm)中以獲得極稀懸浮液。將懸浮液用超音波探針(UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20 kHz)處理 1 min, 且隨後塗覆至碳黏合墊。

x. 懸浮液中平均粒度

懸浮液中平均粒度係使用雷射偏轉法, 根據用戶手冊使用可獲自 Malvern Instruments Ltd., UK 之 Mastersizer 2000 量測。將樣品懸浮於脫礦質水(Direct-Q 3UV, Millipore, 水品質: 18.2 MΩcm)中以獲得具有 1 g/L 濃度之 20 mL 懸浮液。將懸浮液用超音波探針(UW 2070, Bandelin electronic, 70 W, 20 kHz)處理 1 min。

y. 固體之粒度及芯尺寸

固體之粒度及芯尺寸係根據用戶手冊使用可獲自 Retsch Technology GmbH, Deutschland 之 Camsizer XT 量測。軟體給出樣品之 D10、D50 及 D90 值。

z. BET 量測

為了量測比表面積, 使用根據 DIN ISO 9277:2010 之靜態體積 BET 法。在 BET 量測中, 使用「NOVA 3000」或「Quadrasorb」(可獲自 Quantachrome), 其根據 SMART 法(「Sorption Method with Adaptive dosing Rate」)操作。微孔分析係使用 t-曲線方法($p/p_0 = 0.1-0.3$)執行, 且中孔分析係使用 MBET 方法($p/p_0 = 0.0-0.3$)執行。作為參考材料, 使用可獲自 Quantachrome 之標準氧化鋁 SARM-13 及 SARM-214。稱重量測單元(清潔且乾燥)之皮重。量測單元之類型經選擇, 以使得引入之樣品材料及填料棒儘可能多地填充量測單元且死空間減至最小。將樣品材料引入至量測單元中。樣品材料之量經選擇以使得量測值之期望值對應於 10-20

m^2/g 。將量測單元固定於 BET 量測裝置(無填料棒)之烘烤位置中且抽真空至 <200 毫巴。抽真空之速度經設定以使得無材料自量測單元滲漏。在此狀態下在 200°C 下執行烘烤 1 h。在冷卻之後，對經樣品填充之量測單元稱重(原始值)。隨後自重量原始值減去皮重=淨重=樣品重量。隨後將填充棒引入至量測單元中，再次將其固定在 BET 量測裝置之量測位置處。在開始量測之前，將樣品鑑別及樣品重量輸入軟體中。開始量測。量測氮氣(N_2 4.0)之飽和壓力。將量測單元抽真空且使用氮氣浴冷卻至 77 K。使用氦氣(He 4.6)量測死空間。再次將量測單元抽真空。執行具有至少 5 個量測點之多點分析。 N_2 4.0 因具吸收性而使用。比表面積係以 m^2/g 給出。

za. 玻璃體之黏度

玻璃之黏度係根據 DIN ISO 7884-4:1998-02 標準使用來自 TA Instruments 之型號 401 彎曲樑黏度計與製造商之軟體 WinTA(當前版本 9.0)在 Windows 10 中量測。支撐物之間的支撐寬度為 45 mm。自均質材料之區域切割具有矩形截面之樣品棒(樣品之頂及底側具有至少 1000 呎之精飾)。在加工之後樣品表面具有晶粒尺寸= $9\ \mu\text{m}$ 與 $\text{RA} = 0.15\ \mu\text{m}$ 。樣品棒具有以下維度：長度= 50 mm，寬度= 5 mm 與高度= 3 mm (定序：長度、寬度、高度，如同標準文件中一般)。量測三個樣品且計算平均值。樣品溫度係使用緊密抵靠樣品表面之熱電偶量測。使用以下參數：加熱速率= 25 K 達至最大值 1500°C ，負載重量= 100 g，最大彎曲= $3000\ \mu\text{m}$ (與標準文件之偏差)。

zb. 露點量測

露點係使用公司 Michell Instruments GmbH 之稱為「Optidew」的露點鏡式濕度計 D-61381 Friedrichsdorf 量測。露點鏡式濕度計之量測單元

係配置在距烘箱之氣體出口 100 cm 距離處。為此，具有量測單元之量測裝置係經由 T 型件及軟管(Swagelok PFA，外徑：6 mm)與烘箱之氣體出口氣體連通地連接。量測單元處之過壓為 10 ± 2 毫巴。氣體通過量測單元之通過流量為 1-2 標準公升/分鐘。量測單元處於具有 25℃ 溫度、30%相對空氣濕度及 1013 hPa 平均壓力之室內。

zc. 殘餘水分(含水量)

二氧化矽顆粒樣品之殘餘水分之量測係使用來自 Mettler Toledo 之水分分析儀 HX204 執行。裝置係使用熱解重量分析之原理運作。HX204 配備有鹵素光源作為加熱元件。乾燥溫度係 220℃。樣品之起始重量係 $10 \text{ g} \pm 10\%$ 。選擇「標準」量測方法。進行乾燥直至重量變化不大於 $1 \text{ mg}/140 \text{ s}$ 。殘餘水分係以樣品初始重量與樣品最終重量之間的差值除以樣品初始重量之形式給出。

二氧化矽粉末之殘餘水分之量測係根據 DIN EN ISO 787-2:1995(2 h, 105℃)執行。

實例

實例在下文經由實例進一步說明。本發明不受實例限制。

B. 1. 製備二氧化矽粉末(矽源： SiCl_4)

使一部分四氯化矽(SiCl_4)在溫度 T 下蒸發且以壓力 P 引入至藉由點燃富氧空氣與氫氣之混合物形成之爐頭火焰中。使向出口之平均標準化氣流保持恆定。隨後用處理氣體冷卻處理混合物。將產物在過濾器處分離出。方法參數給出於表 1 中，且所得產物之規格給出於表 2 中。其以 **B1-x** 表示。

2. 修改 1：增加之碳含量

如 B.1 中所描述執行方法，但執行四氯化矽之燃燒，以使得亦形成一

定量之碳。此實例之實驗資料以 **B2-x** 表示。

表 1

實例		B1-1	B2-1
氣霧劑形成 四氯化矽進料	kg/h (kmol)	50 (0.294)	50 (0.294)
溫度 T	°C	90	90
壓力 p	barO	1.2	1.2
爐頭進料 富氧空氣 其中之 O ₂ 含量	Nm ³ /h 體積%	145 45	115 30
進料 碳化合物 材料 量	 Nm ³ /h	 --	 甲烷 2.0
氫氣進料	Nm ³ /h kmol/h	115 5.13	60 2.678
化學計量比 X Y		0.567 0.946	0.575 0.85

X = O₂/H₂ 莫耳比；Y =所用 O₂/使 SiCl₄+ H₂ + CH₄ 化學計量反應
所需之 O₂ 的莫耳比；barO =過壓。

表 2

實例		B1-1	B2-1
BET	m ² /g	49	47
容積密度	g/ml	0.07 ± 0.01	0.06±0.01
夯實密度	g/ml	0.11 ± 0.01	0.10 ± 0.01
初始粒度	nm	48	43
粒度分佈 D10	µm	5.0±0.5	4.5±0.5
粒度分佈 D50	µm	9.3±0.6	8.7±0.6
粒度分佈 D90	µm	16.4±0.5	15.8±0.7

C 含量	ppm	< 4	76
Cl 含量	ppm	280	330
Al 含量	ppb	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、 Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、 Ti、V、W、Zn、Zr 之總濃度	ppb	< 1300	< 1300
殘餘水分含量	重量%	0.02-1.0	0.02-1.0
4%於水中之 pH 值(IEP)	pH	3.8	3.8
在 5 rpm，30 重量%水性懸浮液，23 °C 下之黏度	mPas	5653	6012
鹼土金屬含量	ppb	550	342

D. 用中和劑處理

經由立式管柱頂部引入粒子流之二氧化矽粉末。經由管柱底部饋入中和劑及空氣。藉由內部定位之加熱器將管柱在管柱頂部維持在溫度(B)且在管柱底部維持在第二溫度(C)。在離開管柱(保持時間(D))之後，二氧化矽粉末尤其具有表 4 中展示之性質。方法參數給出於表 3 中。

表 3

實例		D-1	D1-51	D1-52
離析物：產物來自於		B1-1	B1-1	B2-1
離析物進料	kg/h	100	100	100
中和劑		氨	氨	氨
中和劑進料	kg/h	1.5	2.5	1.5
中和劑規格		可 獲 自 Air Liquide：氨 N38， 純度≥ 99.98 體積%	可 獲 自 Air Liquide：氨 N38， 純度≥ 99.98 體積%	可 獲 自 Air Liquide：氨 N38， 純度≥ 99.98 體積%
空氣進料	Nm ³ /h	4.5	4.5	4.5
管柱 高度	m	2	2	2
內徑	mm	600	600	600
T (B)	°C	200	200	200
T (C)	°C	250	250	250

二氧化矽粉末 之保持時間(D)	s	10	10	10
--------------------	---	----	----	----

表 4

實例		D-1	D1-51	D1-52
4%於水中之 pH 值(IEP)	-	4.8	5.5	4.7
Cl 含量	ppm	210	200	240
C 含量	ppm	< 4	<4	82
在 5 rpm，30 重量%水性懸浮液，23℃ 下之黏度	mPas	821	776	835

E. 1. 由二氧化矽粉末製備二氧化矽顆粒

將二氧化矽粉末分散於完全脫鹽之水中。為此，使用來自 Gustav Eirich 機器工廠之型號 R 強混合器。將所得懸浮液用膜泵泵送且從而加壓且藉由噴嘴轉化為液滴。將其於噴霧塔中乾燥且在塔底板上收集。方法參數給出於表 5 中，且所獲得顆粒之性質給出於表 6 中。此實例之實驗資料以 **E1-x** 表示。

表 5

實例		E1-3	E1-4	E1-51	E1-52
離析物=產物來自於		B1-1	D-1	D1-51	D1-52
離析物之量	Kg	10	10	10	10
碳粉末 材料 最大粒度 量		--	--	--	--
矽組分 材料		--	--	--	--
水	等級* 公升	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4	FD 5.4
分散液 固體含量	重量%	65	65	65	65
噴嘴 直徑 溫度	mm ℃	2.2 25	2.2 25	2.2 25	2.2 25

壓力	巴	16	16	16	16
安裝高度	m	6.5	6.5	6.5	6.5
噴霧塔					
高度	m	18.20	18.20	18.20	18.20
內徑	m	6.30	6.30	6.30	6.30
T (所引入氣體)	℃	380	380	380	380
T (排氣)	℃	110	110	110	110
氣流	m ³ /h	6500	6500	6500	6500

安裝高度=噴嘴與噴霧塔內部沿重力方向之最低點之間的距離。

* FD =完全脫鹽的，電導≤ 0.1 μS；

表 6

實例		E1-3	E1-4	E1-51	E1-52
BET	m ² /g	49	49	47	46
容積密度	g/ml	0.8±0.1	0.8±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1
夯實密度	g/ml	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1	0.9±0.1
平均粒度	μm	255	255	259	263
粒度分佈 D10	μm	110	110	112	116
粒度分佈 D50	μm	222	222	230	233
粒度分佈 D90	μm	390	390	405	409
SPHT3	Dim. Less	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98	0.64-0.98
縱橫比 W/L (寬度比長度)	Dim. less	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94	0.64-0.94
C 含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 85
Cl 含量	ppm	280	200	180	210
Al 含量	ppb	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、Ti、V、W、Zn、Zr 之總濃度	ppb	< 1300	< 1300	< 1300	< 1300
殘餘水分含量	重量%	< 3	< 3	< 3	< 3
鹼土金屬含量	ppb	550	550	580	610

孔隙體積	ml/g	0.45	0.45	0.40	0.42
靜止角	°	26	26	26	26

顆粒均為開孔的，具有均勻且球形形狀(均藉由顯微鏡檢查研究)。其無黏在一起或黏合之傾向。

F. 清潔二氧化矽顆粒

將二氧化矽顆粒首先視情況在溫度 T1 下用氧氣或氮氣(參見表 11)處理。隨後，將二氧化矽顆粒用含氯組分之同向流處理，其中將溫度升高至溫度 T2。方法參數給出於表 7 中，且所獲得經處理顆粒之性質給出於表 8 中。

表 7

實例		F1-3	F1-4	F1-51	F1-52
離析物=產物來自於		E1-3	E1-4	E1-51	E1-52
旋轉窯 ¹⁾					
長度	cm	200	200	200	200
內徑	cm	10	10	10	10
處理量	kg/h	2	2	2	2
旋轉速度	rpm	2	2	2	2
T1	°C	1100	1100	1100	1100
氛圍		純 O2	純 O2	純 O ₂	純 O ₂
反應物		O2	O2	O ₂	O ₂
進料速率		300 l/h	300 l/h	300 l/h	300 l/h
殘餘水分含量	重量%	<1	<1	<1	<1
T2	°C	1100	1100	1100	1100
同向流				50	50
組分 1：HCl	l/h	50	50		
組分 2：Cl2	l/h	0	0	0	0
組分 3：N2	l/h	50	50	50	50
總同向流	l/h	100	100	100	100

¹⁾ 對於旋轉窯，選擇處理量作為控制變數。其意謂在操作期間，對自旋轉窯離開之質量流稱重，且隨後相應地調適旋轉窯之旋轉速度及/或傾

角。舉例而言，可藉由 a)增加旋轉速度，或 b)增加旋轉窯距水平之傾角，或 a)與 b)之組合來實現處理量之增加。

表 8

實例		F1-3	F1-4	F1-51	F1-52
BET	m ² /g	43	45	42	41
C 含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 含量	ppm	100-200	100-200	100-250	100-250
Al 含量	ppb	20	20	20	20
孔隙體積	mm ³ /g	650	650	650	650
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、 Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、 Na、Nb、Ni、Ti、V、W、 Zn、Zr 之總濃度	ppb	<200	<200	<200	<200
鹼土金屬含量	ppb	95	115	118	37
夯實密度	g/cm ³	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05	0.95±0.05

未觀察到 SiC 形成。

G. 藉由升溫來處理二氧化矽顆粒

使二氧化矽顆粒於呈旋轉窯形式之預備腔室中經歷溫度處理，該預備腔室定位於熔融烘箱之上游且經由另一中間腔室與熔融烘箱以流動連接形式連接。旋轉窯特徵在於沿流動方向增加之溫度分佈。獲得另一經處理之二氧化矽顆粒。在實例 G-4-2 中，在混合期間未於旋轉窯中執行藉由升溫之處理。方法參數給出於表 9 中，且所獲得經處理顆粒之性質給出於表 10 中。

表 9

實例		G1-3	G1-4	G1-51	G1-52
離析物=產物來自於		F1-3	F1-4	F1-51	F1-52
矽組分		--	--	--	--
材料					
體積					

旋轉窯 ¹⁾					
長度	cm	200	200	200	200
內徑	cm	10	10	10	10
處理量	kg/h	5	5	5	5
旋轉速度	rpm	30	30	30	30
T1 (旋轉窯入口)	°C	RT	RT	RT	RT
T2 (旋轉窯出口)	°C	500	500	500	500
氛圍					
氣體，流動方向	O ₂ 對流	O ₂ 對流	O ₂ 對流	O ₂ 對流	O ₂ 對流
總氣流處理量	Nm ³ /h	0.6	0.6	0.6	0.6

RT = 室溫(25°C)

1) 對於旋轉窯，選擇處理量作為控制變數。其意謂在操作期間，對自旋轉窯離開之質量流稱重，且隨後相應地調適旋轉窯之旋轉速度及/或傾角。舉例而言，可藉由 a)增加旋轉速度，或 b)增加旋轉窯距水平之傾角，或 a)與 b)之組合來實現處理量之增加。

表 10

實例		G1-3	G1-4	G1-51	G1-52
BET	m ² /g	38	42	43	40
含水量(殘餘水分)	ppm	100	100	100	100
C 含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 含量	ppm	100-200	100-200	100-250	100-250
Al 含量	ppb	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、Hf、K、 Li、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、 Ti、V、W、Zn、Zr 之總濃度	ppb	≤ 200	≤ 200	≤ 200	≤ 200
鹼土金屬含量	ppb	95	115	118	37
靜止角	°	26	26	26	26

H. 使顆粒熔融以獲得石英玻璃

將根據表 11 之行 2 之二氧化矽顆粒用於在豎直坩堝拉伸方法中製備

石英玻璃管。包含立式熔融坩堝之立式烘箱(例如 **H5-1**)之結構示意性地展示於圖 7 中，且對於所有其他實例，圖 6 之掛式熔融坩堝充當示意圖。經由固體進料端引入二氧化矽顆粒，且用氣體混合物沖洗熔融坩堝之內部。在熔融坩堝中，玻璃熔體形成，在其上為二氧化矽顆粒之靜止錐。在熔融坩堝之下部區域中，將熔融玻璃經由螺模(視情況，用心軸)自玻璃熔體移出且以管狀螺紋形式豎直地往下牽拉。設備之輸出由玻璃熔體之重量、玻璃穿過噴嘴之黏度、噴嘴所提供之孔洞之尺寸產生。藉由改變二氧化矽顆粒之饋入速率及溫度，可將輸出設定為所要水準。方法參數給出於表 11 且成型石英玻璃體之性質給出於表 12 中。

表 11

實例		H1-3	H1-4	H1-51	H1-52
離析物=產物來自於		G1-3	G1-4	G1-51	G1-52
熔融坩堝					
類型		懸掛式金屬片坩堝	懸掛式金屬片坩堝	懸掛式金屬片坩堝	懸掛式金屬片坩堝
金屬類型		鎢	鎢	鎢	鎢
長度	cm	150	150	150	150
內徑	cm	25	25	25	25
處理量	kg/h	20	20	20	20
T1 (熔融坩堝之氣體隔室)	°C	300	300	300	300
T2 (玻璃熔體)	°C	2100	2100	2100	2100
T3 (噴嘴)	°C	1900	1900	1900	1900
氛圍/沖洗氣體					
He					
濃度	體積%	50	50	50	50
H ₂					
濃度	體積%	50	50	50	50
總氣流處理量	Nm ³ /h	4	4	4	4
O ₂	ppm	≤100	≤100	≤100	≤100

表 12

實例		H1-3	H1-4	H1-51	H1-52
C 含量	ppm	< 4	< 4	< 4	< 4
Cl 含量	ppm	300-400	100-200	100-250	100-250
Al 含量	ppb	20	20	20	20
Ca、Co、Cr、Cu、Fe、Ge、 Hf、K、Li、Mg、Mn、Mo、 Na、Nb、Ni、Ti、V、W、 Zn、Zr 之總濃度	ppb	<400	<400	<400	<400
雜質總含量	ppb	<1000	<1000	<1000	<1000
OH 含量	ppm	400	400	400	400
鹼土金屬含量	ppb	95	115	118	37
ODC 含量	l/cm ³	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵	4*10 ¹⁵
孔隙體積	mL/g	0.1	0.1	0.1	0.1
管狀螺紋/石英玻璃體外徑	cm	19.7	19.7	19.7	19.7
黏度	Lg(η/dPas)				
在 1250℃ 下		11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13	11.69±0.13
在 1300℃ 下		11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1	11.26±0.1
在 1350℃ 下		10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07	10.69±0.07

「±」值為標準差。

I. 用中和劑處理不同二氧化矽形式

在本實例中，將不同形式二氧化矽之處理並排放置。

表 13

樣品	A	B	C
形式	二氧化矽粉末 D-1	二氧化矽顆粒 E1-4	二氧化矽團塊 E1-4
量	200 g	200 g	200 g
幾何學	粒度 D ₁₀ = 5.0±0.5 D ₅₀ = 9.3±0.6 D ₉₀ = 16.4±0.5	粒度 D ₁₀ = 110 μm D ₅₀ = 222 μm D ₉₀ = 390 μm	圓柱形，尺寸 直徑 = 40 mm 長度= 120 mm

二氧化矽團塊製備如下：向矽模具中填充根據 E1-4 之二氧化矽顆粒。

隨後，藉由以 600 巴之壓力對模具中之顆粒均衡加壓來製造團塊。

隨後，使每一樣品在玻璃管烘箱中在 450 °C 之溫度下於氣流 (12 NormL/h) 中經歷第一處理 5.5 小時。觀察到以下各項：

表 14

	A	B	C
在玻璃管烘箱之冷卻出口處沈澱(氯化銨)之量	+++	++	+

+++ 極多；++ 多；+ 有一些；0 = 幾乎沒有任何沈澱

隨後，使每一樣品在石英玻璃管烘箱中在 1100 °C 之溫度下於 HCl (1.0 NormL/h) 及 He (3.0 NormL/h) 之混合氣體中經歷第二處理 8 小時。觀察到以下各項：

表 15

	A	B	C
在玻璃管烘箱之冷卻出口處沈澱(氯化銨)之量	0	+	+++

+++ 極多；++ 多；+ 有一些；0 = 幾乎沒有任何沈澱

結果：對比樣品 C，樣品 A 及 B 之處理顯示在相同處理時間段內明顯較高之脫氯作用。就 A 而言，脫氯係完全的。

【符號說明】

- 100 方法
- 101 第一步驟
- 102 第二步驟
- 103 第三步驟
- 104 視情況選用之步驟
- 200 方法

201	第一步驟
202	第二步驟
203	第三步驟
204	第四步驟
300	方法
301	步驟
302	步驟
303	步驟
304	步驟
400	方法
401	第一步驟
402	第二步驟/視情況選用之步驟
403	第三步驟
404	第四步驟
500	方法
501	第一步驟
502	第二步驟
503	視情況選用之第三步驟
504	第四步驟
800	烘箱
801	坩堝
802	吊架總成
803	固體入口

804	噴嘴
805	二氧化矽顆粒
806	玻璃熔體
807	加熱元件
808	外壁
809	絕熱層
810	坩堝壁
811	氣體入口
812	氣體出口
813	石英玻璃體
900	烘箱
901	坩堝
902	站立區域
903	固體入口
904	噴嘴
905	二氧化矽顆粒
906	玻璃熔體
907	加熱元件
908	外壁
909	絕熱層
910	坩堝壁
911	氣體入口
912	氣體出口

913	石英玻璃體
1000	坩堝
1001	固體入口
1002	噴嘴
1003	二氧化矽顆粒
1004	靜止錐
1005	玻璃熔體
1006	氣體入口
1007	氣體出口
1008	蓋
1009	石英玻璃體
1010	氣流
1100	噴霧塔
1101	進料端
1102	噴嘴
1103	氣體入口
1104	篩檢裝置
1105	篩分裝置
1106	排出口
1107	排出口
1108	出口
1200	光導
1201	芯

1202	夾套 M1
1300	光導
1301	芯
1302	夾套 M1
1400	坩堝
1401	固體入口
1402	出口
1403	二氧化矽顆粒
1404	靜止錐
1405	玻璃熔體
1406	氣體入口
1407	氣體出口
1408	氣體進料端
1409	裝置
1410	石英玻璃體
1500	烘箱
1501	耐壓夾套
1502	絕熱層
1503	烘箱室
1504	氣體進料端
1505	氣體出口
1506	加熱元件
1507	襯墊

- 1508 模具
- 1509 待熔融材料/熔體材料
- 1600 方法
- 1601 第一步驟
- 1602 第二步驟

201733930

【發明摘要】

申請日: 105/12/16

IPC分類: *C03B 19/06* (2006.01)
C03B 19/10 (2006.01)
C03B 20/00 (2006.01)
C03B 37/02 (2006.01)
C03C 3/06 (2006.01)
C03C 12/00 (2006.01)

【中文發明名稱】

石英玻璃製備中之二氧化矽粉末的氨處理

【英文發明名稱】

AMMONIA TREATMENT OF SILICON DIOXIDE POWDER IN
THE PREPARATION OF QUARTZ GLASS

【中文】

本發明係關於一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含方法步驟 i.) 提供二氧化矽顆粒，ii.) 由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體及 iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體，其中該提供包含步驟 I. 製造由矽-氯化合物製備之具有至少兩個粒子的二氧化矽粉末，II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，及 III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得二氧化矽顆粒，並且其中該二氧化矽粉末之氯含量大於該二氧化矽顆粒之氯含量。本發明進一步係關於一種可藉由此方法獲得之石英玻璃體。本發明亦係關於一種用於製備二氧化矽顆粒之方法。本發明進一步係關於一種光導、一種施照體及一種成型體，其各自可藉由在各情況中進一步加工該石英玻璃體獲得。

【英文】

The invention relates to a process for the preparation of a quartz glass body comprising the process steps i.) Provision of a silicon dioxide granulate, ii.) Making a glass melt from the silicon dioxide granulate and iii.) Making a quartz glass body from at least part of the glass melt, wherein the provision comprises the steps I. Making a silicon dioxide

powder with at least two particles prepared from a silicon-chlorine compound, II. Bringing the silicon dioxide powder into contact with ammonia to obtain a treated silicon dioxide powder, and III. Granulating the treated silicon dioxide powder to obtain a silicon dioxide granulate, and wherein the chlorine content of the silicon dioxide powder is greater than the chlorine content of the silicon dioxide granulate. The invention relates further to a quartz glass body which is obtainable by this process. The invention also relates to a process for the preparation of a silicon dioxide granulate. The invention relates further to a light guide, an illuminant and a formed body which are obtainable through processing the quartz glass body further in each case.

【指定代表圖】

圖 1

【代表圖之符號簡單說明】

- 100 方法
- 101 第一步驟
- 102 第二步驟
- 103 第三步驟
- 104 視情況選用之步驟

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種用於製備石英玻璃體之方法，其包含以下方法步驟：

i.) 提供熱解二氧化矽顆粒，其包含以下方法步驟：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{Cl(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末係由矽-氯化合物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末，

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{Cl(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

ii.) 在烘箱中由該二氧化矽顆粒製造玻璃熔體；

iii.) 由該玻璃熔體之至少一部分製造石英玻璃體；

其中來自步驟 I.之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 大於來自步驟 III.之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 。

【第2項】

如請求項 1 之方法，其中該氨係氣態氨或溶解於水中之氨。

【第3項】

如請求項 1 或 2 中任一項之方法，其中該氨可獲自選自由以下組成之群的釋放氨之化合物：氟化銨、氯化銨、溴化銨、碘化銨、氫氧化銨、硫酸銨及碳酸銨。

【第4項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該接觸係在液體中進行。

【第5項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該至少兩個粒子相對於彼此進行運動。

【第6項】

如前述請求項中任一項之方法，其中該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{Cl(1)}$ 與該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{Cl(2)}$ 的比率係在 500:1 至 10:1 範圍內。

【第7項】

如前述請求項中任一項之方法，其中在與氨接觸之後，該二氧化矽粉末之 pH 值係在 7 至 14 範圍內。

【第8項】

如前述請求項中任一項之方法，其中在與氨接觸之後，該二氧化矽粉末具有以下特徵中之至少一種

- a. 在 10 至 70 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；
- b. 在 0.01 至 0.3 g/cm^3 範圍內之容積密度；
- c. 小於 50 ppm 之碳含量；
- d. 小於 200 ppm 之氯含量；
- e. 小於 200 ppb 之鋁含量；
- f. 小於 2.5 ppm 之不同於鋁之金屬的總含量；
- g. 至少 70 重量%之該等粉末粒子具有在 10 至 100 nm 範圍內之初始粒度；
- h. 在 0.001 至 0.3 g/cm^3 範圍內之夯實密度；
- i. 小於 5 重量%之殘餘水分含量；
- j. 在 1 至 10 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

k. 在 6 至 15 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

l. 在 5 至 40 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ；

其中該重量%、ppm 及 ppb 在每種情況下均以該二氧化矽粉末之總重量計。

【第9項】

如前述請求項中任一項之方法，其中步驟 III. 包含在 338°C 至 1300°C 範圍內之溫度下使該造粒產物升溫，保持在 5 分鐘至 8 小時範圍內之時間段。

【第10項】

如前述請求項中任一項之方法，其包含以下方法步驟：

iv.) 由該石英玻璃體製造具有至少一個開口之中空體。

【第11項】

一種二氧化矽顆粒，其可藉由包含以下方法步驟之方法獲得：

I. 製造二氧化矽粉末，以該二氧化矽粉末之總重量計，該二氧化矽粉末具有氯含量 $w_{\text{Cl}(1)}$ ；

其中該二氧化矽粉末包含至少兩個粒子，其中該二氧化矽粉末係由矽-氯化化合物製備；

II. 使該二氧化矽粉末與氨接觸以獲得經處理之二氧化矽粉末；

III. 對該經處理之二氧化矽粉末進行造粒以獲得具有氯含量 $w_{\text{Cl}(2)}$ 之二氧化矽顆粒；

其中來自步驟 I. 之該二氧化矽粉末之氯含量 $w_{\text{Cl}(1)}$ 大於來自步驟 III. 之該二氧化矽顆粒之氯含量 $w_{\text{Cl}(2)}$ 。

【第12項】

如請求項 11 之二氧化矽顆粒，其中該氮係氣態氮或溶解於水中之氮。

【第13項】

如請求項 11 或 12 中任一項之二氧化矽顆粒，其中該氮可獲自選自由以下組成之群的釋放氮之化合物：氟化銨、氯化銨、溴化銨、碘化銨、氮氧化銨、硫酸銨及碳酸銨。

【第14項】

如請求項 11 至 13 中任一項之二氧化矽顆粒，其中該接觸係在液體中進行。

【第15項】

如請求項 11 至 14 中任一項之二氧化矽顆粒，其中該二氧化矽顆粒之氮含量小於 200 ppm。

【第16項】

如請求項 11 至 15 中任一項之二氧化矽顆粒，其至少具有以下特徵之一：

- A) 在 5 至 50 m^2/g 範圍內之 BET 表面積；
- B) 在 50 至 500 μm 範圍內之平均粒度；
- C) 在 0.5 至 1.2 g/cm^3 範圍內之容積密度；
- D) 小於 50 ppm 之碳含量；
- E) 小於 200 ppb 之鋁含量；
- F) 在 0.7 至 1.2 g/cm^3 範圍內之夯實密度；
- G) 在 0.1 至 2.5 mL/g 範圍內之孔隙體積；
- H) 在 23 至 26°範圍內之靜止角；
- I) 在 50 至 150 μm 範圍內之粒度分佈 D_{10} ；

J) 在 150 至 300 μm 範圍內之粒度分佈 D_{50} ；

K) 在 250 至 620 μm 範圍內之粒度分佈 D_{90} ；

其中該 ppm 及 ppb 在每種情況下均係以該二氧化矽顆粒之總重量計。

【第17項】

一種石英玻璃體，其可藉由如請求項 1 至 10 中任一項之方法獲得。

【第18項】

如請求項 17 之石英玻璃體，其至少具有以下特徵之一：

A] 小於 500 ppm 之 OH 含量；

B] 小於 60 ppm 之氯含量；

C] 小於 200 ppb 之鋁含量；

D] 小於 $5 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ 之 ODC 含量；

E] 小於 1 ppm 之不同於鋁之金屬的金屬含量；

F] 在 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.4$ 至 $\log_{10} (\eta (1250^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.9$ 或 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.1$ 至 $\log_{10} (\eta (1300^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 12.2$ 或 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 10.5$ 至 $\log_{10} (\eta (1350^\circ\text{C}) / \text{dPas}) = 11.5$ 範圍內之黏度($p=1013 \text{ hPa}$)；

G] 以該石英玻璃體之該 OH 含量 A]計，不大於 10%之該 OH 含量之標準差；

H] 以該石英玻璃體之該 Cl 含量 B]計，不大於 10%之該 Cl 含量之標準差；

I] 以該石英玻璃體之該 Al 含量 C]計，不大於 10%之該 Al 含量之標準差；

J] 小於 10^{-4} 之折射率均質性；

K] 圓柱形形式；

L] 小於 1000 ppb 之鎢含量；

M] 小於 1000 ppb 之鉬含量，

其中該 ppb 及 ppm 在每種情況下均以該石英玻璃體之總重量計。

【第19項】

一種用於製備光導之方法，其包含以下步驟：

A/ 提供

A1/ 可藉由如請求項 10 之方法獲得的具有至少一個開口之中空體，或

A2/ 如請求項 17 或 18 中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得具有至少一個開口之中空體；

B/ 經由該至少一個開口將一或多個芯棒引入該石英玻璃體中以獲得前驅體；

C/ 在溫暖處拉伸來自步驟 B/之該前驅體以獲得具有一或多個芯及一夾套 M1 之光導。

【第20項】

一種用於製備施照體之方法，其包含以下步驟：

(i) 提供

(i-1) 可藉由如請求項 10 之方法獲得的中空體；或

(i-2) 如請求項 17 或 18 中任一項之石英玻璃體，其中該石英玻璃體首先經加工以獲得中空體；

(ii) 視情況用電極裝配該中空體；

(iii) 用氣體填充該中空體。

【第21項】

一種用於製備成型體之方法，其包含以下步驟：

- (1) 提供如請求項 17 或 18 中任一項之石英玻璃體；
- (2) 使該石英玻璃體成型以獲得成型體。

【第22項】

一種由矽-氯化化合物製備之二氧化矽粉末的用途，其係用於製備石英玻璃及選自由光導、施照體及成型體組成之群的包含石英玻璃之產品。

