

**Verfahren zum Reinigen von SiO_2 -Partikeln,
Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens und
nach dem Verfahren hergestellte Körnung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Reinigen von SiO_2 -Partikeln, indem eine Schüttung der Partikel in einem Reaktor mit vertikal orientierter Mittelachse erhitzt und dabei einem Behandlungsgas ausgesetzt wird, das mit einer vorgegebenen Strömungsgeschwindigkeit von unten nach oben durch den Reaktor und die Schüttung geleitet wird.

Weiterhin betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, umfassend einen Reaktor mit vertikal orientierter Mittelachse für die Aufnahme einer Schüttung zu reinigender SiO_2 -Partikel, mit einer Gaszuführung für die Zufuhr eines Behandlungsgases in einen Bereich des Reaktors im wesentlichen unterhalb der Schüttung und mit einer Gasableitung für die Ableitung des Behandlungsgases aus einem Bereich des Reaktors oberhalb der Schüttung.

Außerdem betrifft die Erfindung eine gereinigte SiO_2 -Körnung aus natürlich vorkommendem Rohstoff.

Aus SiO_2 -Partikeln werden Quarzglasprodukte für die chemische und optische Industrie und für die Lichtwellenleiter- und Halbleiterfertigung erschmolzen. An die Reinheit der Quarzglasprodukte werden hohe Anforderungen gestellt. Insbesondere Alkalimetalle, Erdalkalimetalle, Schwermetalle, Eisen, Kohlenstoff und freies oder gebundenes Wasser können sich schädlich auf die gewünschten Eigenschaften der Quarzglasprodukte auswirken. Dementsprechend hoch sind auch die Reinheitsanforderungen an die Rohstoffe für die Quarzglasprodukte. Bei den Quarzglas-Rohstoffen im Sinne dieser Erfindung handelt es sich um amorphe oder kristalline Partikel, beispielsweise um SiO_2 -Partikel aus natürlich vorkommendem Quarz, um verunreinigte synthetisch hergestellte Körnung, Granulate, oder um Recyclingmaterial.

Ein Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung von Quarzpulver durch Thermochlorierung ist in der EP-A1 737 653 beschrieben. Darin wird vorgeschlagen, das zu reinigende Quarzpulver, das

eine mittlere Korngröße im Bereich von 106 µm bis 250 µm aufweist, kontinuierlich einem elektrisch beheizten Drehrohrföhrn aus Quarzglas zuzuföhren, in dem es nacheinander eine Vorheizkammer, eine Reaktionskammer und eine Gas-Desorptionskammer durchläuft. In der Vorheizkammer wird das Quarzpulver auf ca. 800 °C erwärmt, und anschließend in der Reaktionskammer bei einer Temperatur um 1300 °C mit einem Gasgemisch aus Chlor und Chlorwasserstoff behandelt. Dabei reagieren Alkali- und Erdalkaliverunreinigungen des Quarzpulvers mit dem chlorhaltigen Gasgemisch unter Bildung gasförmiger Metallchloride. Das Behandlungsgas und die gasförmigen Reaktionsprodukte werden anschließend abgesaugt.

Das bekannte Reinigungsverfahren föhrt zu einer deutlichen Reduzierung an Alkali- und Erdalkaliverunreinigungen im Quarzpulver. Durch mehrmaliges Durchlaufen des Reinigungsprozesses lässt sich die Reinheit des Quarzpulvers noch verbessern. Bei vielen Anwendungen des Quarzpulvers, beispielsweise als Ausgangsmaterial für Quarzglasbauteile zum Einsatz bei der Halbleiterherstellung oder für die Optik, werden an die Reinheit der Ausgangsmaterialien jedoch besonders hohe Anforderungen gestellt, die mit dem bekannten Verfahren nicht oder nur unter großem Zeit-, Material- und Kostenaufwand zu erreichen sind.

Der Reinigungseffekt hängt bei dem bekannten Verfahren von der Reaktionsdauer des Quarzpulvers mit dem chlorhaltigen Gasgemisch und von der Reaktionstemperatur ab. Bei höheren Temperaturen reagiert Chlor schneller mit den metallischen Verunreinigungen ab, so dass mit steigender Temperatur ein besserer Reinigungseffekt zu erwarten wäre. Allerdings bilden sich bei hohen Temperaturen aufgrund des Erweichens der Körnung Agglomerate, die den weiteren Zutritt des Behandlungsgases zur Oberfläche der einzelnen Körner erschweren. Der Reinigungseffekt durch das Behandlungsgas, das in erster Linie an der Oberfläche der Körnung wirkt, wird dadurch verringert. Weiterhin hängt der Reinigungseffekt von der Verweilzeit des Quarzpulvers in der Reaktionskammer ab. Grobkörniges Pulver durchläuft die Reaktionskammer üblicherweise schneller als feinkörniges Pulver. Dadurch können sich unterschiedliche Reinheiten ergeben, die sogar innerhalb einer Charge, je nach Temperatur, Kornfraktion oder Durchsatz unterschiedlich sein können. Dies erschwert die Reproduzierbarkeit des bekannten Reinigungsverfahrens.

Beim dem Reinigungsverfahren gemäß der DD-PS 144 868 wird rieselfähiger Quarzsand einem vertikal orientierten Reaktor kontinuierlich von oben zugeföhrt. Die Quarzsand-Schüttung durchwandert den Reaktor kontinuierlich von oben nach unten. Dabei durchläuft die Quarzsand-Schüttung eine Aufwärmzone, eine Thermochlorierzone und eine Abkühlzone. Um das Eindringen von Sauerstoff in die Chlorierzone zu verhindern und damit die Rückbildung der beim Chlo-

rieren entstandenen Chloride in Metalloxide zu verhindern, wird am Eingangsbereich und am Ausgangsbereich der Chlorierzone ein Gasvorhang aus einem Inertgas oder aus Stickstoff erzeugt.

Zur Beseitigung von Verunreinigungen an der Oberfläche von natürlich vorkommendem Quarzsand sind auch nasschemische Vorbehandlungen üblich. Bei einem solchen Verfahren, wie es beispielsweise in der US-A 4,983,370 beschrieben ist, wird der Quarzsand vor dem Reinigungsprozess durch Thermochlorierung zunächst mittels einer zweistufigen Flotation, einem Magnetabscheider und anschließend einer Ätzbehandlung in Flußsäure vorbehandelt.

Ein Reinigungsverfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß der eingangs genannten Gattung sind aus der EP-A1 709 340 bekannt. Dort wird vorgeschlagen, mittels Flammenhydrolyse hergestelltes SiO_2 -Pulver zur Entfernung von Chlor kontinuierlich einem vertikal orientierten Reaktor zuzuführen und die Pulver-Schüttung im Gegenstrom mit einem Gasgemisch aus Wasserdampf und Luft zu behandeln, das durch den Reaktor von unten nach oben geleitet wird. Das Gasgemisch hat im Bereich der Schüttung eine lineare Gasgeschwindigkeit im Bereich zwischen 1 und 10 cm/s und eine Temperatur im Bereich zwischen 250 °C und 600 °C. Die Schüttung wird durch den Gasstrom unter Bildung eines sogenannten "Fließbettes" durchströmt und dabei leicht angehoben.

Es hat sich gezeigt, dass mittels der bekannten Verfahren der Reinheitsgrad der SiO_2 -Partikel, wie er für einen Einsatz in der Halbleiter- und Lichtwellenleiterherstellung erforderlich ist, nicht erreicht wird. Besonders Verunreinigung mit den chemischen Elementen Li, Na, K, Mg, Cu, Fe, Ni, Cr, Mn, V, Ba, Pb, C, B und Zr sind mittels der bekannten Verfahren nicht hinreichend zu entfernen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes Verfahren für die Reinigung von SiO_2 -Partikeln und eine dafür geeignete, einfache Vorrichtung bereitzustellen, sowie eine unter Einsatz des erfindungsgemäßen Verfahrens gereinigte SiO_2 -Körnung aus natürlich vorkommendem Rohstoff anzugeben, die insbesondere für die Herstellung von Halbzeugen oder Endprodukten aus Quarzglas für die Halbleiter- und Lichtwellenleiterherstellung besonders geeignet ist.

Hinsichtlich des Verfahrens wird diese Aufgabe erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass ein chlorhaltiges Behandlungsgas eingesetzt wird, dass im Bereich der Schüttung das Behandlungsgas auf eine Behandlungstemperatur von mindestens 1000°C und die Strömungsgeschwindigkeit auf mindestens 10 cm/s eingestellt wird.

Es wird ein chlorhaltiges Behandlungsgas eingesetzt. Viele der in SiO_2 -Partikeln enthaltenen Verunreinigungen reagieren mit dem Behandlungsgas bei Temperaturen oberhalb von 1000°C zu gasförmigen Metallchloriden oder anderen flüchtigen Verbindungen, die über das Abgas aus dem Reaktor ausgetragen werden können. Außer einer chlorhaltigen Komponente kann das Behandlungsgas zusätzlich andere Komponenten enthalten, die zur Entfernung spezifischer Verunreinigungen oder zur Einstellung bestimmter Eigenschaften des SiO_2 oder des Wärmeübergangs zwischen Behandlungsgas und Partikeln besonders geeignet sind, wie beispielsweise Fluor, Jod oder Brom, Inertgase oder Wasserstoff. Aus wirtschaftlichen Gründen ist freies Chlor im Behandlungsgas unerwünscht, so daß die chlorhaltige Komponente Chlor in gebundener aber reaktionsfähiger Form enthält.

Das Behandlungsgas wird mit einer Strömungsgeschwindigkeit von mindestens 10 cm/s durch die Schüttung geleitet. Dadurch wird sichergestellt, dass die gasförmigen Verbindungen der Verunreinigungen möglichst schnell von den Partikeln entfernt und aus dem Reaktor ausgetragen werden. Darüberhinaus wird durch den raschen Gasaustausch den SiO_2 -Partikeln kontinuierlich und schnell unverbrauchtes Behandlungsgas zugeführt, so dass der Umsatz der chemischen Reaktion zwischen Behandlungsgas und Verunreinigungen möglichst groß ist. Entscheidend hierfür ist die Strömungsgeschwindigkeit im Bereich der Schüttung. Dabei ist zu beachten, dass durch die Schüttung der freie Strömungsquerschnitt gegenüber dem leeren Reaktor verringert und dementsprechend die Strömungsgeschwindigkeit erhöht wird. Als "Schüttung" wird hier und im folgenden eine Aufschüttung der noch zu reinigender SiO_2 -Partikel im Reaktor verstanden.

Im Bereich der Schüttung wird für das Behandlungsgas eine Behandlungstemperatur von mindestens 1000°C eingestellt. Die Verunreinigungen lassen sich im allgemeinen um so leichter und schneller aus den Partikeln entfernen, je höher die Behandlungstemperatur ist. Da die Verunreinigungen mit dem Behandlungsgas an der freien Oberfläche der Partikel reagieren, ist es erforderlich, dass die Verunreinigungen an die Oberfläche gelangen. Dies geschieht im wesentlichen durch Diffusion. Die Verunreinigungen weisen spezifische Diffusionsgeschwindigkeiten in der SiO_2 -Partikel auf, grundsätzlich wird aber durch eine höhere Behandlungstemperatur auch eine höhere Diffusionsgeschwindigkeit erreicht. Durch die höhere Temperatur wird darüberhinaus die Reaktionsgeschwindigkeit zwischen Behandlungsgas und Verunreinigungen erhöht. Bei sehr hohen Behandlungstemperaturen besteht jedoch die Gefahr, dass die Partikel in der Schüttung agglomerieren, so dass die Rieselfähigkeit der Schüttung und infolge der geringeren freien Oberfläche auch die reinigende Wirkung des Behandlungsgases nachlässt. Im Hinblick hierauf ergibt sich eine Obergrenze für die Behandlungstemperatur um 1400°C .

Das Behandlungsgas wird auf die Behandlungstemperatur eingestellt. Die SiO_2 -Partikel werden durch das Behandlungsgas auf die Behandlungstemperatur aufgeheizt oder auf der Behandlungstemperatur gehalten. Die Temperatur des Behandlungsgases ist somit mindestens so hoch wie die der Partikel. Ein Auskondensieren gasförmiger Bestandteile aus dem Behandlungsgas und eine damit einhergehende Adsorption oder Absorption von Verunreinigungen auf bzw. in die Partikel wird dadurch verhindert.

Das Verfahren ist sowohl für eine chargenweise als auch für eine kontinuierliche Reinigung der Partikel geeignet. Unter Berücksichtigung der spezifischen Reaktionstemperaturen für die Verunreinigungen an Li, Na, K, Mg, Cu, Fe, Ni, Cr, Mn, V, Ba, Pb, C, B und Zr liegen die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erzielbaren Reinheiten jeweils im sub-ppb-Bereich.

Als besonders günstig hat es sich erwiesen, im Bereich der Schüttung die Temperatur des Behandlungsgases auf mindestens 1200°C einzustellen. Je höher die Behandlungstemperatur im Bereich der Schüttung eingestellt wird, umso leichter und schneller lassen sich Verunreinigungen aus den oben näher erläuterten Gründen entfernen. Die Behandlungstemperatur, ab der eine merkliche Reaktion zwischen einem Verunreinigungselement und dem Behandlungsgas beobachtet wird (Reaktionstemperatur), ist elementspezifisch. So können beispielsweise Natrium-Verunreinigungen bereits bei Temperaturen von etwa 1000°C mit dem chlorhaltigen Behandlungsgas deutlich reduziert werden, während für ein Entfernen von Lithium-Verunreinigungen höhere Temperaturen von mindestens 1050°C günstiger sind.

Vorteilhafterweise wird das Behandlungsgas in die Schüttung derart eingeleitet, dass es diese unter Erzeugung einer fluidisierten Partikelschicht (Fließbett) anhebt. Die fluidisierte Partikelschicht wird vom Behandlungsgas weitgehend laminar durchströmt. Dadurch wird eine homogene Gasverteilung in der Schüttung erreicht, so dass die Partikel homogen mit dem Behandlungsgas beaufschlagt werden. Tote Winkel im Bereich der zu reinigenden SiO_2 -Partikelschicht werden möglichst vermieden, so dass die Verunreinigungen vollständig und gleichmäßig abreagieren können. Dadurch wird eine möglichst vollständige und gleichmäßige Reinigungswirkung durch das Behandlungsgas erzielt. Darüberhinaus wird dadurch, dass die einzelnen Partikel der Schüttung im Fließbett in Bewegung gehalten werden, die Gefahr eines Ansinterns der Partikel verringert, so dass die Behandlungstemperatur höher eingestellt werden kann.

Die Aufrechterhaltung einer möglichst laminaren Strömung innerhalb der Schüttung wird erleichtert, wenn das Behandlungsgas bereits in Form eines möglichst laminaren Gasstromes in die fluidisierte Partikelschicht eingeleitet wird. Diese Verfahrensweise, bei der die laminare

Strömung bereits unterhalb der Schüttung der zu reinigenden Partikel erzeugt wird, hat sich insbesondere für die Entfernung von Lithium-Verunreinigungen als günstig erwiesen.

Es wird eine Verfahrensweise bevorzugt, bei der das Behandlungsgas vor Einleitung in die Schüttung auf die Behandlungstemperatur oder auf eine Temperatur oberhalb der Behandlungstemperatur erhitzt wird. Dabei dehnt sich das Behandlungsgas auf ein Mehrfaches seines Volumens bei Normaltemperatur aus. Mit der Volumenvergrößerung geht eine entsprechende Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit des Behandlungsgases einher. Dies erleichtert die Erzeugung einer fluidisierten Partikelschicht und einer weitgehend laminaren Strömung des Behandlungsgases durch die Schüttung. Darüberhinaus werden durch das Vorheizen des Behandlungsgases die oben erwähnten Kondensationseffekte vermieden. Durch den Kontakt mit der etwas kälteren SiO_2 -Partikel stellt sich im Behandlungsgas die Behandlungstemperatur im Bereich der Schüttung ein.

Als besonders günstig hat es sich erwiesen, als Behandlungsgas - abgesehen von Inertgasen - anorganisch reines Chlorwasserstoff-Gas einzusetzen. Insbesondere enthält ein derartiges Behandlungsgas möglichst wenig oxidierend wirkende Bestandteile, wie Sauerstoff, so dass eine Bildung von Chlor im Abgas des Behandlungsgases weitgehend vermieden werden kann. Dadurch erübrigt sich eine Chlorentgiftung des Abgases, so dass dessen Entsorgung oder Wiederverwertung vereinfacht wird. Beispielsweise können Gaswäscher entfallen, wie sie bei den bekannten Reinigungsverfahren zur Chlorentgiftung eingesetzt werden. Vorteilhafterweise enthält ein derartiges Chlorwasserstoff-Gas einen stöchiometrischen Überschuss an elementarem Wasserstoff. Der überschüssige Wasserstoff reagiert mit OH-Gruppen in den oder an den SiO_2 -Partikeln zu Wasser, das als Wasserdampf mit dem Gasstrom ausgetragen wird, so dass der OH-Gehalt der Partikel verringert werden kann.

Es hat sich bewährt, das Behandlungsgas mittels einer unterhalb der Schüttung eine Vielzahl von lateral zur Mittelachse verteilten Düsenöffnungen aufweisenden Gasdusche in die Schüttung einzuleiten. Die Gasdusche weist unterhalb der Schüttung der zu reinigenden Partikel Düsenöffnungen auf, die über den Querschnitt der Schüttung - in Strömungsrichtung gesehen - im wesentlichen symmetrisch verteilt sind und aus denen das Behandlungsgas ausströmt. Durch die am Anfang der Schüttung derartig flächig angelegte Gasströmung wird die Schüttung mehr oder weniger geradlinig, laminar durchströmt, und eine gleichmäßige und homogene Behandlung der Partikel über die gesamte Schüttung gewährleistet.

Vorteilhafterweise werden die Partikel unter Luft- und Sauerstoffausschluss auf eine Temperatur im Bereich der Behandlungstemperatur erhitzt. Bei dieser Verfahrensweise wird in der

Schüttung oder im Reaktor vorhandener Sauerstoff oder Luft vor dem Aufheizen der Partikel durch ein anderes Gas ersetzt, beispielsweise durch ein Inertgas oder durch ein Behandlungsgas, das - von Verunreinigungen abgesehen - Sauerstoff- und Stickstoff-frei ist. Dadurch wird vermieden, dass sich bei höheren Temperaturen stabile Verbindungen von Verunreinigungen in Form von Nitriden oder Oxiden bilden, die durch das Behandlungsgas nachträglich nicht mehr entfernt werden können. Durch den Luft- und Sauerstoffausschluss wird außerdem eine Redox-Reaktion mit dem HCl-haltigen Behandlungsgas unterdrückt, die zu Bildung von Chlorgas führen kann. Wie weiter oben bereits erläutert, würde durch Chlorgas die Aufbereitung oder Entgiftung des Behandlungsgases wesentlich aufwendiger.

In einer bevorzugten Verfahrensweise wird das Behandlungsgas gleichzeitig zum Windsichten der Schüttung eingesetzt. Für viele Anwendungen ist die Entfernung des Feinanteils einer Körnung erwünscht, denn der Feinanteil kann beim Einschmelzen der Körnung zu einer Feinbläsigkeit des Quarzglas führen. Durch Einstellen der Strömungsgeschwindigkeit des Behandlungsgases lässt sich dieser Feinanteil definiert aus der Schüttung entfernen und aus dem Reaktor heraustragen. Gleichzeitig lässt sich dadurch eine definierte Kornfraktion herstellen.

Vorteilhafterweise ist eine erste Reinigungsstufe zum Entfernen metallischer Verunreinigungen oder deren Verbindungen, insbesondere von Natrium-, Mangan-, Kalium- und Eisenverunreinigungen vorgesehen, und eine zweite Reinigungsstufe zum Entfernen von Kohlenstoff- und Kohlenstoffverbindungen. Während der zweiten Reinigungsstufe wird dem Behandlungsgas ein sauerstoffhaltiges Gas zugeführt, wogegen während der ersten Reinigungsstufe sauerstoffhaltiges Gas möglichst vermieden wird. Während der zweiten Reinigungsstufe reagiert Kohlenstoff, der beim Einschmelzen der Partikel zu Gaseinschlüssen führen kann, mit Sauerstoff zu CO oder CO₂ und wird aus der Schüttung entfernt.

Bei einer besonders wirtschaftlichen Verfahrensweise wird das Behandlungsgas im Umlauf geführt. Dabei wird das den Reaktor verlassende Abgas regeneriert und dem Reaktor als Behandlungsgas erneut zugeführt. Zum Ausgleich eines Gasverbrauches kann die Regeneration ein Zumischen von frischem, unverbrauchtem Behandlungsgas umfassen.

Als besonders günstig hat sich eine Verfahrensweise erwiesen, bei der die Strömungsgeschwindigkeit des Behandlungsgases auf mindestens 30 cm/s eingestellt wird. Durch die hohe Strömungsgeschwindigkeit wird der Gasaustausch vergrößert. Die oben näher erläuterten Vorteile hinsichtlich des Austrages von Verunreinigungen und hoher Reaktionsgeschwindigkeiten zwischen dem Behandlungsgas und den Verunreinigungen werden durch Aufrechterhaltung eines Fließbettes der Schüttung (fluidisierte Partikelschicht) weiter gefördert.

Hinsichtlich der Vorrichtung wird die oben angegebene Aufgabe erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die Gaszuführung eine Gasdusche umfasst, die unterhalb der Schüttung eine Vielzahl von lateral zur Mittelachse verteilten Düsenöffnungen zur Einleitung des Behandlungsgases in die Schüttung aufweist.

Dadurch, dass unterhalb der Schüttung eine Gasdusche angeordnet ist, kann eine laminare Strömung unterhalb der Schüttung erzeugt und das Behandlungsgas in Form einer möglichst laminaren Gasstromes in die Schüttung eingeleitet werden. Die Aufrechterhaltung einer möglichst laminaren Strömung innerhalb der Schüttung wird so erleichtert.

Die Gasdusche weist eine Vielzahl von lateral zur Mittelachse verteilten Düsenöffnungen auf. Die Düsenöffnungen sind über den Querschnitt der Schüttung - in Strömungsrichtung gesehen - im wesentlichen symmetrisch um die Mittelachse und gleichmäßig verteilt. Durch die am Anfang der Schüttung derartig flächig angelegte Gasströmung wird die Schüttung mehr oder weniger geradlinig, laminar durchströmt, und eine gleichmäßige und homogene Behandlung der Partikel über die gesamte Schüttung gewährleistet.

Vorteilhafterweise umfasst die Gaszuführung eine Gasaufheizvorrichtung, die - in Strömungsrichtung des Behandlungsgases gesehen - vor der Gasdusche angeordnet ist. Dadurch kann das Behandlungsgas vor Einleitung in die Schüttung auf eine Temperatur oberhalb der Behandlungstemperatur erhitzt werden. Die Wirkung und die besonderen Vorteile dieser Verfahrensweise sind oben anhand des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert.

Besonders einfach gestaltet sich eine Gasaufheizvorrichtung, die als beheizte Rohrwendel ausgebildet ist. Mittels der Rohrwendel lässt sich das Einstellen des Behandlungsgases auf die Behandlungstemperatur leicht realisieren, indem deren Länge den Erfordernissen angepasst wird. Die Länge der Rohrwendel liegt üblicherweise im Bereich einiger Meter. Sie kann in einem Ofen angeordnet sein, in dem sich auch der Reaktor befindet und sie besteht aus einem hochtemperaturstabilen Werkstoff, vorzugsweise aus Quarzglas.

Auch die Gasdusche besteht aus einem temperaturstabilen Werkstoff, beispielsweise aus Quarzglas, aus Siliciumcarbid oder aus einem Edelmetall, wie Platin oder einer Platinlegierung. Im einfachsten Fall ist die Gasdusche in Form eines mit den Düsenöffnungen versehenen Rohres ausgebildet. Das Rohr kann vielfältige Formen aufweisen, beispielsweise Spiralform. Die Gasdusche kann auch als perforierte Lochplatte oder Fritte ausgebildet sein.

Die Erzeugung einer laminaren Gasströmung wird erleichtert, wenn die Düsenöffnungen der Gasdusche symmetrisch um die Mittelachse des Reaktors verteilt sind. Beispielsweise können

die Düsenöffnungen gleichmäßig um die Mittelachse in Ringform angeordnet sein, wobei benachbarte Düsenöffnungen vorteilhafterweise den gleichen Abstand zueinander haben.

Als besonders günstig hat sich ein Reaktor erwiesen, der allseitig verschließbar ist. Dadurch lässt sich ein Eintrag von Sauerstoff oder Stickstoff und die damit einhergehende Gefahr einer Bildung von Chlor sowie thermochemisch stabiler Verbindungen der Verunreinigungen, wie Nitriden oder Oxiden, vermindern.

Die oben angegebene Aufgabe wird hinsichtlich der SiO_2 -Körnung erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die SiO_2 -Körnung aus natürlich vorkommendem Quarz einen Eisengehalt von weniger als 20 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 5 Gew.-ppb, einen Mangan-Gehalt von weniger als 30 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 5 Gew.-ppb und einen Lithium-Gehalt von weniger als 50 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 5 Gew.-ppb sowie einen Gehalt an Chrom, Kupfer und Nickel von jeweils weniger als 20 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 1 ppb, aufweist.

Die erfindungsgemäße SiO_2 -Körnung wird aus natürlicher Quarzkörnung oder vorbehandelter Quarzkörnung, wie beispielsweise im Handel erhältlicher vorgereinigter Körnung oder aus Granulat, hergestellt, indem eine derartige Quarzkörnung mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens gereinigt wird. Die so hergestellte natürliche SiO_2 -Körnung zeichnet sich durch Reinheiten aus, die ansonsten nur mit synthetisch hergestelltem SiO_2 erreichbar sind. Sie ist besonders geeignet als Einsatzmaterial für die Herstellung von hochreinem Quarzglas. Beispielsweise für die Herstellung von Quarzglastiegeln, -stangen, -stäben, -barren, die als Bauteile oder Halbzuge für die Halbleiterindustrie, für die Optik und die optische Nachrichtentechnik verwendet werden.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen und einer Zeichnung näher erläutert. In der Zeichnung zeigen im einzelnen in schematischer Darstellung

Figur 1 eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung, die für ein chargenweises Reinigungsverfahren gemäß der Erfindung geeignet ist, und

Figur 2 eine Vorrichtung, die für ein kontinuierliches Reinigungsverfahren gemäß der Erfindung geeignet ist.

Bei der Vorrichtung gemäß **Figur 1** ist innerhalb eines elektrisch beheizbaren Kammerofens 1 ein zylinderförmiger Reaktor 2 aus Quarzglas mit vertikal orientierter Mittelachse 3 angeordnet. Der Reaktor 2 hat einen Innendurchmesser von 14 cm und eine Höhe von etwa 150 cm. Er ent-

hält eine Schüttung 4 aus rieselfähiger Quarzkörnung. Im unteren Teil des Reaktors 2 ist eine Ringdusche 5 vorgesehen, die aus einem Quarzglasrohr gefertigt ist, das coaxial zur Mittelachse 3 am Boden 6 des Reaktors 2 angeordnet ist und das mit 100 Düsenöffnungen in Richtung der Reaktor-Unterseite versehen ist. Die Düsenöffnungen, die auf einem Hüllkreis mit einem Durchmesser von etwa 7 cm im Abstand von ca. 2,5 mm gleichmäßig verteilt sind, haben jeweils einen Durchmesser von 500 μm . Die Ringdusche 5 ist über eine 10 m lange Rohrwendel 7, die innerhalb des Kammerofens 1 jedoch außerhalb des Reaktors 2 angeordnet ist, mit einer Gasumwälzpumpe 8 verbunden. Mittels der Gasumwälzpumpe 8 wird über die Rohrwendel 7 und die Ringdusche 5 ein Behandlungsgas in den Reaktor 2 eingeleitet. Im oberen Teil des Reaktors 2 ist eine Abgasleitung 9 vorgesehen, die über einen Staubabscheider 10 mit der Gasumwälzpumpe 8 verbunden ist. Die Abgasleitung 9 erstreckt sich dabei durch eine Bohrung eines Quarzglasstempels 11, der den Reaktor 2 bis auf einen engen Ringspalt 12 zwischen Quarzstempel 11 und Abgasleitung 9 nach oben abdichtet. Am Boden 6 des Reaktors 2 ist ein verschließbarer Entnahmestutzen 13 für das chargenweise Ablassen gereinigter Quarzkörnung in einen Behälter 14 angebracht. Oberhalb von Ofen 1 und Reaktor 2 ist ein Abzug 15 vorgesehen.

Nachfolgend wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand von Ausführungsbeispielen und der Darstellung in Figur 1 näher erläutert.

Beispiel 1:

Bei der gemäß Beispiel 1 zu reinigenden Quarzkörnung handelt es sich um bereits vorgereinigte Körnung aus natürlich vorkommendem Quarzsand, der unter der Bezeichnung "IOTA Standard" im Handel erhältlich ist (Lieferant: Firma Unimin Corp., USA). Der mittlere Korndurchmesser beträgt bei dieser Quarzkörnung etwa 230 μm , wobei der Feinanteil mit Korndurchmessern unterhalb von 63 μm bei etwa 1 bis 2 Gew.-% liegt. Die in dieser Quarzkörnung gemessenen Verunreinigungen sind in Tabelle 1 in der Zeile "Standard" angegeben.

Auf einer Unterlage 4a vorab gereinigter Quarzkörnung, wird eine Charge der zu reinigenden Quarzkörnung von etwa 16 kg in den Reaktor 2 zu einer lockeren Schüttung 4 eingefüllt, wobei sich für die Unterlage 4a und die Schüttung 4 eine Schütthöhe von etwa 60 cm ergibt. Die Oberkante der Unterlage 4a, deren Körnung die Ringdusche 5 gerade überdeckt, ist in Figur 1 anhand einer gestrichelten Linie dargestellt. Die Ringdusche 5 ist unterhalb der Schüttung 4 angeordnet. Während des Befüllens wird der Reaktor 2 mit einem Sauerstoff- und Stickstofffreien Gas gespült und anschließend mit dem Quarzglasstempel 11 verschlossen. Bei dem Spülgas handelt es sich in Beispiel 1 um anorganisch reines HCl-Gas mit einem stöchiometri-

schen Überschuss an Wasserstoff, das auch als Behandlungsgas zur Reinigung der Quarzkörnung während der folgenden ersten Reinigungsstufe eingesetzt wird. Durch die kontinuierliche Gasspülung wird bereits beim Befüllen des Reaktors 2 und insbesondere vor dem Aufheizen der Quarzkörnung Sauerstoff und Stickstoff weitgehend ausgetrieben und ein Lufteintrag in den Reaktor 2 verhindert. Dadurch kann die Bildung thermisch und chemisch stabiler Verbindungen der zu entfernenden Verunreinigungen in Form von Metallnitriden oder Metalloxiden verhindert werden. Derartige temperaturstabile Metallnitride oder Metalloxide, die sich bei höheren Temperaturen beispielsweise durch chemische Reaktion, Phasenumwandlung oder durch sogenanntes Altern bilden, können direkt oder indirekt in Quarzglas zu unerwünschten Verunreinigungseffekten und zu störenden Verfärbungen oder Transmissionsänderungen führen. Als Beispiel hierfür seien Lithiumnitrid, Eisenoxid oder Mangandioxid genannt. Eine typische Verunreinigung der natürlichen Quarzkörnung ist Eisentrioxid, das in drei verschiedenen Modifikationen vorliegen kann. Eine davon ist das rotbraune, rhomboedrische $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Es hat sich gezeigt, dass die Säurebeständigkeit und Härte von $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ entscheidend von seiner thermischen Vorbehandlung abhängt. Schwach geglühtes $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ löst sich leicht in Säuren und ist mit dem hier eingesetzten Behandlungsgas leicht zu entfernen. Bei Temperaturen oberhalb von 1000 °C geglühtes und dabei thermisch gealtertes $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ zeichnet sich hingegen durch hohe Säure-, Basen- und Chlorbeständigkeit aus und ist mit Behandlungsgas nicht mehr vollständig zu entfernen. Demzufolge wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das nicht geglühte $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bereits bei Temperaturen um 1000 °C möglichst vollständig entfernt, indem die Schüttung 4 vom Befüllen des Reaktors 2 an und auch während des Aufheizens mit dem Behandlungsgas behandelt wird.

Eine weitere typische Verunreinigung in natürlichem Quarz ist Mangan, das im allgemeinen als Mangandioxid (MnO_2 , Braunstein) vorliegt. MnO_2 geht beim Erhitzen an Luft oder unter Sauerstoff bei Temperaturen von über 550 °C in Mn_2O_3 über, das in seiner Alphaform ($\alpha\text{-Mn}_2\text{O}_3$) als braun gefärbte Modifikation und nach einem Glühen bei einer Temperatur oberhalb von 900 °C in das chemisch stabilere Trimangantetraoxid (Mn_3O_4) übergeht. Auch hier erweist es sich als vorteilhaft, schon beim Befüllen und Aufheizen des Reaktors 2 die Anwesenheit von Sauerstoff zu vermeiden.

Zum Aufheizen der Schüttung 4 wird der Kammerofen 1 auf die Behandlungstemperatur von 1270 °C eingestellt. Gleichzeitig wird über die Ringdusche 5 das Behandlungsgas bei einem Vordruck von 0,7 bar (bei Raumtemperatur) mit einer Flussrate von 1300 l/h in den Reaktor 2 eingeleitet. Das Behandlungsgas wird auf die Behandlungstemperatur vorgeheizt, indem es innerhalb der Rohrwendel 7 an den Heizelementen des Kammerofens 1 vorbeigeführt wird. Da-

bei vergrößert sich sein Volumen um ein Vielfaches. Für den leeren Reaktor 2 ergibt sich dabei rein rechnerisch für das Behandlungsgas eine Strömungsgeschwindigkeit von ca. 12 cm/s. Der aus der Ringdusche 5 austretende Gasstrom hebt die Schüttung 4 unter Bildung eines Fließbettes leicht an, wobei er sie weitgehend laminar - und bedingt durch die Verengung des freien Strömungsquerschnittes durch die Quarzkörnung - mit einer mittleren Strömungsgeschwindigkeit von etwa 60 cm/s durchströmt und gleichzeitig auf eine Temperatur um 1270 °C erhitzt. Die im wesentlichen laminare Gasströmung wird durch die Richtungspfeile 17 angedeutet. Das Fließbett, die laminare Gasströmung 17 und die hohe Strömungsgeschwindigkeit des Behandlungsgases gewährleisten eine effektive, gleichmäßige thermische und chemische Behandlung der Quarzkörnung und damit eine optimale Reinigungswirkung und verhindern ein Ansintern der Körner untereinander. Durch das Vorheizen des Behandlungsgases werden Kondensationseffekte vermieden. Die hohe Strömungsgeschwindigkeit stellt einen raschen Gasaustausch und einen schnellen Austrag von Verunreinigungen weg vom einzelnen Korn und aus dem Reaktor 2 sicher. Darüberhinaus wird über den Gasstrom 17 - in Abhängigkeit von der eingestellten Strömungsgeschwindigkeit - der Feinanteil der Quarzkörnung aus der Schüttung 4 als Feinststaub entfernt.

Das Behandlungsgas wird im Umlauf geführt und dabei regeneriert. Hierzu wird das mit Verunreinigungen und Feinststaub beladene Behandlungsgas über die Abgasleitung 9 aus dem Reaktor 2 ausgeleitet und dem Staubabscheider 10 zugeführt. Dabei kühlt das Behandlungsgas ab, so dass sich Volumen und dementsprechend die Strömungsgeschwindigkeit verringern. Im Staubabscheider 10 werden der Feinststaub und Verunreinigungen, die in Form auskondensierter Verbindungen vorliegen, entfernt. Anschließend wird das gereinigte Behandlungsgas über die Gaspumpe 8 wieder dem Reaktor 2 zugeführt. Dabei wird dem Behandlungsgas kontinuierlich eine geringe Menge an reinem HCl-Gas zugeführt, wie dies durch das Absperrventil 16 symbolisiert ist. Überschüssiges Behandlungsgas entweicht kontinuierlich aus dem Reaktor 2 durch den Ringspalt 12 und wird über den Abzug 15 entfernt. Ein Luft- und Sauerstoffeintrag in den Reaktor 2 wird so verhindert, so dass eine Oxidation von HCl unter Bildung von Chlorgas verhindert wird.

Nach einer Behandlungsdauer von 23 Stunden wird die Schüttung 4 von Kohlenstoff- und Kohlenstoffverbindungen befreit, indem dem Behandlungsgas kurzzeitig Sauerstoff beigemischt wird.

Die gereinigte Quarzkörnung wird über den Stutzen 13 in den Behälter 4 abgelassen und kühlt ab. Bei der so behandelten Quarzkörnung liegen die Konzentrationen der Verunreinigungen an

Li, Na, K, Mg, Cu, Fe, Ni, Cr, Mn, V, Ba, Pb, C, B und Zr jeweils im ppb-Bereich und zum Teil unterhalb der Nachweisgrenze der instrumentellen Ultra-Spuren-Analytik. Somit wird eine chemische Reinheit erreicht, die ansonsten nur von synthetisch hergestellter Körnung bekannt ist. Die an der erfindungsgemäß gereinigten Quarzkörnung gemessenen Verunreinigungs-Gehalte sind in Tabelle 1 unter Bsp. 1 aufgeführt.

Bei der Darstellung in Figur 2 sind die gleichen Bezugsziffern wie in Figur 1 für die Bezeichnung der gleichen oder äquivalenter Bauteile oder Bestandteile der Vorrichtung verwendet. Auf die entsprechenden Erläuterungen zu Figur 1 wird hingewiesen.

Die in Figur 2 dargestellte Vorrichtung ist für eine kontinuierliche Betriebsweise des erfindungsgemäßen Verfahrens ausgelegt. Hierzu ist eine Einfüllvorrichtung 20 für die kontinuierliche Zufuhr rieselfähiger Quarzkörnung 21 zu dem Reaktor 2 sowie ein Entnahmestutzen 24 am Boden 6 des Reaktors 2 vorgesehen, der nach unten in einen geschlossenen Behälter 25 mündet, so dass kontinuierlich gereinigte Quarzkörnung aus dem Reaktor 2 in den Behälter 25 rieselt. Unterschiede zur Vorrichtung gemäß Figur 1 liegen auch in der Zufuhr des Behandlungsgases zum Reaktor 2 und in der Ableitung aus dem Reaktor 2. Über eine Gaszuleitung 22 und die Rohrwendel 7 wird das Behandlungsgas einem Quarzglasrohr 23 zugeführt, das von oben in die Schüttung 4 bis in den Bereich des Bodens 6 des Reaktors 2 hineinragt. Unterhalb des Quarzglasrohres 23 - durch eine gestrichelte Linie symbolisiert - befindet sich eine Unterlage 4a bereits gereinigter Quarzkörnung. Der untere Teil des Quarzglasrohres 23 ist über eine Länge von 10 mm mit mehreren, gleichmäßig um den Umfang verteilten Löchern perforiert, deren Öffnungsquerschnitte zusammen etwa 4 mm^2 betragen. Aus den Löchern tritt das Behandlungsgas - wie durch das sternförmige Zeichen symbolisiert - axialsymmetrisch aus, wird in die zu reinigende Schüttung 4 eingeleitet, durchströmt diese von unten nach oben in Form eines möglichst laminaren Gasstromes 17, verlässt den Reaktor 2 durch die Bohrung des Quarzglasstempels 11 und wird danach abgesaugt.

Nachfolgend wird ein weiteres Ausführungsbeispiel für das erfindungsgemäße Verfahren anhand Figur 2 näher erläutert.

Beispiel 2:

Bei der gemäß Beispiel 2 zu reinigenden Quarzkörnung 21 handelt es sich um die gleiche Körnung wie bei Beispiel 1. Mittels der Zufuhr-Vorrichtung werden ca. 16 kg der Quarzkörnung 21 unter Bildung einer lockeren Schüttung 4 mit einer Schütthöhe von etwa 60 cm in den Reaktor 2 eingefüllt. Der Reaktor 2 wird dabei mit anorganisch reinem HCl-Gas mit einem stöchiometri-

schen Überschuss an Wasserstoff, das auch als Behandlungsgas zur Reinigung der Quarzkörnung während der folgenden ersten Reinigungsstufe dient, gespült. Hinsichtlich der Wirkung dieser Spülung beim Befüllen des Reaktors 2 und insbesondere vor dem Aufheizen der Quarzkörnung 21 wird auf die entsprechenden Erläuterungen zu Beispiel 1 verwiesen.

Zum Aufheizen der Schüttung 4 wird der Kammerofen 1 auf die Behandlungstemperatur von 1270 °C eingestellt. Gleichzeitig wird über das Quarzglasrohr 23 das Behandlungsgas mit einer Flussrate von 1300 l/h in den Reaktor 2 eingeleitet. Das Behandlungsgas wird auf die Behandlungstemperatur vorgeheizt, indem es innerhalb der Rohrwendel 7 an den Heizelementen des Kammerofens 1 vorbeigeführt wird. Dabei vergrößert sich sein Volumen um ein Vielfaches. Der aus dem Quarzglasrohr 23 austretende Gasstrom 17 des Behandlungsgases hebt die Schüttung 4 unter Bildung eines Fließbettes leicht an, durchströmt die Schüttung 4 weitgehend laminar mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 60 cm/s und erhitzt die Quarzkörnung dabei auf eine Temperatur um 1270 °C. Hinsichtlich der Wirkungen des Fließbettes und der laminaren Gasströmung 17 des Behandlungsgases wird ebenfalls auf die obigen Erläuterungen zu Beispiel 1 verwiesen. Dem Reaktor 2 werden dabei mittels der Einfüllvorrichtung 20 kontinuierlich etwa 130 g/min der Quarzkörnung 21 zugeführt und ebensoviel über den Entnahmestutzen 24 kontinuierlich entnommen, so dass die Schüttmenge im Reaktor 2 etwa gleich bleibt. Die durchschnittliche Verweilzeit der Quarzkörnung 21 im Reaktor 2 beträgt ca. 12 Stunden.

In einem separaten Verfahrensschritt wird die so gereinigte Quarzkörnung von Kohlenstoff- und Kohlenstoffverbindungen befreit, indem sie mit einem sauerstoffhaltigen Gas behandelt wird.

Trotz der relativ kurzen Behandlungsdauer von 12 Stunden ist bei der so behandelten Quarzkörnung insbesondere der Gehalt an Alkali-Verunreinigungen deutlich gesunken. Die Verunreinigungs-Gehalte der gemäß Beispiel 2 gereinigten Quarzkörnung sind unter "Bsp. 2" in Tabelle 1 aufgeführt. Es wird noch einmal darauf hingewiesen, dass die Verunreinigungen der SiO₂-Körnung unterschiedliche Retentionszeiten haben, so dass die oben angegebenen Behandlungszeiten je nach spezifischer Reinheitsanforderung variieren. Beispielsweise wird eine Reinheitsanforderung in Bezug auf einen Natriumgehalt von weniger als 20 Gew.-ppb mit dem erfindungsgemäßen Verfahren nach Beispiel 2 bereits nach 60 Minuten erfüllt.

Tabelle 1

	Li	Na	K	Mg	Fe	Cu	Ni	Cr	Mn	Ba	V	Zr	Ca	Ti	Al
Standard	750	1.240	980	35	410	10	10	14	90	10	10	1.150	560	1.000	15.000
Bsp. 1	< 3*	<10*	<10*	< 5*	<10*	< 3*	< 1*	< 1*	< 2*	<20*	< 1*	<100	160	1.000	15.000
Bsp. 2	<100	<20	<50	<20	<60	< 3*	< 1*	< 1*	<10*	<20*	< 1*	<100	300	1.000	15.000

Die Konzentrationsangaben in Tabelle 1 beziehen sich auf Gew.-ppb. Die Verunreinigungsgehalte wurden mittels ICP-OES gemessen; die mit * gekennzeichneten Werte mittels ICP-MS

Patentansprüche

1. Verfahren zum Reinigen von SiO_2 -Partikeln, indem eine Schüttung (4) der Partikel in einem Reaktor (2) mit vertikal orientierter Mittelachse (3) erhitzt und dabei einem Behandlungsgas ausgesetzt wird, das mit einer vorgegebenen Strömungsgeschwindigkeit von unten nach oben durch den Reaktor (2) und die Schüttung (4) geleitet wird, dadurch gekennzeichnet, dass ein chlorhaltiges Behandlungsgas eingesetzt wird, und dass im Bereich der Schüttung (4) das Behandlungsgas auf eine Behandlungstemperatur von mindestens 1000°C und die Strömungsgeschwindigkeit auf mindestens 10 cm/s eingestellt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass im Bereich der Schüttung (4) die Temperatur des Behandlungsgases auf mindestens 1200°C eingestellt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas die Schüttung (4) unter Erzeugung einer fluidisierten Partikelschicht anhebt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas in Form eines laminaren Gasstromes in die fluidisierte Partikelschicht eingeleitet wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas vor Einleitung in die Schüttung (4) auf die Behandlungstemperatur oder auf eine Temperatur oberhalb der Behandlungstemperatur erhitzt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass als Behandlungsgas anorganisch reines Chlorwasserstoff-Gas eingesetzt wird.



7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas mittels einer unterhalb der Schüttung (4) eine Vielzahl von lateral zur Mittelachse (3) verteilten Düsenöffnungen aufweisenden Gasdusche (5; 23) in die Schüttung (4) eingeleitet wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel unter Luft- und Sauerstoffausschluss auf eine Temperatur im Bereich der Behandlungstemperatur erhitzt werden.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas gleichzeitig zum Windsichten der Schüttung (4) eingesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine erste Reinigungsstufe zum Entfernen metallischer Verunreinigungen oder deren Verbindungen und durch eine zweite Reinigungsstufe zum Entfernen von Kohlenstoff- und Kohlenstoffverbindungen, wobei während der zweiten Reinigungsstufe dem Behandlungsgas ein sauerstoffhaltiges Gas zugeführt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsgas im Umlauf geführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Behandlungsgases auf mindestens 30 cm/s eingestellt wird.
13. Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, umfassend einen Reaktor (2) mit vertikal orientierter Mittelachse (3) für die Aufnahme einer Schüttung (4) der zu reinigenden SiO_2 -Partikel, mit einer Gaszuführung für die Zufuhr eines Behandlungsgases in einen Bereich des Reaktors unterhalb der Schüttung (4) und mit einer Gasableitung für die Ableitung des Behandlungsgases aus einem Bereich des Reaktors oberhalb der Schüttung (4), dadurch gekennzeichnet, dass die Gaszuführung eine Gasdusche (5; 23) umfasst, die unterhalb der Schüttung (4) eine Vielzahl von lateral zur Mittelachse (3) verteilten Düsenöffnungen zur Einleitung des Behandlungsgases in die Schüttung (4) aufweist.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Gaszuführung eine Gasaufheizvorrichtung umfasst, die - in Strömungsrichtung des Behandlungsgases gesehen - vor der Gasdusche (5; 23) angeordnet ist.



15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Gasaufheizvorrichtung eine beheizte Rohrwendel (7) umfasst.
16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Gasdusche (5; 23) aus Quarzglas, Siliciumcarbid oder aus Edelmetall besteht.
17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Gasdusche in Form eines mit den Düsenöffnungen versehenen Rohres (5; 23) ausgebildet ist.
18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsenöffnungen der Gasdusche (5; 23) symmetrisch um die Mittelachse (3) verteilt sind.
19. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (2) allseitig geschlossen ist.
20. Gereinigte SiO_2 -Körnung aus natürlich vorkommendem Quarz, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Eisengehalt von weniger als 20 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 5 ppb, einen Mangan-Gehalt von weniger als 30 Gew.-ppb, vorzugsweise 5 ppb, einen Lithium-Gehalt von weniger als 50 ppb, vorzugsweise 5 ppb sowie einen Gehalt an Chrom, Kupfer und Nickel von jeweils weniger als 20 Gew.-ppb, vorzugsweise weniger als 1 ppb, aufweist.



* C L M S *