



(12)

Veröffentlichung

der internationalen Anmeldung mit der
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2020/245874**
in der deutschen Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2
IntPatÜbkG)

(51) Int Cl.: **C03B 20/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2019 007 431.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2019/021975**

(86) PCT-Anmeldetag: **03.06.2019**

(87) PCT-Veröffentlichungstag: **10.12.2020**

(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: **17.02.2022**

(71) Anmelder:

**Tosoh Quartz Corporation, Yamagata-shi,
Yamagata, JP**

(72) Erfinder:

**Ito, Chiemi, Yamagata-shi, Yamagata, JP; Mutou,
Takeshi, Yamagata-shi, Yamagata, JP; Kuniyoshi,
Minoru, Yamagata-shi, Yamagata, JP; Asano,
Mutsumi, Yamagata-shi, Yamagata, JP; Ando,
Atsushi, Yamagata-shi, Yamagata, JP**

(74) Vertreter:

**Grünecker Patent- und Rechtsanwälte PartG mbB,
80802 München, DE**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Opakes Quarzglas und Verfahren zum Herstellen von diesem**

(57) Zusammenfassung: Es ist eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, einen großen opaken Quarzglasrohling mit einer hervorragenden Wärmestrahlabschirmungseigenschaft, einer hervorragenden Lichtblockierungseigenschaft, einer hohen mechanischen Festigkeit und einer kleinen Rauheit für eine glatte gebackene Oberfläche zu erhalten. Indem die Blasen in dem Quarzglas beinahe vollkommen sphärisch geformt werden und die durchschnittliche Partikelgröße der Blasen mit 1 µm oder weniger vorgesehen wird, wird die Festigkeit des opaken Quarzglasrohlings vergrößert, weil eine Spannungskonzentration an den Rändern der Blasen beseitigt wird und die durch das Backen verursachte Erhöhung der Oberflächenrauheit abgeschwächt wird. Die Dichte des Rohlings beträgt 2,16 bis 2,19 g/cm³, die Weiße bei einer Dicke von 10 mm beträgt 90% oder mehr und der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 bis 3 µm bei einer Dicke von 3 mm beträgt 85% oder mehr. Der erhaltene opake Quarzglasrohling dieser Erfindung weist eine Biegefestigkeit von 75 MPa oder mehr und eine Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Oberfläche von 0,5 µm oder weniger auf.

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein opakes Quarzglas mit einer hervorragenden Wärmestrahlenblockierungseigenschaft und einer hervorragenden Lichtblockierungseigenschaft sowie ein Verfahren zum Herstellen von diesem. Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung einen opaken Quarzglasrohling, der auf Glieder einer Halbleiterherstellungsvorrichtung, auf Komponenten für optische Instrumente oder ähnliches angewendet werden kann, sowie ein Herstellungsverfahren für diesen.

Technischer Hintergrund

[0002] Quarzglas wird für verschiedene Zwecke etwa in Beleuchtungsausstattungen, optischen Ausstattungsteilen, Halbleiterherstellungseinrichtungen und physikalischen bzw. chemischen Einrichtungen verwendet, weil es eine hervorragende Lichtdurchlässigkeit, Wärmebeständigkeit und chemische Beständigkeit aufweist. So wird etwa ein opakes Quarzglas mit darin enthaltenen Blasen für Flansche und Kemrohre einer Halbleiterbehandlungseinrichtung verwendet, weil es eine hervorragende Wärmestrahlenblockierungseigenschaft aufweist. Und weil es zudem über eine hervorragende Lichtabschirmungseigenschaft verfügt, kann es auch in einer Komponente einer optischen Einrichtung wie etwa als ein Reflektorbasismaterial für eine Lichtquellenlampe eines Projektors verwendet werden.

[0003] Das opake Quarzglas wird weiß gemacht, indem Blasen in ihm erzeugt werden. Die Form dieser Blasen kann in Abhängigkeit von den Herstellungsmethoden grob als amorph (d.h. nicht-sphärisch) oder als sphärisch klassifiziert werden. Bei dem Herstellungsverfahren für amorphe Blasen kann die durchschnittliche Partikelgröße der Blasen einfach reduziert werden und weist die gebackene Oberfläche des erhaltenen opaken Quarzglases eine hervorragende Glätte auf. Wenn jedoch das erhaltene opake Quarzglas gesintert wird, bis die Blasen beinahe geschlossen sind, wird die Dichte der vorhandenen Blasen klein. Folglich tritt das Problem auf, dass die Weiße und der Reflexionsgrad für Infrarotstrahlen des opaken Quarzglases vermindert sind, sodass sich das Problem ergibt, dass sich eine mechanische Spannung an dem Rand der Blase konzentriert und die mechanische Festigkeit des opaken Quarzglases gering wird.

[0004] Opakes Quarzglas, das aus vollkommen sphärischen Blasen besteht, weist eine hervorragende mechanische Festigkeit auf, weil die Blasen keine Ränder aufweisen und sich die Spannung nicht an den Rändern der Blasen konzentriert. Es ist jedoch schwierig, die Durchmesser der erzeugten Blasen, die das Quarzglas opak machen, zu reduzieren. Und außerdem wird die gebackene Oberfläche des opaken Quarzglases schließlich rau und uneben. Wenn das opake Quarzglas als ein Flansch einer Einrichtung verwendet wird, ist eine Kontaktfläche mit der Einrichtung nicht ausreichend und verursacht ein Lecken. Und wenn das opake Quarzglas als ein Reflektorbasismaterial verwendet wird, kann das Licht der Lampe lecken, wodurch die elektronischen Komponenten in dem Projektor beeinträchtigt werden können.

[0005] In den Herstellungsverfahren für einen opaken Quarzglasrohling, in dem Blasen amorph (nichtsphärisch) sind, wird ein geformter Körper aus amorphem Silicapulver zu einer Temperatur gleich oder niedriger als dessen Schmelztemperatur erhitzt und wird dann die Wärmebehandlung vor einer vollständigen Verdichtung und teilweisen Feuerung unterbrochen, was in dem Patentedokument 1 (JP-Patent Nr. 3394323) beschrieben wird. Dieses Herstellungsverfahren ist nicht zu bevorzugen, weil es bei diesem Verfahren schwierig ist, einen großen Rohling zu erhalten, und weil die mögliche Größe des opaken Quarzglases begrenzt ist.

[0006] Als ein Verfahren zum Herstellen eines opaken Quarzglasrohlings mit sphärisch geformten Blasen wird ein Verfahren, in dem ein Schaummittel wie etwa Siliciumnitrid zu kristallinem Silicium oder amorphem Silicium hinzugefügt und durch eine Knallgasflamme erhitzt und geschmolzen wird, in dem Patentedokument 2 (JP-Patent Nr. 3043032) angegeben. Durch dieses Herstellungsverfahren kann ein großer opaker Quarzglasrohling erhalten werden.

Dokumente aus dem Stand der Technik

Patentdokumente

[Patentedokument 1] Japanisches Patent Nr. 3394323

[Patentedokument 2] Japanisches Patent Nr. 3043032

Beschreibung der Erfindung

Problemstellung

[0007] Die vorliegende Erfindung basiert auf der Erkenntnis, dass Wärmestrahlenblockierungseigenschaften, Lichtabschirmungseigenschaften und die mechanische Festigkeit und Rauheit der gebackenen Oberfläche eines großen opaken Quarzglasrohrlings in einem engen Zusammenhang mit dem mittleren Durchmesser der darin vorhandenen Blasen steht. Die Erfindung sieht ein opakes Quarzglas mit den oben genannten hervorragenden Eigenschaften vor, wobei der durchschnittliche Durchmesser der Blasen als ein Parameterindex für das Erhalten eines opaken Quarzglases mit den oben genannten wünschenswerten Eigenschaften verwendet wird.

Problemlösung

[0008] Die vorliegende Erfindung sieht ein opakes Quarzglas vor, das Blasen aufweist, deren mittlerer Durchmesser auf weniger als 1 µm kontrolliert wird, wobei eine Spannungskonzentration an den Enden der Blasen verhindert wird und folglich die Festigkeit des opaken Quarzglasmaterials erhöht wird. Außerdem wird eine durch den Backprozess des Quarzglasrohrlings verursachte Erhöhung der Oberflächenrauheit verhindert. Die Dichte des Produkts beträgt 2,16 bis 2,19 g/cm³, die Weiße bei einer Dicke von 10 mm beträgt 90% oder mehr, der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 bis 3 µm bei einer Dicke von 3 mm beträgt 85% oder mehr, die Biegefestigkeit beträgt 75 MPa oder mehr und die Oberflächenrauheit Ra beträgt 0,5 µm oder weniger.

[0009] Weiterhin sieht die vorliegende Erfindung ein Herstellungsverfahren für den opaken Quarzglasrohrling vor, in dem eine Silicapulveraufschlammung mit einer Silicapulverkonzentration von 45 bis 75 Gewichtsprozent einer Nasspulverisierung durch das Anwenden einer Perlmühlenspulverisierung, einer Kugelmühlenspulverisierung, einer Vibrationsmühlenspulverisierung und einer Attritorpulverisierung oder einer Kombination aus diesen unterworfen wird und dann die Aufschlammung einer Sprühtrocknungsgranulation unterworfen wird, um im Wesentlichen sphärische, granuliert Silicapartikel mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 2 bis 8 µm, einer Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 3 bis 7 µm und einer BET-spezifischen Oberfläche von 2 bis 9 m²/g zu erzeugen. Die vorbereitete Aufschlammung wird dann einem Sprühtrocknen unterworfen, um granuliert Silicapartikel zu erhalten. Die granulierten Silicapartikel werden formgepresst und gefeuert.

[0010] Der mittlere Durchmesser der Blasen des erhaltenen opaken Quarzglasrohrlings wird wie folgt bestimmt.

[0011] Zuerst wird der opake Quarzglasrohrling geschnitten, um eine Probe zu erhalten. Dann werden mit einem Desktop-Rasterelektronenmikroskop 20 oder mehr an der Schnittfläche der Probe auftretende Blasen beobachtet, werden Bilder der an der Oberfläche auftretenden Blasen erhalten und werden die Bilder der Blasen verarbeitet, um die Querschnittfläche „A“ jeder Blase zu erhalten und den Mittelwert „D“ gemäß der folgenden Gleichung (1) zu berechnen:

$$D = (4 \times A)^{1/2} \quad (1)$$

[0012] Als Rasterelektronenmikroskop für das Messen der Querschnittfläche „A“ kann zum Beispiel das TM4000 Plus von Hitachi, Ltd. verwendet werden.

[0013] Die Weiße des opaken Quarzglases wird als die Helligkeit gemäß JIS Z 8722 (japanischer Industriestandard) gemessen, und als Messinstrument wird ein Farbdifferenzmesser (CR-400) von Konica Minolta verwendet.

[0014] Das opake Quarzglas der vorliegenden Erfindung wird wie folgt hergestellt. Es wird eine Silicapulveraufschlammung, in der Silicapulver in Wasser dispergiert ist, vorbereitet. Dann wird die Aufschlammung nassgemahlen, um eine mittlere Partikelgröße des pulverisierten Silicapulvers von 2 bis 8 µm, eine Standardabweichung der Partikelgröße von 3 bis 7 µm und eine BET-spezifische Oberfläche von 2 bis 9 m²/g zu erhalten. Die Aufschlammung wird einer Sprühtrocknung unterworfen, um granuliert Silicapartikel zu erhalten. Und die granulierten Silicapartikel werden pressgeformt und gefeuert.

[0015] Die Merkmale des opaken Quarzglases der vorliegenden Erfindung sind wie folgt.

[0016] Es ist wesentlich, dass der mittlere Durchmesser der Blasen 1 μm oder weniger betragen sollte. Wenn der mittlere Durchmesser der Blasen größer als 1 μm ist, wird die Weiße des opaken Quarzglas niedriger und ist die Biegefestigkeit unzureichend. Außerdem wird die Oberflächenrauheit der gebackenen Oberfläche größer.

[0017] Die Dichte des opaken Quarzglas liegt vorzugsweise im Bereich von 2,16 bis 2,19 g/cm^3 . Wenn die Dichte niedriger als 2,16 g/cm^3 ist, ist die Biegefestigkeit vermindert und unzureichend. Und wenn die Dichte größer als 2,19 g/cm^3 ist, sind die Weiße und der Reflexionsgrad des opaken Quarzglas vermindert, was nicht vorteilhaft ist.

[0018] Das Verfahren zum Herstellen des opaken Quarzglas der vorliegenden Erfindung wird im Folgenden im größeren Detail beschrieben.

[0019] In dem Verfahren zum Herstellen eines opaken Quarzglas der vorliegenden Erfindung wird eine Aufschlammung von in Wasser dispergiertem Silicapulver nasspulverisiert, wobei die durchschnittliche Partikelgröße des pulverisierten Pulvers 2 bis 8 μm oder weniger beträgt, die Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers 3 bis 7 μm beträgt und die BET-spezifische Oberfläche 2 bis 9 m^2/g beträgt.

[0020] Weiterhin wird das opake Quarzglas der vorliegenden Erfindung erhalten, indem das granuliertes Pulver, das durch das Unterwerfen der Aufschlammung unter eine Sprühtrocknungsgranulation erhalten wird, geschmolzen wird.

[0021] Im Folgenden werden die Schritte im größeren Detail beschrieben. Für alle Prozesse gilt, dass eine geeignete Ausstattung ausgewählt werden muss, damit keine Verunreinigung während der Prozesse auftritt. Metallverunreinigungen sollten strikt vermieden werden, damit der Anteil der Metallverunreinigungen in dem opaken Quarzglas des Endprodukts weniger als 1 ppm beträgt.

(1) Auswahl des Rohmaterials des Silicapulvers

[0022] Hinsichtlich der Erzeugungsmethode für das Silicapulver werden hier keine besonderen Vorgaben gemacht, wobei zum Beispiel ein durch ein Hydrolysieren von Siliciumalkoxid erzeugtes amorphes Silicapulver, ein durch ein Hydrolysieren von Siliciumtetrachlorid mit einer Sauerstoffsäureflamme erzeugtes Silicapulver oder ähnliches verwendet werden können.

[0023] Außerdem kann ein durch ein Pulverisieren von natürlichem Quarz oder pyrogenem Siliciumdioxid erzeugtes Silicapulver verwendet werden.

[0024] Die durchschnittliche Partikelgröße des Silicapulvers beträgt vorzugsweise 100 μm oder weniger und besser 60 μm oder weniger. Wenn die durchschnittliche Partikelgröße größer als 300 μm ist, dauert die Nasspulverisierung des Silicapulvers lange, wodurch die Produktivität vermindert wird und die Produktionskosten erhöht werden, was unvorteilhaft ist.

(2) Vorbereitung der Aufschlammung

[0025] Die Konzentration der Silicapulveraufschlammung, in der Silicapulver in Wasser dispergiert ist, beträgt 45 bis 75 Gewichtsprozent und vorzugsweise 60 bis 70 Gewichtsprozent. Wenn sie größer als 75 Gewichtsprozent ist, wird die Viskosität der Aufschlammung hoch und kann keine Nasspulverisierung durchgeführt werden. Und wenn die Konzentration kleiner als 45 Gewichtsprozent ist, wird die Wassermenge zu groß und erfordert übermäßig Wärme für das Trocknen, was unvorteilhaft ist, weil dadurch die Produktivität vermindert wird und die Produktionskosten vergrößert werden.

(3) Nasspulverisierung der Aufschlammung

[0026] Die in ihrer Konzentration kontrollierte Silicapulveraufschlammung wird einem Nassmahlen unter Verwendung einer oder mehrerer verschiedener Arten von Perlen unterworfen, die aus Quarzglasperlen, Zirkonoxidperlen, Siliciumcarbidperlen oder Aluminiumoxidperlen mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,1 mm bis 3 mm ausgewählt werden. Die durchschnittliche Partikelgröße des in der Aufschlammung enthaltenen pulverisierten Silicapulvers beträgt 2 μm bis 8 μm . Wenn die durchschnittliche Partikelgröße des pulverisierten Silicapulvers größer als 8 μm ist, wird der mittlere Durchmesser der Blasen in dem opaken Quarzglasprodukt ziemlich groß. Wenn dagegen der mittlere Durchmesser des Silicapulvers kleiner als 2 μm ist,

wird die Viskosität der Aufschlämmung hoch und wird die Produktivität des opaken Quarzglasrohlings vermindert, was nicht wünschenswert ist.

[0027] Die Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Silicapulvers beträgt 3 bis 7 µm. Wenn die Standardabweichung größer als 7 µm ist, wird die Viskosität der Aufschlämmung hoch, was unvorteilhaft ist, weil dadurch die Produktivität vermindert wird. Wenn die Standardabweichung kleiner als 3 µm ist, wird die Dichte des erhaltenen opaken Quarzglasprodukts niedrig.

[0028] Die BET-spezifische Oberfläche des pulverisierten Pulvers, die in der Aufschlämmung nach der Nasspulverisierung enthalten ist, beträgt vorzugsweise 2 m²/g oder mehr. Insbesondere beträgt sie 4 m²/g oder mehr, wobei vorzugsweise eine Nasspulverisierung durchgeführt wird, bis sie 6 m²/g oder mehr beträgt. Wenn die BET-spezifische Oberfläche kleiner als 2 m²/g ist, wird die Festigkeit des granulierten Pulvers vermindert und kollabiert das granuliert Pulver, sodass die Ausbeute der Granulation vermindert wird.

[0029] Wenn die BET-spezifische Oberfläche größer als 9 m²/g ist, verschlechtert sich die Formbarkeit in dem Pressformprozess, was unvorteilhaft ist.

[0030] Hinsichtlich der Methode der Nasspulverisierung der Aufschlämmung werden hier keine besonderen Vorgaben gemacht, wobei zum Beispiel eine Perlmühlenspulverisierung, eine Kugelmühlenspulverisierung, eine Vibrationsmühlenspulverisierung, eine Attritorpulverisierung oder eine andere Methode verwendet werden können. Insbesondere werden vorzugsweise eine Perlmühlenspulverisierung oder eine Kombination aus einer Perlmühlenspulverisierung und einer Kugelmühlenspulverisierung verwendet.

(4) Sprühtrocknungsgranulation

[0031] Dann wird die vorbereitete Silicapulveraufschlämmung sprühgetrocknet, um ein granuliertes Pulver zu erhalten, das im Wesentlichen sphärisch ist und eine durchschnittliche Partikelgröße von 30 bis 200 µm und einen Wassergehalt von 3 Gewichtsprozent oder weniger aufweist.

[0032] Wenn die durchschnittliche Partikelgröße des granulierten Pulvers kleiner als 30 µm ist, verflüchtigt sich das granuliert Pulver während des Pressformungsprozesses und verschlechtert sich die Ausbeute. Wenn die durchschnittliche Partikelgröße größer als 200 µm ist, funktioniert der Pressformungsprozess nicht richtig. Und wenn der Wassergehalt größer als 3 Gewichtsprozent ist, wird die Fluidität des granulierten Pulvers niedrig und wird die Gleichförmigkeit der erhaltenen gepressten Produkte niedrig, was unvorteilhaft ist.

(5) Pressformen und Feuern des granulierten Silicapulvers

[0033] Ein opaker Quarzglasrohling kann durch Pressformen erhalten werden. Das erhaltene granuliert Silicapulver wird zu einer gewünschten Form geformt und einem Feuern unterworfen. Der beim Pressformen ausgeübte Druck beträgt vorzugsweise 10 bis 300 MPa. Wenn er kleiner als 10 MPa ist, kollabiert das geformte Produkt einfach und wird die Ausbeute des Formungsprozesses niedrig. Wenn der ausgeübte Druck größer als 300 MPa ist, ist eine großformatige Anlage erforderlich, wodurch die Produktivität vermindert wird und die Herstellungskosten erhöht werden, was unvorteilhaft ist.

[0034] Das erhaltene geformte Produkt wird durch ein atmosphärisches Backen und/oder ein Vakuumbacken gebacken. Die maximale Backtemperatur liegt zwischen 1300°C und 1500°C, vorzugsweise zwischen 1350°C und 1450°C und noch besser zwischen 1380°C und 1430°C.

[0035] Wenn die Backtemperatur zu hoch ist, werden die Weiße und der Reflexionsgrad niedrig. Und wenn die Backtemperatur niedrig ist, werden die Dichte und die Biegefestigkeit des opaken Quarzglasprodukts vermindert.

[0036] Der durch den vorstehend beschriebenen Prozess hergestellte opake Quarzglasrohling wird bearbeitet, um gewünschte Produkte unter Verwendung von Bearbeitungsmaschinen wie etwa Bandsägen, Drahtsägen oder Kernbohrern zu erhalten.

(6) Reinheit des erhaltenen opaken Quarzglases

[0037] Die Reinheit des erhaltenen opaken Quarzglases kann kontrolliert werden, indem die Qualität des als Rohmaterial verwendeten Silicapulvers ausgewählt wird. Mit Ausnahme der Bestandteile der in dem Pulveri-

sierungsmedien verwendeten Perlen ist die Reinheit des Produkts beinahe gleich derjenigen des Rohmaterial-Silicapulvers.

Vorteile der Erfindung

[0038] Der opake Quarzglasrohling der vorliegenden Erfindung weist eine hervorragende Wärmestrahlenblockierungseigenschaft und eine hervorragende Lichtblockierungseigenschaft auf und kann insbesondere für verschiedene Kernrohre, Hilfsmittel und Glasglocken angewendet werden, die bei der Halbleiterherstellung zum Beispiel für das Verarbeiten von Siliciumwafern verwendet werden. Außerdem kann er als Material für ein Kernrohr, einen Flansch, eine Wärmeisolationsrippe, einen Schmelztiegel für das Schmelzen von Silicium und ähnliches verwendet werden. Er kann auch als ein Reflektorbasismaterial für eine Lichtquellenlampe eines Projektors in einer optischen Einrichtung verwendet werden.

Bevorzugte Ausführungsform der Erfindung

[0039] Im Folgenden wird die vorliegende Erfindung anhand von Beispielen beschrieben, wobei die vorliegende Erfindung jedoch nicht auf diese Beispiele beschränkt ist.

[0040] Ein Desktop-Rasterelektronenmikroskop, das als Messinstrument für die durchschnittliche Partikelgröße der Blasen verwendet wird, ist das „TM4000 Plus“ von Hitachi, Ltd. Und ein Farbdifferenzmesser, der für das Messen der Weiße verwendet wird, ist der „CR-400“ von Konica Minolta.

(Beispiele 1-3)

[0041] Eine Aufschlammung, in der Silicapulver in Wasser mit einer Konzentration von 45 bis 75 Gewichtsprozent dispergiert ist, wird einer Nasspulverisierung unterworfen, die eine Perlmühlenpulverisierung, eine Kugelmühlenpulverisierung, eine Vibrationsmühlenpulverisierung, eine Attritorpulverisierung oder eine Kombination aus diesen ist, um eine durchschnittliche Partikelgröße von 2-8 μm , eine Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 3-7 μm und eine BET-spezifische Oberfläche von in der Aufschlammung enthaltenen Festkörpern von 2-9 m^2/g zu erhalten.

[0042] Eine Sprühtrocknungsgranulation wird durchgeführt, um ein Silicapulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 30 bis 200 μm und einem Wassergehalt von 3 Gewichtsprozent oder weniger zu erhalten. Das granuliertes Silicapulver wird pressgeformt und gefeuert, um einen opaken Quarzglasrohling zu erhalten.

[0043] Die Eigenschaften des erhaltenen opaken Quarzglases sind in der Tabelle 1 angegeben. Der durchschnittliche Durchmesser der Blasen des opaken Quarzglases beträgt 1 μm oder weniger, die Dichte beträgt 2,16-2,19 g/cm^3 , die Weiße bei einer Dicke von 10 mm beträgt 90% oder mehr, der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2-3 μm beträgt 85% oder mehr, die Biegefestigkeit beträgt 75 MPa oder mehr und die Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Fläche beträgt 0,5 μm oder weniger.

[0044] Das Gewicht des erhaltenen opaken Quarzglasrohlings beträgt 70 kg, und die Blasen des opaken Quarzglasrohlings können durch eine visuelle Beobachtung als gleichmäßig verteilt bestimmt werden, was auch ästhetisch ansprechend ist.

(Vergleichsbeispiel 1)

[0045] Eine Aufschlammung, in der Silicapulver in Wasser mit einer Konzentration von 45 bis 75 Gewichtsprozent dispergiert ist, wird einer Nasspulverisierung unterworfen, die eine Perlmühlenpulverisierung, eine Kugelmühlenpulverisierung, eine Vibrationsmühlenpulverisierung, eine Attritorpulverisierung oder eine Kombination aus diesen ist, um eine durchschnittliche Partikelgröße von 9 μm , eine Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 3-7 μm und eine BET-spezifische Oberfläche von Festkörpern in der Aufschlammung von 2-9 m^2/g zu erhalten.

[0046] Eine Sprühtrocknungsgranulation wird durchgeführt, um ein Silicapulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 30 bis 200 μm und einem Wassergehalt von 3 Gewichtsprozent oder weniger zu erhalten. Das granuliertes Silicapulver wird pressgeformt und gefeuert, um einen opaken Quarzglasrohling mit Luftblasen mit einem mittleren Durchmesser von 2 μm und einer Dichte von 2,16-2,19 g/cm^3 zu erhalten.

[0047] Die Weiße bei einer Dicke von 10 mm beträgt 83% und liegt damit unter der unteren Grenze von 90% der vorliegenden Erfindung. Und der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 bis 3 μm bei einer Dicke von 3 mm beträgt 50% und liegt damit unter der unteren Grenze von 80% der vorliegenden Erfindung. Die Biegefestigkeit beträgt 67 MPa, und die Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Fläche beträgt 1,5 μm und liegt damit über der oberen Grenze der vorliegenden Erfindung.

(Vergleichsbeispiel 2)

[0048] Eine Aufschlammung, in der Silicapulver in Wasser mit 45 bis 75 Gewichtsprozent dispergiert ist, wird einer Nasspulverisierung unterworfen, um eine durchschnittliche Partikelgröße von 2-8 μm , eine Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 2 μm und eine BET-spezifische Oberfläche von in der Aufschlammung erhaltenen Festkörpern von 2-9 m^2/g zu erhalten. Nach einer Nasspulverisierung durch eine Perlmühlenpulverisierung, eine Kugelmühlenpulverisierung, eine Vibrationsmühlenpulverisierung, eine Attritorpulverisierung oder eine Kombination aus diesen wird eine Sprühtrocknungsgranulation durchgeführt, wobei der Durchschnitt im Wesentlichen sphärisch ist.

[0049] Granuliertes Pulver mit einer Partikelgröße von 30 bis 200 μm und einem Wassergehalt von 3 Gewichtsprozent oder weniger wird erhalten und nach dem Pressformen gefeuert. Die in der Tabelle 1 angegebenen Messergebnisse zeigen, dass die durchschnittliche Partikelgröße der Blasen in dem Quarzglas 0,9 μm beträgt, die Dichte 2,10 g/cm^3 beträgt, die Weiße bei einer Dicke von 10 mm 92% beträgt, der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 bis 3 μm bei einer Dicke von 2 mm 62% beträgt und die Biegefestigkeit 65 MPa beträgt. Die Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Fläche beträgt 0,8 μm und liegt damit über der oberen Grenze von 0,5 μm der vorliegenden Erfindung, sodass also die Flachheit unzureichend ist.

(Vergleichsbeispiel 3)

[0050] Eine Aufschlammung, in der Silicapulver in Wasser mit 45 bis 75 Gewichtsprozent dispergiert ist, weist eine durchschnittliche Partikelgröße von 2 bis 8 μm , eine Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 3 bis 7 μm und eine BET-spezifische Oberfläche von in der Aufschlammung erhaltenen Festkörpern von 2 bis 9 m^2/g auf. Nach einer Nasspulverisierung durch eine Perlmühlenpulverisierung, eine Kugelmühlenpulverisierung, eine Vibrationsmühlenpulverisierung oder eine Attritorpulverisierung wird eine Sprühtrocknungsgranulation durchgeführt, um eine im Wesentlichen sphärische Form zu erhalten.

[0051] Ein granuliertes Pulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 30 bis 200 μm und einem Wassergehalt von 3 Gewichtsprozent oder weniger wurde pressgeformt und dann bei 1510°C gefeuert, um ein opakes Quarzglas mit den Eigenschaften der Tabelle 1 zu erhalten.

[0052] Die durchschnittliche Partikelgröße der Blasen des erhaltenen opaken Quarzglases beträgt 0,8 μm , die Dichte beträgt 2,20 g/cm^3 , die Biegefestigkeit beträgt 80 MPa, die Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Fläche beträgt 0,5 μm , die Weiße bei einer Dicke von 10 mm beträgt 79% und der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 μm bis 3 μm bei einer Dicke von 2 mm beträgt 40%.

Tabelle 1

	Mittlerer Durchmesser der Blasen (μm)	Dichte (g/cm^3)	Reflexionsgrad (%)	Weiße (%)	Dreipunkt-Biegefestigkeit (MPa)	Rauheit der gebackenen Fläche (μm)	
						Ra (μm)	Rmax
Beispiel 1	1,0	2,17	86	90	80	0,5	0,6
Beispiel 2	0,9	2,19	87	91	78	0,4	0,5
Beispiel 3	0,8	2,16	88	93	85	0,4	0,5
Vergleichsbeispiel 1	2,0	2,18	50	83	67	1,5	3,0
Vergleichsbeispiel 2	0,9	2,10	62	92	65	0,8	1,5
Vergleichsbeispiel 3	0,8	2,20	40	79	80	0,5	0,6

Industrielle Anwendbarkeit

[0053] Der opake Quarzglasrohling gemäß der vorliegenden Erfindung ist ein großer opaker Quarzglasrohling mit einer hervorragenden Wärmestrahlabschirmungseigenschaft und einer hervorragenden Lichtblockierungseigenschaft, wobei die gebackene Oberfläche glatt ist und eine kleine Rauheit Ra aufweist. Das opake Quarzglas kann in verschiedenen industriellen Gebieten und insbesondere in Gliedern von Halbleiterherstellungsmaschinen und optischen Vorrichtungen angewendet werden.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Zitierte Patentliteratur

- JP 3394323 [0005, 0006]
- JP 3043032 [0006]

Patentansprüche

1. Opakes Quarzglas, **dadurch gekennzeichnet**, dass der durchschnittliche Durchmesser der darin enthaltenen Blasen 1 µm oder weniger beträgt, die Dichte 2,16 bis 2,19 g/cm³ beträgt, die Weiße bei einer Dicke von 10 mm 90% oder mehr beträgt und der Reflexionsgrad von Licht mit einer Wellenlänge von 0,2 bis 3 µm bei einer Dicke von 3 mm über 85% beträgt, wobei der durchschnittliche Durchmesser der Blasen bestimmt wird, indem eine Probe geschnitten wird, wenigstens 20 Blasen an der geschnittenen Fläche unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops betrachtet werden, erhaltene Bilder der Blasen verarbeitet werden und die Fläche „A“ jeder Blase gemessen wird, wobei ein durchschnittlicher Wert „D“ der Blasen durch die folgende Gleichung (1) bestimmt wird:

$$D = (4 \times A)^{1/2} \quad (1).$$

2. Opakes Quarzglas nach Anspruch 1, wobei die Biegefestigkeit gleich oder größer als 75 MPa ist.

3. Opakes Quarzglas nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Oberflächenrauheit Ra der gebackenen Oberfläche gleich oder kleiner als 0,5 µm ist.

4. Opakes Quarzglas nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Anteil jeder Metallverunreinigung kleiner als 1 ppm ist.

5. Verfahren zum Herstellen des opaken Quarzglases gemäß den Ansprüchen 1 bis 4, das Schritte zum Vorbereiten einer Silicapulveraufschlämmung mit einer Silicapulverkonzentration von 45 bis 75 Gewichtsprozent und zum Unterwerfen der Aufschlämmung unter eine Nasspulverisierung durch das Anwenden einer Perlmühlenspulverisierung, einer Kugelmühlenspulverisierung, einer Vibrationsmühlenspulverisierung und einer Attritorpulverisierung oder einer Kombination aus diesen umfasst, wobei die Aufschlämmung dann einer Sprühtrocknungsgranulation unterworfen wird, um im Wesentlichen sphärische, granuliert Silicapartikel mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 2 bis 8 µm, einer Standardabweichung der Partikelgröße des pulverisierten Pulvers von 3 bis 7 µm und einer BET-spezifischen Oberfläche von 2 bis 9 m²/g zu erzeugen, die vorbereitete Aufschlämmung einer Sprühtrocknung unterworfen wird, um granuliert Silicapartikel zu erhalten, und die granulierten Silicapartikel pressgeformt und gefeuert werden.

6. Verfahren zum Herstellen des opaken Quarzglases nach Anspruch 5, wobei eine oder mehrere Perlen für das Nassschleifen aus Quarzglasperlen, Zirkoniumperlen, Siliciumcarbidperlen und Aluminiumoxidperlen mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,1-3 mm ausgewählt werden.

Es folgen keine Zeichnungen