



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0050664
(51)^{2020.01} C03C 3/11; C03C 3/085; C03C 3/118; (13) B
C03C 3/097; C03C 1/00; C03C 3/091
-

- (21) 1-2022-01631 (22) 25/09/2020
(86) PCT/EP2020/076928 25/09/2020 (87) WO2021/063834 08/04/2021
(30) 10 2019 126 332.8 30/09/2019 DE
(45) 25/08/2025 449 (43) 26/09/2022 414A
(73) SCHOTT AG (DE)
Hattenbergstr. 10, Mainz, 55122, Germany
(72) Holger WEGENER (DE); Simon STRIEPE (DE); Olaf CLAUSSEN (DE); Marta
KRZYZAK (DE); Michael HAHN (DE); Karin NAUMANN (DE); Silke KNOCHÉ
(DE); Jörg WITTE (DE).
(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)
-

- (54) VẬT PHẨM THỦY TINH VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT PHẨM THỦY
TINH NÀY

(21) 1-2022-01631

(57) Sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat, trong đó vật phẩm thủy tinh được đặc trưng bởi chất lượng bề mặt và chất lượng bên trong đặc biệt tốt. Thủy tinh được sản xuất bằng chất tinh chế thay thế và có một lượng rất nhỏ các hạt kim loại quý.

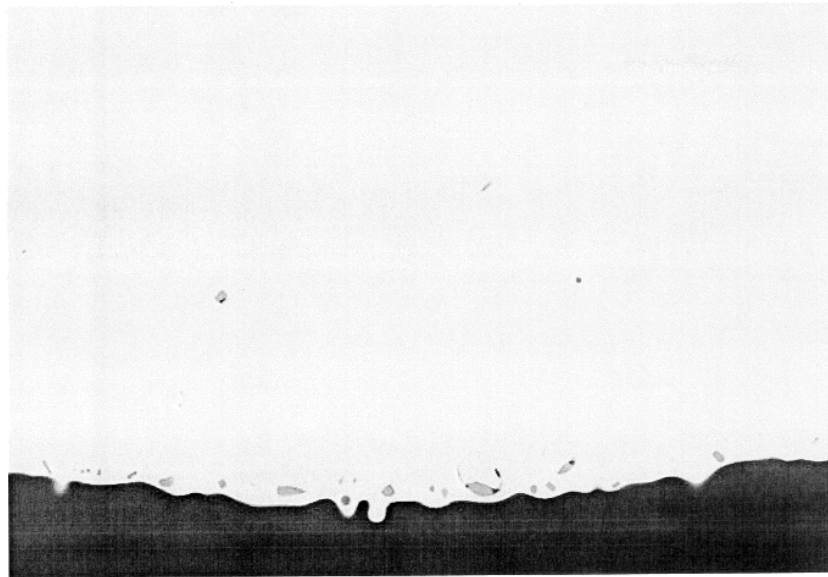


FIG. 2

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh, phương pháp sản xuất và sử dụng vật phẩm thủy tinh này. Vật phẩm thủy tinh thích hợp để làm kính hiển thị, ví dụ, cho điện thoại di động và máy tính bảng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nhà sản xuất thiết bị đầu cuối cầm tay đặc biệt là điện thoại thông minh và máy tính bảng phải đối mặt với tình trạng thị trường ngày càng bão hòa. Rất khó để khiến người tiêu dùng mua thiết bị mới do có các tính năng thú vị. Một mặt, có một vấn đề nan giải là phải cung cấp những màn hình lớn hơn và rực rỡ hơn để hiển thị nội dung đa phương tiện theo cách ấn tượng nhất có thể trên màn hình di động và mặt khác, để giữ kích thước của thiết bị ở mức có thể chấp nhận được. Công việc đang được thực hiện đặc biệt trên màn hình có thể gấp lại và có thể uốn cong. Điện thoại thông minh có màn hình cong đã thành công trên thị trường. Để có thể đáp ứng mong muốn của khách hàng, có nhu cầu cao đối với vật liệu mang tính đổi mới cho các màn hình như vậy.

Thủy tinh là vật liệu được lựa chọn cho màn hình do khả năng chống hóa chất, độ bền và độ trong suốt của nó. Để thủy tinh có thể cong, nó phải được làm sẵn với độ dày nhỏ. Đã có nhiều phương pháp khác nhau để có thể sản xuất thủy tinh với độ dày rất nhỏ. Thủy tinh có độ dày rất nhỏ có thể được sản xuất bằng phương pháp kéo. Phương pháp kéo này bao gồm phương pháp kéo xuống (còn được gọi là phương pháp "kéo xuống rãnh") và phương pháp kéo nung chảy tràn (còn được gọi là phương pháp "kéo xuống tràn"). Các phương pháp này có điểm chung là thành phần bạch kim được sử dụng trong thiết bị sản xuất tương ứng.

Người ta đã tìm thấy trong quá trình sản xuất thủy tinh mỏng, các hạt bạch kim tách ra khỏi các thành phần kim loại quý trong các cơ sở sản xuất và lại được tìm thấy trên hoặc trong vật phẩm thủy tinh mỏng. Trong vật phẩm thủy tinh có độ dày lớn hơn, các hạt bạch kim này do kích thước nhỏ nên ít có nguy cơ hơn so với các loại vật phẩm

thủy tinh đặc biệt mỏng. Do đó, một hạt bạch kim có kích thước đường kính chỉ 5 μm trong trường hợp thủy tinh có độ dày 50 μm có thể là một khuyết điểm rất đáng kể vì các bề mặt có thể phồng lên xung quanh khuyết điểm đó.

Thủy tinh aluminosilicat nóng chảy ở nhiệt độ tương đối cao do hàm lượng Al_2O_3 cao của chúng. Chúng khó tinh chế hơn nhiều loại thủy tinh khác vì chúng chỉ đạt độ nhớt tinh chế bình thường (200 đến 500 dPas) ở nhiệt độ rất cao. Điều này cho thấy rằng sẽ đặc biệt khó khăn để đạt được hoạt động tinh chế đạt yêu cầu mà không sử dụng các chất tinh chế độc hại như các oxit asen và antimon. Nhiều chất tinh chế thay thế giải phóng khí tinh chế ở nhiệt độ quá thấp. Độ nhớt của thủy tinh khi đó vẫn còn quá cao khiến các bóng khí hình thành không nổi lên đủ nhanh hoặc hoàn toàn không nổi lên.

Các oxit kim loại kiềm làm giảm nhiệt độ nóng chảy và tinh chế của thủy tinh để đạt được độ nhớt mong muốn khi tinh chế ở nhiệt độ thấp hơn. Tuy nhiên, thủy tinh có tỷ lệ oxit kim loại kiềm cao lại có khả năng ăn mòn cao đối với các khối bể và bộ phận kim loại quý. Nó chính xác là kim loại quý có mặt trong nhiều bộ phận trong sản xuất thủy tinh, ví dụ: ở dạng ống để vận chuyển thủy tinh nóng chảy từ bể nấu chảy đến hệ thống đồng nhất và định hình, bị ăn mòn ở mức độ cao. Điều này dẫn đến tuổi thọ sử dụng của các thiết bị ngắn và do đó dẫn đến chi phí cao.

WO 2009/108285 bộc lộ chất tinh chế phức tạp cho thủy tinh aluminosilicat dựa trên việc sử dụng nước và oxit kim loại đa hóa trị. Ở đó thu được thủy tinh có nồng độ bóng khí lên đến một bọt trên mỗi cm^3 . Oxit thiếc và xeri được dùng làm oxit kim loại đa hóa trị.

Thiết bị sản xuất thủy tinh mỏng và phẳng thường chứa các bộ phận bằng kim loại quý như ống bạch kim. Do đó, WO 2006/115997 A2 mô tả thiết bị sản xuất thủy tinh dẻo có kim loại quý, đặc biệt là bạch kim. Tác động của “hiện tượng rỗ do thấm hydro” được mô tả, tức là sự hình thành các bóng khí ở bên trong các bộ phận bạch kim do tính thấm của vật liệu này đối với hydro. Ở đây, việc sử dụng oxit thiếc được khuyến khích đặc biệt vì việc này được cho là sẽ hấp thụ các bóng khí vẫn còn trong quá trình làm nguội phần nóng chảy. Để khuếch đại “hiện tượng rỗ do thấm hydro”, nên sử dụng iốt, brom hoặc clo với số lượng rất nhỏ cùng với việc kiểm soát áp suất riêng phần hydro bên ngoài thiết bị.

Sáng chế mong muốn tìm ra thủy tinh aluminosilicat với chất lượng vượt trội mà không cần phải sử dụng các hỗn hợp chất tinh chế phức tạp hoặc chi phí cao về mặt thiết bị. Thủy tinh cũng phải không có asen và antimon và ăn mòn vật liệu của thiết bị ở mức độ càng ít càng tốt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat với ít nhất một halogen có hoạt động tinh chế nằm trong khoảng từ 500 đến 8000 ppm và hàm lượng Sn ít hơn 500 ppm, trong đó thủy tinh có ít hơn 100 ppm As và ít hơn 100 ppm Sb.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat, trong đó vật phẩm thủy tinh có không nhiều hơn 5 hạt bạch kim có đường kính lớn hơn 5 μm trên một kilogam thủy tinh, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít hơn 100 ppm As và ít hơn 100 ppm Sb.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít hơn 100 ppm As, ít hơn 100 ppm Sb và Sn ít hơn 500 ppm hoặc ít hơn 100 ppm và trong đó thương số A nằm trong khoảng từ 1,5 đến 8,5, trong đó công thức sau được áp dụng:

$$A = \frac{\frac{m_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_{\text{RO}} + m_{\text{R}_2\text{O}}}}{m_{\text{Cl}} + m_{\text{I}} + m_{\text{Br}}}$$

Trong công thức, $m_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ là tỷ lệ khối lượng của Al_2O_3 trong thủy tinh aluminosilicat theo phần trăm khối lượng (% khối lượng); $m_{\text{R}_2\text{O}}$ là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm Na_2O , K_2O và Li_2O theo % khối lượng; m_{RO} là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm thổ MgO , CaO , BaO và SrO theo phần trăm khối lượng; m_{Cl} là tỷ lệ khối lượng của clo theo % khối lượng; m_{I} là tỷ lệ khối lượng của iốt theo % khối lượng; và m_{Br} là tỷ lệ khối lượng của brom theo % khối lượng.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít hơn 100 ppm As, ít hơn

100 ppm Sb và Sn ít hơn 500 ppm, tốt hơn là ít hơn 100 ppm, và tổng thay đổi độ dày của vật phẩm thủy tinh là nhỏ hơn 5 μm .

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện giản đồ pha của bạch kim và thiếc

Fig. 2 là ảnh SEM của mẫu của ống kim loại quý mà đã được tiếp xúc với phần nóng chảy thủy tinh mà chứa Sn trong khoảng thời gian dài hơn

Fig. 3 là ảnh SEM của mẫu của ống kim loại quý mà đã được tiếp xúc với phần nóng chảy thủy tinh mà chứa Sn trong khoảng thời gian dài hơn

Fig. 4 là ảnh SEM của mẫu của ống kim loại quý mà đã được tiếp xúc với phần nóng chảy thủy tinh mà chứa Sn trong khoảng thời gian dài hơn

Fig. 5 là ảnh SEM của mẫu của ống kim loại quý mà đã được tiếp xúc với phần nóng chảy thủy tinh mà chứa Sn trong khoảng thời gian dài hơn

Fig. 6 là ảnh SEM của mẫu của ống kim loại quý mà đã được tiếp xúc với phần nóng chảy thủy tinh mà chứa Sn trong khoảng thời gian dài hơn

Fig. 7 thể hiện sự xuất hiện của hạt bạch kim trong thủy tinh chứa SnO_2

Fig. 8 thể hiện sự xuất hiện của hạt bạch kim trong thủy tinh chứa SnO_2

Mô tả chi tiết sáng chế

Thủy tinh aluminosilicat có ít nhất một halogen có hoạt động tinh chế, cụ thể được chọn từ clo, brom và iốt. Flo không phải là halogen có hoạt động tinh chế vì nó bay hơi ở nhiệt độ quá thấp. Tuy nhiên, thủy tinh có thể chứa Flo. Halogen được ưu tiên có hoạt động tinh chế là clo. Hàm lượng halogen có hoạt động tinh chế có thể là ít nhất 100 ppm, ít nhất 300 ppm hoặc ít nhất 500 ppm. Theo một phương án, hàm lượng halogen là lớn nhất 8000 ppm, lớn nhất 6500 ppm, lớn nhất 5000 ppm, lớn nhất 3000 ppm, lớn nhất 2500 ppm hoặc lớn nhất 1000 ppm. Halogen có hoạt động tinh chế đóng vai trò là chất tinh chế để loại bỏ bóng khí trong quá trình sản xuất vật phẩm thủy tinh. Halogen có hoạt động tinh chế có thể được thêm vào ở nhiều dạng khác nhau. Theo một phương

án, nó được thêm vào dưới dạng muối với cation kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ vào hỗn hợp. Theo một phương án, halogen được sử dụng dưới dạng muối và cation trong muối tương ứng với cation mà có mặt ở dạng oxit trong thủy tinh aluminosilicat.

Ngạc nhiên là, có thể đạt được chất lượng rất tốt khi sử dụng halogen làm chất tinh chế cho thủy tinh aluminosilicat. Do nhiệt độ sôi tương đối thấp của chúng, halogen đã giải phóng khí tinh chế tương đối sớm trong quá trình nóng chảy. Ngoài ra, trái ngược với oxit kim loại đa hóa trị, halogen có hoạt động tinh chế không hấp thụ bất kỳ oxy nào trong quá trình làm nguội phần nóng chảy. Do đó, thông thường halogen phải được sử dụng kết hợp với chất tinh chế khác, đặc biệt là với oxit kim loại đa hóa trị, trên hết là SnO_2 , để đạt được kết quả mỹ mãn. Các tác giả sáng chế khẳng định chắc chắn rằng có thể đạt được kết quả tinh chế rất tốt ngay cả khi không sử dụng oxit thiếc, asen hoặc antimon. Tốt hơn là thủy tinh aluminosilicat không chứa các chất tinh chế như vậy.

Theo một phương án, một hoặc nhiều chất tinh chế bổ sung có thể được sử dụng bên cạnh halogen có hoạt động tinh chế. Điều này đặc biệt áp dụng cho oxit xeri và/hoặc sắt. Theo một phương án, do đó thủy tinh chứa CeO_2 và/hoặc Fe_2O_3 . CeO_2 có thể được bao gồm, ví dụ, trong khoảng tỷ lệ lên đến 2000 ppm hoặc lên đến 1000 ppm. Chỉ lượng này là không đủ cho quá trình tinh chế. Tuy nhiên, cùng với halogen có hoạt động tinh chế, có thể đạt được kết quả rất tốt. Tỷ lệ của CeO_2 có thể là ít nhất 100 ppm. Fe_2O_3 có thể được sử dụng, ví dụ, trong khoảng tỷ lệ lên đến 300 ppm. Chỉ lượng này là không đủ cho quá trình tinh chế. Tuy nhiên, cùng với halogen có hoạt động tinh chế, có thể đạt được kết quả rất tốt. Tỷ lệ của Fe_2O_3 có thể là ít nhất 100 ppm.

Thủy tinh aluminosilicat của vật phẩm thủy tinh có thể có hàm lượng Sn ít hơn 500 ppm, cụ thể là nhỏ hơn 300 ppm, nhỏ hơn 100 ppm, nhỏ hơn 50 ppm hoặc nhỏ hơn 10 ppm. Theo một phương án, thủy tinh có ít hơn 100 ppm Asen, cụ thể là nhỏ hơn 50 ppm asen hoặc nhỏ hơn 10 ppm asen. Thủy tinh mà có nhỏ hơn 100 ppm antimon, nhỏ hơn 50 ppm antimon hoặc nhỏ hơn 10 ppm antimon được ưu tiên. Asen và antimon là chất độc và gây hại cho môi trường. Do đó, chúng nên được tránh sử dụng làm thành phần của vật liệu thủy tinh và trong mọi trường hợp không còn được mong muốn hoặc không được phép sử dụng trong nhiều ứng dụng. Trong quá khứ đã có nhiều nỗ lực để thay thế các chất tinh chế là asen và antimon, những chất rất nổi bật về hoạt động tinh

chế của chúng. Trên hết, đã đạt được thành công thông qua việc sử dụng oxit thiếc làm chất tinh chế. Khi sản xuất các sản phẩm thủy tinh tương đối dày, việc sử dụng oxit thiếc làm chất tinh chế phần lớn là không có vấn đề. Do đó, người ta đã phát hiện ra rằng, khi sử dụng oxit thiếc, các hạt bạch kim được giải phóng khỏi các thành phần của bạch kim, đặc biệt là nếu thủy tinh chảy qua các ống bạch kim. Các hạt bạch kim này lại được tìm thấy trên và trong vật phẩm thủy tinh. Các hạt bạch kim rất nhỏ trở nên hoàn toàn trong suốt trong trường hợp vật phẩm thủy tinh mỏng vì các hạt rắn không được định hình lại trong quá trình tạo hình và do đó xuất hiện một vùng dày lên mà rộng hơn đáng kể so với bản thân hạt. Sáng chế đã thành công trong việc giảm đáng kể số lượng các hạt bạch kim trên và trong vật phẩm thủy tinh. Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có không nhiều hơn 5 hạt bạch kim có đường kính lớn hơn 5 μm , cụ thể là lớn hơn 10 μm , trên một kilogram thủy tinh. Đặc biệt là liên quan đến các hạt có đường kính từ 5 đến 100 μm . Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có không nhiều hơn 3, không nhiều hơn 1 hoặc không có hạt bạch kim như vậy trên một kilogram thủy tinh. Thậm chí một hạt bạch kim có đường kính lớn hơn 5 μm có thể dẫn đến những lỗi đáng kể trong quá trình sản xuất vật phẩm thủy tinh mỏng. Đường kính của hạt bạch kim có kích thước này có thể được xác định bằng kính hiển vi, trong đó số lượng được chỉ ra ở đây tính bằng micromet tương ứng với đường kính lớn nhất tương ứng của hạt. Vật phẩm thủy tinh tốt hơn là có ít hơn 10 trong số các hạt bạch kim được nêu trên mét vuông của vật phẩm thủy tinh, cụ thể là ít hơn 8, ít hơn 6, ít hơn 4, ít hơn 3, ít hơn 2, ít hơn 1 hoặc thậm chí ít hơn 0,5.

Đã phát hiện ra rằng sẽ là có lợi nếu thương số A nằm trong khoảng từ 1,5 đến 8,5, trong đó công thức sau được áp dụng:

$$A = \frac{\frac{m_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_{\text{RO}} + m_{\text{R}_2\text{O}}}}{m_{\text{Cl}} + m_{\text{I}} + m_{\text{Br}}}$$

Trong công thức, $m_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ là tỷ lệ khối lượng của Al_2O_3 trong thủy tinh aluminosilicat theo % khối lượng; $m_{\text{R}_2\text{O}}$ là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm Na_2O , K_2O và Li_2O theo % khối lượng; m_{RO} là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm thổ MgO , CaO , BaO và SrO theo phần trăm khối lượng; m_{Cl} là tỷ lệ khối lượng của clo theo % khối lượng; m_{I} là tỷ lệ khối lượng của iốt theo % khối lượng; và m_{Br} là

tỷ lệ khối lượng của brom theo % khối lượng. thương số A cụ thể tốt hơn là ít nhất 1,5 hoặc ít nhất 2,0, cụ thể là ít nhất 2,5. Thương số A tốt hơn là lớn nhất 8,5, lớn nhất 7 hoặc lớn nhất 5.

Vật phẩm thủy tinh theo sáng chế có nồng độ bóng khí rất thấp. Cụ thể là, số lượng bóng khí có chiều dài lớn hơn 20 μm trong vật phẩm thủy tinh là thấp hơn 100 trên một kilogam thủy tinh, cụ thể là thấp hơn 50 bóng khí trên một kilogam thủy tinh, thấp hơn 20 bóng khí trên một kilogam thủy tinh hoặc thấp hơn 10 bóng khí trên một kilogam thủy tinh. Chiều dài của bóng khí là đường kính dài nhất của nó.

Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có độ dày nhỏ hơn 500 μm , nhỏ hơn 350 μm , nhỏ hơn 250 μm , nhỏ hơn 200 μm hoặc nhỏ hơn 100 μm . Độ dày của vật phẩm thủy tinh tốt hơn là ít nhất 5 μm , ít nhất 10 μm hoặc ít nhất 15 μm . Về nguyên tắc, mỗi quan hệ được tìm thấy ở đây đương nhiên cũng hoạt động trong trường hợp thủy tinh dày hơn, do đó, Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có độ dày từ 0,1 đến 2 mm, cụ thể là 0,2 đến 1 mm.

Vật phẩm thủy tinh tốt hơn là tấm thủy tinh mỏng, phiến thủy tinh hoặc dải thủy tinh. Vật phẩm thủy tinh tốt hơn là thân thủy tinh phẳng với hai mặt gần như song song về cơ bản là mặt phẳng lớn hơn đáng kể về diện tích bề mặt của chúng so với tất cả các mặt còn lại. Vật phẩm bằng thủy tinh có thể ở dạng một dải thủy tinh có thể được quấn thành cuộn. Vật phẩm thủy tinh có thể ở dạng hình chữ nhật hoặc hình tròn hoặc ở bất kỳ dạng nào khác. Dải thủy tinh cuộn lại có thể có chiều dài từ 10 đến 1000 m.

Vật phẩm thủy tinh can tốt hơn là được sản xuất bằng phương pháp kéo, cụ thể là bằng phương pháp kéo xuống, nấu chảy tràn hoặc kéo lại. Chất lượng bề mặt vượt trội được đặc trưng bởi độ nhám đặc biệt thấp có thể được tạo ra bằng các phương pháp kéo này. Các bề mặt như vậy còn được gọi là “được láng bằng lửa”. Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có ít nhất một bề mặt được láng bằng lửa, cụ thể là ít nhất hai mặt lớn nhất của vật phẩm được láng bằng lửa. Cụ thể là, vật phẩm có chất lượng bề mặt với độ nhám R_a là lớn nhất 10 nm, lớn nhất 1 nm hoặc lớn nhất 0,5 nm. Độ nhám R_a được xác định bằng kính hiển vi lực nguyên tử (Atomic Force Microscope - AFM).

Do chất lượng tốt khi xem xét đến hạt bạch kim và bóng khí, vật phẩm thủy tinh tốt hơn là đặc biệt đồng nhất về độ dày của vật phẩm. Cụ thể là, vật phẩm có tổng thay đổi độ dày (TTV) nhỏ hơn 5 μm , cụ thể là nhỏ hơn 3 μm , nhỏ hơn 2 μm hoặc thậm chí nhỏ hơn 1 μm . Tổng thay đổi độ dày là sự khác nhau giữa độ dày lớn nhất và độ dày nhỏ nhất của vật phẩm thủy tinh, nó có thể được xác định theo SEMI 1530 GBIR. Tổng thay đổi độ dày tốt hơn là áp dụng cho bề mặt của vật phẩm thủy tinh là ít nhất 50 cm^2 , ít nhất 100 cm^2 , ít nhất 250 cm^2 , ít nhất 800 cm^2 hoặc ít nhất 1500 cm^2 . Tổng thay đổi độ dày được nêu có thể đề cập đến diện tích bề mặt lên đến 10,000 cm^2 hoặc lên đến 5000 cm^2 . Theo một phương án, TTV đã nêu áp dụng cho toàn bộ vật phẩm thủy tinh. Vật phẩm thủy tinh mỏng với số lượng lớn các hạt bạch kim sẽ không đạt được tổng độ dày này bởi vì các hạt trong thủy tinh gây ra các chỗ phồng lên, tức là, các phần có độ dày tăng.

Vật phẩm thủy tinh có thể có diện tích bề mặt là ít nhất 10 cm^2 , ít nhất 50 cm^2 , ít nhất 100 cm^2 , ít nhất 200 cm^2 hoặc ít nhất 400 cm^2 . Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh có thể có diện tích bề mặt lên đến 25 m^2 , lên đến 15 m^2 , lên đến 100,000 cm^2 , lên đến 60,000 cm^2 , lên đến 10,000 cm^2 hoặc lên đến 2000 cm^2 . Diện tích bề mặt của vật phẩm thủy tinh bằng chiều dài của nó nhân với chiều rộng của nó.

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat chứa flo ít hơn 100 ppm hoặc không có flo. Flo có thể bay hơi trong quá trình sản xuất và có thể dẫn đến việc tạo ra thủy tinh không đồng nhất. Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat tuy nhiên vẫn có flo bởi vì nó đóng vai trò làm chất hồi lưu trong quá trình làm nóng chảy. Theo một phương án, thủy tinh chứa flo ở tỷ lệ là ít nhất 0,05 % khối lượng. Để tránh các khuyết điểm đã nêu, nó có thể được giới hạn đến lớn nhất 0,5 % khối lượng.

Thủy tinh aluminosilicat có thể chứa oxit kim loại kiềm. Cụ thể là, thủy tinh aluminosilicat có thể có oxit lithi, oxit natri và/hoặc oxit kali (oxit kim loại kiềm) ở tổng tỷ lệ lớn hơn 0,5 % khối lượng hoặc lớn hơn 2 % khối lượng hoặc lớn hơn 5 % khối lượng hoặc lớn hơn 10 % khối lượng. Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat chứa lithi ít hơn 100 ppm hoặc không có lithi. Liti làm suy giảm khả năng chống chịu hóa chất của thủy tinh và có thể ăn mòn vật liệu của nồi nung.

Theo một phương án, tỷ lệ của nhiệt độ tinh chế T_L theo $^{\circ}\text{C}$, ở đó thủy tinh aluminosilicat có độ nhớt tinh chế của nó, và nhiệt độ $T_{B(\text{Halogen})}$ theo $^{\circ}\text{C}$ ở nhiệt độ sôi là hợp chất halogen được sử dụng cho việc tinh chế, ví dụ, NaCl, là lớn nhất 1,2 hoặc lớn nhất 1,15. Tỷ lệ $T_L/T_{B(\text{Halogen})}$ tốt hơn là lớn hơn 1,00 hoặc lớn hơn 1,05. Người ta thấy rằng kết quả tinh chế tốt sẽ đạt được khi tỷ lệ này được tuân thủ. Điều này là đáng ngạc nhiên vì đây là ý kiến được chấp nhận rằng nhiệt độ tinh chế và nhiệt độ sôi của chất tinh chế phải gần giống nhau. Do đó, halogen không được cho là có hoạt động tinh chế tốt. Trong phạm vi sáng chế, nhiệt độ tinh chế là nhiệt độ tại đó thủy tinh có độ nhớt là 300 dPas. Điều này không có nghĩa là thủy tinh được tinh chế ở nhiệt độ này. Trái lại, nhiệt độ tương ứng với độ nhớt là 300 dPas là nhiệt độ tại đó thủy tinh có độ nhớt thích hợp để tinh chế. Thủy tinh theo sáng chế có thể được tinh chế với độ nhớt nằm trong khoảng từ 200 đến 500 dPas. Độ nhớt của thủy tinh có thể được xác định bằng máy đo độ nhớt quay, ví dụ bằng DIN ISO 7884-2:1998-2. Sự phụ thuộc của độ nhớt vào nhiệt độ được xác định bằng đường cong VFT (phương trình Vogel-Fulcher-Tammann).

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat có nhiệt độ tinh chế ít nhất là 1500°C , cụ thể là ít nhất 1550°C . Nhiệt độ tinh chế của thủy tinh aluminosilicat có thể lên đến 1700°C hoặc lên đến 1650°C .

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat có SiO_2 ở tỷ lệ ít nhất là 40 % khối lượng và/hoặc lớn nhất là 75 % khối lượng. SiO_2 góp phần vào các đặc tính độ nhớt mong muốn và khả năng chống thủy phân. Tỷ lệ của Al_2O_3 có thể tốt hơn là ít nhất 10 % khối lượng và/hoặc lớn nhất là 30 % khối lượng. Tỷ lệ nhất định của Al_2O_3 có thể đem lại độ thấm hóa học mong muốn. Để đảm bảo độ thấm hóa học đầy đủ, tốt hơn là thủy tinh aluminosilicat chứa ít nhất 9 % khối lượng Na_2O . Hàm lượng Na_2O có thể được giới hạn lên đến 18 % khối lượng hoặc lên đến 16 % khối lượng.

Theo một phương án, thủy tinh không chứa B_2O_3 hoặc chỉ chứa một lượng nhỏ B_2O_3 . B_2O_3 thực sự không có ảnh hưởng tích cực lên khả năng chống thủy phân. Tuy nhiên, nó có ảnh hưởng tiêu cực lên độ thấm hóa học. Do đó, hàm lượng của nó tốt hơn là được giới hạn đến lớn nhất 20 % khối lượng, lớn nhất 10 % khối lượng, lớn nhất 5 % khối lượng hoặc lớn nhất 2 % khối lượng.

Tốt hơn là, thủy tinh aluminosilicat chứa oxit kim loại kiềm có các thành phần sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	40-75
Al ₂ O ₃	10-30
B ₂ O ₃	0-20
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	>0-30
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-25
TiO ₂ + ZrO ₂	0-15
P ₂ O ₅	0-10

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat có hàm lượng beta-OH được thể hiện ở dạng hệ số hấp thụ lớn nhất 0,32 mm⁻¹. Hàm lượng beta-OH được thể hiện ở dạng hệ số hấp thụ a là phép đo hàm lượng nước của thủy tinh. Hàm lượng nước của thủy tinh aluminosilicat là tương đối thấp so với tình trạng kỹ thuật. Hệ số hấp thụ a được xác định bằng quang phổ hồng ngoại như sau. Đầu tiên, phổ IR được ghi lại và giá trị truyền cực tiểu được xác định trong dải bước sóng từ 2,7 đến 3,3 μm . Hệ số hấp thụ được xác định như sau trong trường hợp bước sóng là cực tiểu.

$$a = \frac{1}{d} \times \log \frac{1}{T_i}$$

trong đó d là độ dày của thủy tinh, T_i là độ truyền thuần túy của thủy tinh trong phổ IR trong trường hợp cực tiểu. Độ truyền thuần túy là $T_i = T/P$, trong đó T là độ truyền được xác định ở giá trị cực tiểu và P là hệ số phản xạ, được giả thiết là 0,91 đối với thủy tinh theo sáng chế.

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat chứa nhỏ hơn 0,0001 % khối lượng NH₄⁺.

Theo một phương án, thủy tinh aluminosilicat có trạng thái nguội tương ứng với trạng thái nguội của thủy tinh trong suốt quá trình sản xuất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C trên T_g đến 100°C dưới T_g với tốc độ nguội ít nhất 300°C/phút. Cụ thể là, trạng

thái nguội của thủy tinh tương ứng với tốc độ nguội ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ ít nhất 1000°C/phút. Tốc độ nguội thậm chí có thể lên đến 6000°C/phút. Thủy tinh aluminosilicat có thể được làm nguội ở tốc độ như vậy sao cho nó có nhiệt độ lý thuyết tương đối cao, ví dụ, với tốc độ nguội đã nêu xung quanh T_g . Nhiệt độ lý thuyết cao liên quan đến chỉ số khúc xạ mà thấp hơn chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt thành phần thủy tinh giống vậy. Nhiệt độ lý thuyết cao có thể đem lại độ thấm tương đối cao và mật độ giảm nhẹ. Thủy tinh aluminosilicat có thể có mật độ nhỏ hơn 2,5 g/cm³. Theo một phương án, thủy tinh có chỉ số khúc xạ n_D là từ 1,48 đến 1,55. Thủy tinh aluminosilicat mà có thể được sản xuất cụ thể là theo phương pháp theo sáng chế, với chỉ số khúc xạ n_D lớn nhất là 1,55 và độ dày nhỏ hơn 500 μm được ưu tiên theo sáng chế. Chỉ số khúc xạ của thủy tinh aluminosilicat có thể là ít nhất 0,0001 nhỏ hơn chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt. Chỉ số khúc xạ của thủy tinh cụ thể tốt hơn là thậm chí ít nhất 0,0004, cụ thể tốt hơn là ít nhất 0,0008 nhỏ hơn chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt. Theo phương án thay thế, chỉ số khúc xạ thậm chí là ít nhất 0,001 hoặc 0,002 nhỏ hơn chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt.

Chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt được xác định trong đó đầu tiên xác định chỉ số khúc xạ của thủy tinh aluminosilicat, thủy tinh aluminosilicat, sau khi được tạo ra, được làm nóng lại đến nhiệt độ $T_g + 20\text{ K}$ và sau đó được làm nguội với tốc độ nguội là 2 K/h đến nhiệt độ 20°C. Sau đó, chỉ số khúc xạ được xác định lại (= chỉ số khúc xạ sau khi làm nguội tốt) và sự khác nhau với chỉ số khúc xạ trước khi làm nguội mới lại này được xác định chắc chắn. Theo phương án ưu tiên, nhiệt độ truyền T_g của thủy tinh aluminosilicat nằm trong khoảng từ 580 đến 650 °C.

Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh hoặc thủy tinh aluminosilicat có thể được làm cứng hóa học, cụ thể là với độ khuếch tán nằm trong khoảng ít nhất 14 $\mu\text{m}^2/\text{h}$, cụ thể là ít nhất 18 $\mu\text{m}^2/\text{h}$, hoặc ít nhất 20 $\mu\text{m}^2/\text{h}$. Độ khuếch tán có thể được giới hạn đến lớn nhất 60 $\mu\text{m}^2/\text{h}$, lớn nhất 45 $\mu\text{m}^2/\text{h}$ hoặc lớn nhất 30 $\mu\text{m}^2/\text{h}$. Độ khuếch tán D là phép đo độ nhạy của vật phẩm thủy tinh với sự tôi luyện hóa học. Nó có thể được tính toán từ độ sâu của lớp ứng suất nén (DoL , độ sâu của lớp trao đổi ion) và thời gian tôi luyện t . Ở đây:

$$DoL = 1,4 \times \sqrt{4 \times D \times t}$$

Trong bản mô tả này, độ khuếch tán được nêu trong trường hợp tôi luyện KNO_3 ở 450°C trong 1 giờ. Độ khuếch tán không có nghĩa là vật phẩm phải được tôi luyện, mà là mô tả độ nhạy của nó với việc này. Thủy tinh mà nguội nhanh hơn thì nhạy hơn với quá trình tôi luyện hóa học, nó có độ khuếch tán cao hơn thủy tinh mà nguội chậm hơn.

Theo một phương án, vật phẩm thủy tinh được tôi luyện. Ứng suất nén trên ít nhất một bề mặt của vật phẩm thủy tinh, cụ thể là trên một hoặc cả hai bề mặt lớn nhất của vật phẩm thủy tinh, là ít nhất 100 MPa, tốt hơn là ít nhất 200 MPa, cụ thể là ít nhất 300 MPa hoặc ít nhất 400 MPa. Theo một phương án, ứng suất nén trên ít nhất một bề mặt của vật phẩm thủy tinh, cụ thể là trên một hoặc cả hai bề mặt lớn nhất của vật phẩm thủy tinh, là lớn nhất 2000 MPa, lớn nhất 1600 MPa, lớn nhất 1400 MPa, lớn nhất 1000 MPa, cụ thể là lớn nhất 800 MPa hoặc lớn nhất 750 MPa. Ứng suất nén có thể tốt hơn là ít nhất 100 MPa, ít nhất 300 MPa hoặc ít nhất 500 MPa. Ứng suất nén mong muốn được đưa ra theo cách đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật bằng cách trao đổi ion nhỏ hơn với ion lớn hơn trong bề mặt của thủy tinh. Tốt hơn là natri được thay thế bằng kali, cụ thể là sử dụng KNO_3 . Độ sâu của lớp ứng suất nén (DoL) có thể lên đến 1/3 độ dày của thủy tinh, cụ thể là lên đến 25%, lên đến 20% hoặc lên đến 15% độ dày của thủy tinh. DoL có thể là ít nhất 1% hoặc ít nhất 10% độ dày của thủy tinh. Vật phẩm có thể được tôi luyện trên một phía hoặc cả hai phía.

Sử dụng vật phẩm thủy tinh theo sáng chế trong thiết bị di động hoặc thiết bị đầu cuối cầm tay, cụ thể là trong điện thoại di động, máy tính bảng hoặc đồng hồ thông minh cũng nằm trong sáng chế.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất vật phẩm thủy tinh, cụ thể là vật phẩm thủy tinh được mô tả ở trên, bao gồm các bước:

- tạo ra hỗn hợp cho thủy tinh aluminosilicat với hàm lượng Sn ít hơn 500 ppm, cụ thể là cho thủy tinh aluminosilicat theo thành phần được mô tả ở trên,
- làm nóng chảy hỗn hợp để thu phần nóng chảy,

- tinh chế phần nóng chảy sử dụng hoạt động tinh chế của ít nhất một halogen,
- định hình vật phẩm thủy tinh, cụ thể là theo phương pháp kéo.

Theo một phương án, bước tạo ra hỗn hợp cho thủy tinh aluminosilicat với hàm lượng Sn nhỏ hơn 100 ppm, cụ thể là cho thủy tinh aluminosilicat theo thành phần được mô tả trong bản mô tả này.

Phương pháp kéo có thể được chọn từ phương pháp kéo dọc, như phương pháp kéo xuống, phương pháp kéo lên, phương pháp kéo lại và nấu chảy tràn, hoặc phương pháp kéo ngang, như phương pháp nổi.

Halogen có hoạt động tinh chế có thể được sử dụng ở dạng hợp chất halogen, cụ thể là hợp chất halogenua. Hợp chất halogenua thích cụ thể là muối từ anion clo, anion brom và/hoặc anion iốt với cation kim loại kiềm hoặc cation kim loại kiềm thổ. Ví dụ được ưu tiên là NaCl, NaBr, NaI, KCl, KBr, KI, MgCl₂, MgI₂, MgBr₂, CaCl₂, CaI₂, CaBr₂ và tổ hợp các chất này. Một ví dụ được ưu tiên khác là BaCl₂, BaBr₂, BaI₂, SrCl₂, SrBr₂, SrI₂ và tổ hợp các chất này. Lượng halogen được sử dụng có thể là ít nhất 100 ppm, ít nhất 300 ppm hoặc ít nhất 500 ppm, trong đó việc chỉ ra lượng này liên quan đến tỷ lệ khối lượng của halogen trong hỗn hợp. Theo một phương án, tỷ lệ khối lượng được sử dụng của halogen với hoạt động tinh chế trong hỗn hợp là lớn nhất 10.000 ppm, lớn nhất 8.000 ppm, lớn nhất 6.000 ppm, lớn nhất 5.000 ppm hoặc lớn nhất 3.000 ppm. Halogen có hoạt động tinh chế đóng vai trò là chất tinh chế để loại bỏ bóng khí trong quá trình sản xuất vật phẩm thủy tinh. Halogen có thể được thêm vào ở nhiều dạng khác nhau. Theo một phương án, nó được thêm vào ở dạng hợp chất halogenua, ví dụ, muối với cation kim loại kiềm hoặc cation kim loại kiềm thổ vào hỗn hợp. Theo một phương án, halogen được sử dụng dưới dạng muối và cation trong muối tương ứng với cation có mặt dưới dạng oxit trong thủy tinh aluminosilicat. Theo sáng chế, hợp chất flo không nằm trong số các hợp chất halogen được sử dụng để tinh chế bởi vì điểm sôi của nó quá thấp và do đó không đạt được tác dụng tinh chế đủ. Tuy nhiên, hỗn hợp vẫn có thể chứa flo hoặc florua.

Theo một phương án, bước tinh chế được thực hiện ở nhiệt độ mà tại đó phần nóng chảy có độ nhớt nằm trong khoảng từ 200 đến 500 dPas, cụ thể là xấp xỉ 300 dPas. Nhiệt độ tinh chế (theo °C) tốt hơn là ở tỷ lệ với nhiệt độ sôi (theo °C) của hợp chất halogen được sử dụng là ít nhất 0,8 và lớn nhất 1,4, tốt hơn là ít nhất >1 và lớn nhất 1,2 hoặc lớn nhất 1,15. Bước nấu chảy và/hoặc tinh chế thủy tinh tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ là ít nhất 1400°C, tốt hơn là ít nhất 1500°C. Cụ thể là, nhiệt độ là lớn nhất 1700°C, tốt hơn là lớn nhất 1650°C.

Trong phương pháp này, phần nóng chảy có thể ít nhất tạm thời tiếp xúc với thành phần bạch kim, ví dụ, ống bạch kim hoặc bộ khuấy bạch kim. Do đó, có thể sử dụng tối ưu các lợi thế của sáng chế về việc chỉ mài mòn rất ít bạch kim. Bạch kim có lợi thế lớn trong quá trình sản xuất thủy tinh. Nó chỉ ăn mòn nhẹ, chịu được nhiệt độ cao, trong khi ổn định cơ học và dẫn điện, do đó nó cũng có thể được làm nóng trực tiếp. Sáng chế cho thấy việc sử dụng thuận lợi bạch kim ngay cả trong trường hợp thủy tinh ăn mòn đặc biệt.

Bước định hình vật phẩm thủy tinh bao gồm cụ thể là việc kéo phần nóng chảy hoặc thủy tinh để tạo thành vật phẩm thủy tinh mỏng. Ở đây, thủy tinh có thể được kéo đến độ dày rất nhỏ, như xấp xỉ <100 µm. Nếu hạt bạch kim có mặt trong thủy tinh, chúng sẽ di chuyển đến bề mặt trong quá trình kéo và làm giảm chất lượng của thủy tinh.

Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	40-75
Al ₂ O ₃	10-30
B ₂ O ₃	0-20
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	>0-30
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-25
TiO ₂ + ZrO ₂	0-15
P ₂ O ₅	0-10

Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần

sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	40-75
Al ₂ O ₃	10-30
B ₂ O ₃	0-20
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	4-30
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-15
TiO ₂ + ZrO ₂	0-15
P ₂ O ₅	0-10

Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần

sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	50-70
Al ₂ O ₃	10-27
B ₂ O ₃	0-18
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	5-28
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-13
TiO ₂ + ZrO ₂	0-13
P ₂ O ₅	0-9

Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần

sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	55-68
Al ₂ O ₃	10-27
B ₂ O ₃	0-15
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	4-27
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-12

TiO ₂ + ZrO ₂	0-10
P ₂ O ₅	0-8

Oxit tạo màu như Nd₂O₃, Fe₂O₃, CoO, NiO, V₂O₅, MnO₂, TiO₂, CuO, CeO₂, Cr₂O₃ hoặc tổ hợp các chất này có thể, nếu khả dụng, được thêm vào thủy tinh. Thủy tinh tốt hơn là không có Sn, Sb và/hoặc As.

Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần sau SiO₂ 50 % khối lượng, Al₂O₃ 12 % khối lượng, B₂O₃ 14 % khối lượng, BaO 24 % khối lượng. Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần sau SiO₂ 61 % khối lượng, Al₂O₃ 16 % khối lượng, B₂O₃ 8 % khối lượng, MgO 3 % khối lượng, CaO 8 % khối lượng, BaO 4 % khối lượng. Theo một phương án, thủy tinh là thủy tinh aluminosilicat mà có các thành phần sau SiO₂ 61 % khối lượng, Al₂O₃ 17 % khối lượng, B₂O₃ 11 % khối lượng, MgO 3 % khối lượng, CaO 5 % khối lượng, BaO 3 % khối lượng.

Vật phẩm thủy tinh có thể là dải thủy tinh mỏng hoặc màng thủy tinh. Nó có thể có độ dày nhỏ hơn 500 μm , nhỏ hơn 350 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 250 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 100 μm , cụ thể tốt hơn là nhỏ hơn 50 μm . Theo một phương án, độ dày là ít nhất 3 μm , tốt hơn là ít nhất 10 μm , cụ thể tốt hơn là ít nhất 15 μm . Độ dày được ưu tiên là 5, 10, 15, 25, 30, 35, 50, 55, 70, 80, 100, 130, 145, 160, 175, 190, 210, 280 hoặc 330 μm .

Nếu đơn vị nồng độ ppm được sử dụng trong mô tả này, trong trường hợp có nghi ngờ, điều này đề cập đến tỷ lệ khối lượng.

Nếu nó được chỉ ra trong bản mô tả này với tham chiếu đến nguyên tố hóa học (ví dụ Sn, As, Sb) rằng thành phần này không được bao gồm hoặc hàm lượng của thành phần này được giới hạn ở tỷ lệ nhất định, thì điều này đề cập đến dạng hóa học bất kỳ. Ví dụ, việc chỉ ra rằng thủy tinh có hàm lượng Sn nhỏ hơn 100 ppm có nghĩa là tổng của tỷ lệ khối lượng của các loại Sn có mặt (ví dụ Sn²⁺ trong SnO và Sn⁴⁺ trong SnO₂) cùng nhau không vượt quá giá trị 100 ppm.

Nếu bản mô tả này đề cập rằng thủy tinh không có thành phần hoặc không chứa thành phần nhất định, thì có nghĩa là thành phần này có thể vẫn có mặt ở dạng tạp chất.

Điều này có nghĩa là nó không được thêm vào với lượng đáng kể. Lượng đáng kể, theo sáng chế, là lượng nhỏ hơn 100 ppm, tốt hơn là nhỏ hơn 50 ppm và tốt nhất là nhỏ hơn 10 ppm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tinh chế thủy tinh aluminosilicat theo tình trạng kỹ thuật

Ăn mòn thành phần kim loại quý

Thủy tinh aluminosilicat với hàm lượng oxit thiếc trên 200 ppm được làm nóng chảy và tinh chế. Thành phần được cấu tạo từ kim loại quý được sử dụng ở đây. Trong trường hợp này, ống tinh chế được cấu tạo từ PtRh10 được sử dụng và sau đó được kiểm tra sau 4 tháng sử dụng. Thí nghiệm được thực hiện với Thủy tinh 1 của bảng sau. Ở ví dụ khác, thí nghiệm được thực hiện với Thủy tinh 2.

Thành phần thủy tinh của thủy tinh được nêu trong bảng sau mà không có chất tinh chế:

Thành phần	Thủy tinh 1 (% khối lượng)	Thủy tinh 2 (% khối lượng)
SiO ₂	61	62
Al ₂ O ₃	17	20
B ₂ O ₃		4
Na ₂ O	12	13
K ₂ O	4	
MgO	4	1
ZrO ₂	2	

Kim loại quý của ống bị ăn mòn bên trong ống, các lỗ rỗng chứa đầy thủy tinh và phần lắng của oxit thiếc được tìm thấy trong kim loại quý. Vật liệu của ống có các vết nứt hướng theo ranh giới hạt và vết nứt trên mặt cắt ngang.

Fig. 1 (Massalski, TB. Binary Alloy Phase Diagrams, Vol.2, Metals Park, Ohio: American Society for Metals, p. 1910) thể hiện giản đồ pha của bạch kim và thiếc. Thiếc tạo thành, với bạch kim, nhiều thành phần eutecti với điểm nóng chảy ở 1365°C và 1070°C. Các tác giả sáng chế nghi ngờ rằng sự tạo thành các pha hợp kim của kim loại quý với thiếc là nguyên nhân gây ra hư hỏng.

Bảng sau đây trình bày kết quả và quan sát chi tiết. Bốn mẫu của các mặt cắt khác nhau của cùng một ống được kiểm tra:

	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4
Mặt ngoài	Nhẵn		Hạt kim loại quý có màu sáng	Ranh giới hạt mở
Vật liệu	PtRh8,2	PtRh8,1	PtRh8,5	PtRh7,9
Vật liệu của mặt tiếp xúc thủy tinh	PtRh8,5	PtRh8,3	PtRh7,6	PtRh8,1
Độ dày thành còn lại	0,73-0,76 mm	0,74-0,82 mm		
Quan sát	Lỗ chứa đầy SnO ₂ ; hạt kim loại quý tách rời	Lỗ chứa đầy SnO ₂ ; tạo thành hạt kim loại quý	Kim SnO ₂ trong kim loại quý	Ăn mòn; lỗ chứa đầy SnO ₂ trên mặt tiếp xúc thủy tinh

Trong Fig. 2 đến 6, vùng xám nhạt thể hiện các phần của ống tinh chế. Trong Fig. 2 và 4 đến 6, vùng tối thể hạt thủy tinh mà được cho tiếp xúc với ống tinh chế. Fig. 2 thể hiện lỗ chứa đầy SnO₂ (vùng tối trong lỗ tinh chế) và hạt kim loại quý tách rời trong mặt của ống tinh chế mà bị thay đổi bởi sự ăn mòn. Fig. 3 thể hiện lỗ chứa đầy SnO₂ trong kim loại quý. Fig. 4 thể hiện lỗ chứa đầy SnO₂ và hạt kim loại quý đang tách rời trên mặt cắt của ống tinh chế bị thay đổi bởi sự ăn mòn. Fig. 5 thể hạt kim loại đang tách rời và đã tách rời trên mặt cắt của ống tinh chế bị thay đổi bởi sự ăn mòn. Fig. 6 thể hiện các kim SnO₂ trên mặt cắt của ống tinh chế bị thay đổi bởi sự ăn mòn. Dữ liệu

này cho thấy rằng SnO_2 có liên quan đến sự hình thành các đứt gãy trong ống kim loại quý và sự ăn mòn đáng kể xảy ra khi kết hợp các hạt bạch kim vào thủy tinh.

Hạt kim loại quý trong sản phẩm cuối

Như đã trình bày ở trên, khi sử dụng SnO_2 trong thủy tinh, xảy ra hiện tượng ăn mòn đáng kể và các hạt kim loại quý tách ra khỏi thành phần kim loại quý. Tương ứng có thể phát hiện các hạt trong sản phẩm cuối cùng.

Fig. 7 và 8 thể hiện sự xuất hiện có thể nhìn thấy được hạt bạch kim trong thủy tinh mà chứa SnO_2 . Hạt kim loại quý tách rời rõ ràng trong phần nóng chảy và kết tủa sau đó trong thủy tinh. Kích thước của các hạt này thường dưới 60 μm , nhưng chúng thường nhỏ hơn đáng kể, ví dụ xấp xỉ 5 μm . Các hạt này không phải là vấn đề trong trường hợp ứng dụng nhất định. Tuy nhiên, nếu các hạt này xảy ra cụ thể là gần với bề mặt trong thủy tinh mỏng, các hạt đặc biệt rõ ràng bởi vì bề mặt phồng lên trong vùng lỗi và lỗi trở nên thậm chí rõ ràng hơn. Do đó, các khuyết điểm phát sinh lớn hơn đáng kể so với bản thân hạt. Tỷ lệ loại bỏ là từ 10 đến 30% phát sinh trong quá trình sản xuất.

Tinh chế thủy tinh aluminosilicat

Nhiều thí nghiệm nóng chảy khác nhau đã được thực hiện với thành phần Thủy tinh 1 nêu trên để kiểm tra hoạt động tinh chế. Trong một ví dụ khác, các thí nghiệm nóng chảy được thực hiện với Thủy tinh 2. Nhiều lượng chất tinh chế thay thế khác nhau được so sánh với SnO_2 đối chứng. Các chất tinh chế (RA) được chỉ ra theo % khối lượng dưới đây.

Thử nghiệm lò quay	Nồi nung	RA (%)	T1 (°C)	t1 (h)	T2 (°C)	t2 (h)	Thủy tinh vụn (%)	Kết quả
1	a	0,25 SnO_2	1550	3	1650	1	0	+
	b	0,25 Cl					0	+
	c	0,5 Cl					0	++

2	a	0,25 SnO ₂	1550	3	1630	1	0	0
	b	0,25 Cl					0	0
	c	0,5 Cl					0	++
3	a	0,25 SnO ₂	1500	2	1600	2	40	-
	b	0,5 Cl					0	++
	c	0,5 Cl					40	++

Trong bảng này, “+” biểu thị kết quả tinh chế tốt và “++” biểu thị hoạt động tinh chế nổi bật. “0” biểu thị hành động tinh chế không đạt yêu cầu và “-” biểu thị hành động tinh chế rất kém. T1 biểu thị nhiệt độ nóng chảy, T2 biểu thị nhiệt độ tinh chế. t1 và t2 tương ứng là thời gian nấu chảy và tinh chế.

Ngạc nhiên là đã phát hiện ra rằng kết quả tinh chế ở 1650 °C với clorua cũng tốt như với SnO₂, tức là số lượng đáng kể bóng khí dư, do đó được tìm thấy trong nồi nung nấu chảy. Điều đáng ngạc nhiên hơn nữa là, trong trường hợp nhiệt độ tinh chế thấp hơn (ở đây là 1630°C), kết quả với clorua thậm chí còn tốt hơn so với SnO₂ tham chiếu và tốt hơn nhiều so với phương án SnO₂ ở nhiệt độ tinh chế thậm chí còn thấp hơn (ở đây là 1600°C). Do đó, chất tinh chế cho thủy tinh aluminosilicat đã được tìm thấy mang lại kết quả tốt hơn ở nhiệt độ thấp hơn so với chất tinh chế tiêu chuẩn trước đây SnO₂. Điều này hiển nhiên liên quan đến việc tiêu thụ năng lượng thấp hơn cho quá trình làm nóng chảy thủy tinh và giảm sự ăn mòn của vật liệu làm máng nóng chảy. Kết quả cũng cho thấy rằng của sổ quá trình với clorua là chất tinh chế lớn hơn đáng kể, kết quả sản xuất do đó bị ảnh hưởng ở mức độ thấp hơn bởi sự biến động của các thông số sản xuất.

Kết quả là đáng ngạc nhiên vì vào thời điểm đó, ý kiến của các chuyên gia tiêu chuẩn cho rằng việc thải khí tinh chế phải càng gần với độ nhớt tinh chế càng tốt. Tuy nhiên, điểm sôi của NaCl đã ở 1465°C và độ nhớt tinh chế của thủy tinh được thử nghiệm ở đây đạt được trong khoảng nhiệt độ từ 1550°C đến 1650°C. Theo đó, NaCl thực sự được cho là giải phóng khí tinh chế quá sớm với hoạt động tinh chế yếu. Trái ngược với trường hợp này.

Thử nghiệm nóng chảy trong bộ lắp ráp sản xuất

Thử nghiệm nóng chảy tương ứng sau đó đã được thực hiện trong bộ lắp ráp sản xuất với kết quả phòng thí nghiệm rất khả quan. Hướng dẫn nhiệt độ tổng thể ban đầu không được thay đổi, thay vào đó chỉ có chất tinh chế SnO_2 được đổi thành NaCl . Lượng clorua ban đầu là 0,5% so với khối lượng. Giá trị này cũng được xác định trong phòng thí nghiệm nóng chảy.

Hàm lượng SnO_2 và Cl được xác định hàng ngày bằng phương pháp phân tích huỳnh quang tia X. Sau 5 ngày, việc chuyển đổi chất tinh chế đã hoàn tất. Không có thay đổi nào về sự hình thành bóng khí có thể được xác định trong giai đoạn này và những ngày tiếp theo. Bóng khí là chỉ số quan trọng để tinh chế thành công thủy tinh. Do đó, quá trình chuyển đổi chất tinh chế đã hoàn thành thành công và có thể thực hiện các bước xác định thời gian tiếp theo. Sử dụng thủy tinh vụn, lượng chất tinh chế và nhiệt độ tinh chế khác nhau để xác định cửa sổ quy trình trong đó có thể tạo ra thủy tinh ít lỗi nhất.

Vì vậy, thủy tinh aluminosilicat có thể được sản xuất trong hệ thống sản xuất với tỷ lệ thủy tinh vụn là 0-50%, tỷ lệ chất tinh chế 0,25 - 0,70 % khối lượng và nhiệt độ tinh chế nằm trong khoảng từ 1550 đến 1620°C mà không thay đổi đáng kể số lượng bóng khí.

Sau 5 ngày, đạt được mức giảm mong muốn của các hạt bạch kim, giảm từ 15 đến 20 trên mỗi kg xuống còn từ 1 đến 3 trên mỗi kg thủy tinh.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật phẩm thủy tinh được cấu tạo từ thủy tinh aluminosilicat, mà chứa oxit kim loại kiềm, với ít nhất một halogen có hoạt động tinh chế nằm trong khoảng tỷ lệ từ 500 đến 8000 ppm và hàm lượng Sn ít hơn 500 ppm, trong đó thủy tinh chứa ít hơn 100 ppm As và ít hơn 100 ppm Sb, vật phẩm thủy tinh có độ dày nhỏ hơn 250 μm và không nhiều hơn 5 hạt bạch kim có đường kính lớn hơn 5 μm trên một kilogam thủy tinh, trong đó thủy tinh chứa ít nhất 9% khối lượng Na_2O .
2. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 1, trong đó halogen có hoạt động tinh chế được chọn từ clo, brom, iốt và tổ hợp các chất này.
3. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít hơn 100 ppm boron và/hoặc ít hơn 500 ppm lithi.
4. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa, ngoài halogen có hoạt động tinh chế, flo nằm trong khoảng tỷ lệ từ 0,05 đến 0,5 % khối lượng.
5. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít nhất một halogen có hoạt động tinh chế nằm trong khoảng tỷ lệ từ 500 đến 5000 ppm và/hoặc hàm lượng Sn ít hơn 100 ppm.
6. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít nhất một halogen có hoạt động tinh chế ở tỷ lệ lớn nhất là 2500 ppm.
7. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat có thể được làm cứng hóa học, cụ thể là với độ khuếch tán lớn nhất là 14 $\mu\text{m}^2/\text{h}$.
8. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ giữa nhiệt độ T_L theo $^{\circ}\text{C}$, tại đó thủy tinh aluminosilicat có độ nhớt tinh chế của nó, và nhiệt độ theo $^{\circ}\text{C}$ ở điểm sôi của NaCl $T_{B(\text{NaCl})}$ lớn nhất là 1,2.

9. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat có các thành phần sau:

	(% khối lượng)
SiO ₂	40-75
Al ₂ O ₃	10-30
B ₂ O ₃	0-20
Li ₂ O + Na ₂ O + K ₂ O	>0-30
MgO + CaO + SrO + BaO + ZnO	0-25
TiO ₂ + ZrO ₂	0-15
P ₂ O ₅	0-10

10. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat có hàm lượng beta-OH lớn nhất là 0,32 mm⁻¹.

11. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat chứa ít hơn 0,0001 % khối lượng NH₄⁺.

12. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat có thương số A nằm trong khoảng từ 1,5 đến 8,5, trong đó công thức sau được áp dụng:

$$A = \frac{\frac{m_{Al_2O_3}}{m_{RO} + m_{R_2O}}}{m_{Cl} + m_I + m_{Br}}$$

trong đó $m_{Al_2O_3}$ là tỷ lệ khối lượng của Al₂O₃ trong thủy tinh aluminosilicat theo % khối lượng; m_{R_2O} là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm Na₂O, K₂O và Li₂O theo % khối lượng; m_{RO} là tổng của tỷ lệ khối lượng của oxit kim loại kiềm thổ MgO, CaO, BaO và SrO theo phần trăm khối lượng; m_{Cl} là tỷ lệ khối lượng của clo theo % khối

lượng; m_I là tỷ lệ khối lượng của iốt theo % khối lượng; và m_{Br} là tỷ lệ khối lượng của brom theo % khối lượng.

13. Vật phẩm thủy tinh theo ít nhất một điểm trong số các điểm nêu trên, trong đó thủy tinh aluminosilicat có trạng thái làm nguội mà tương ứng với tốc độ làm nguội lớn hơn $300^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ nằm trong khoảng nhiệt độ từ 50°C trên nhiệt độ chuyển tiếp thủy tinh T_g lên đến 100°C dưới T_g .

14. Phương pháp sản xuất vật phẩm thủy tinh bao gồm các bước:

- tạo ra hỗn hợp cho thủy tinh aluminosilicat chứa oxit kim loại kiềm với hàm lượng Sn ít hơn 500 ppm,
- làm nóng chảy hỗn hợp để thu phần nóng chảy,
- tinh chế phần nóng chảy sử dụng hoạt động tinh chế của ít nhất một halogen,
- định hình vật phẩm thủy tinh, trong đó vật phẩm thủy tinh có độ dày nhỏ hơn $250\ \mu\text{m}$,

trong đó thủy tinh chứa ít nhất 9% khối lượng Na_2O .

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó bước tinh chế phần nóng chảy được thực hiện ở nhiệt độ theo $^{\circ}\text{C}$ mà ở tỷ lệ lớn nhất là 1,2 đến nhiệt độ sôi theo $^{\circ}\text{C}$ của hợp chất halogen được sử dụng.

16. Phương pháp theo điểm 14 hoặc 15, trong đó bước tạo ra hỗn hợp cho thủy tinh aluminosilicat được thực hiện với hàm lượng Sn ít hơn 100 ppm.

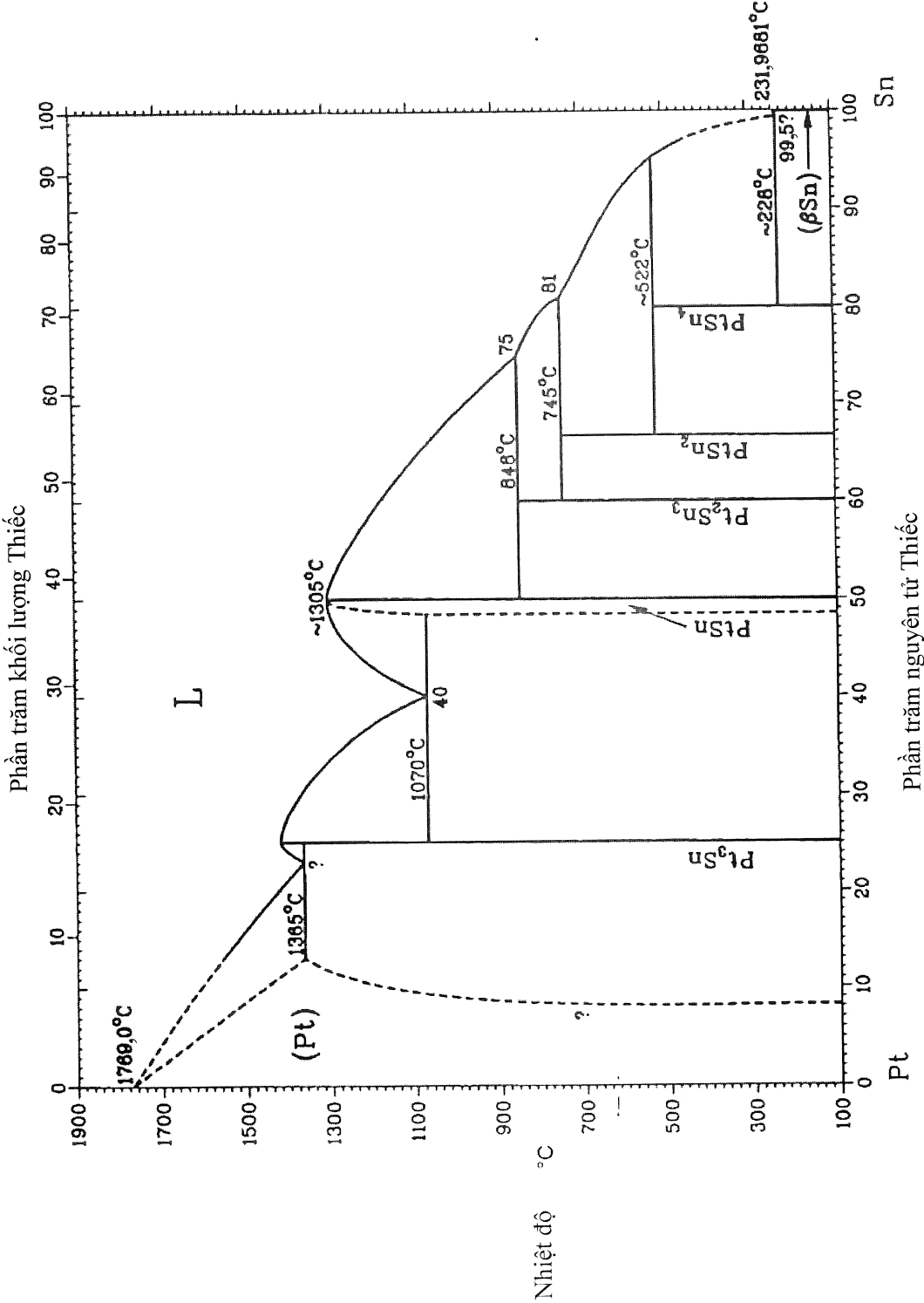


FIG. 1

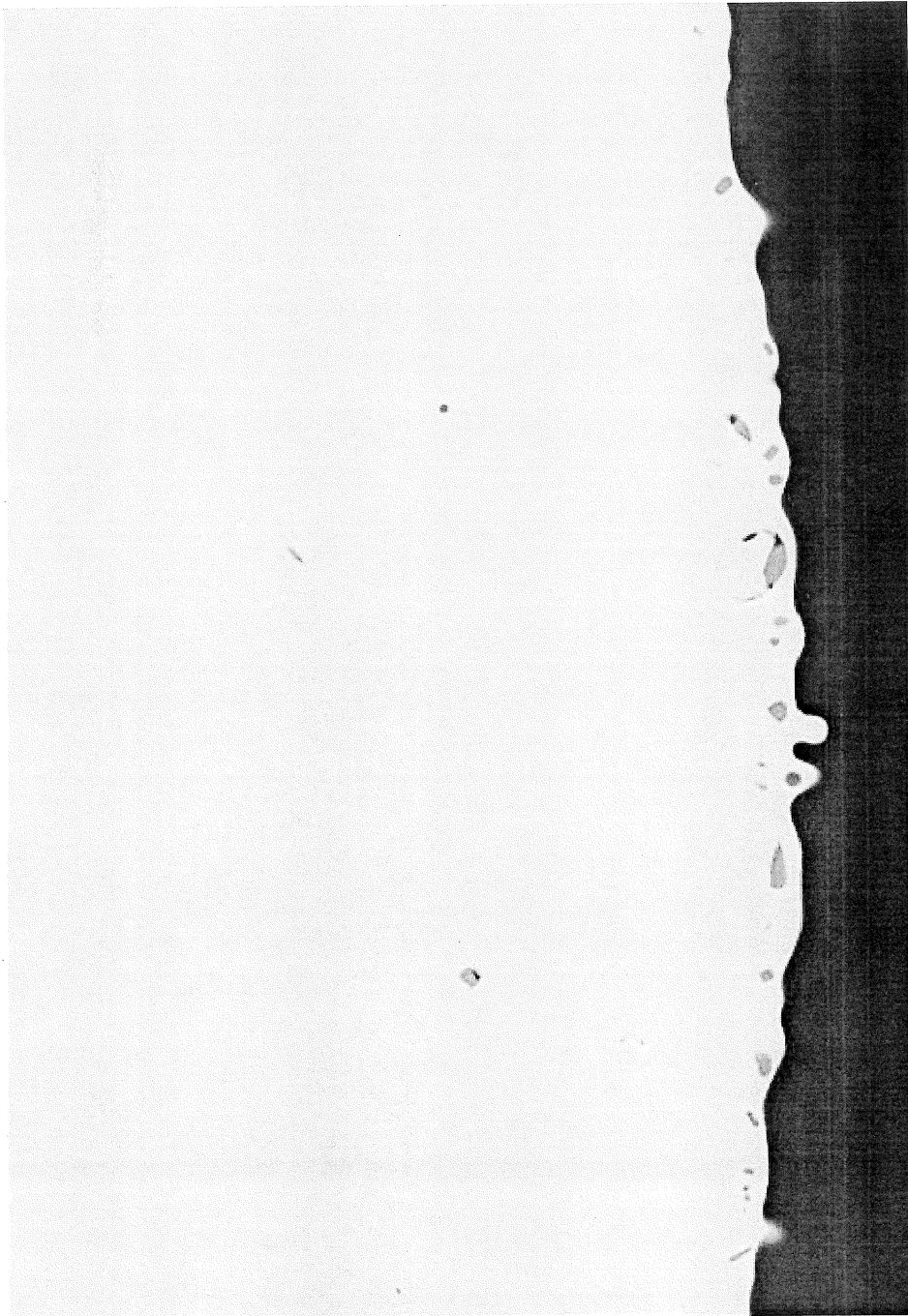
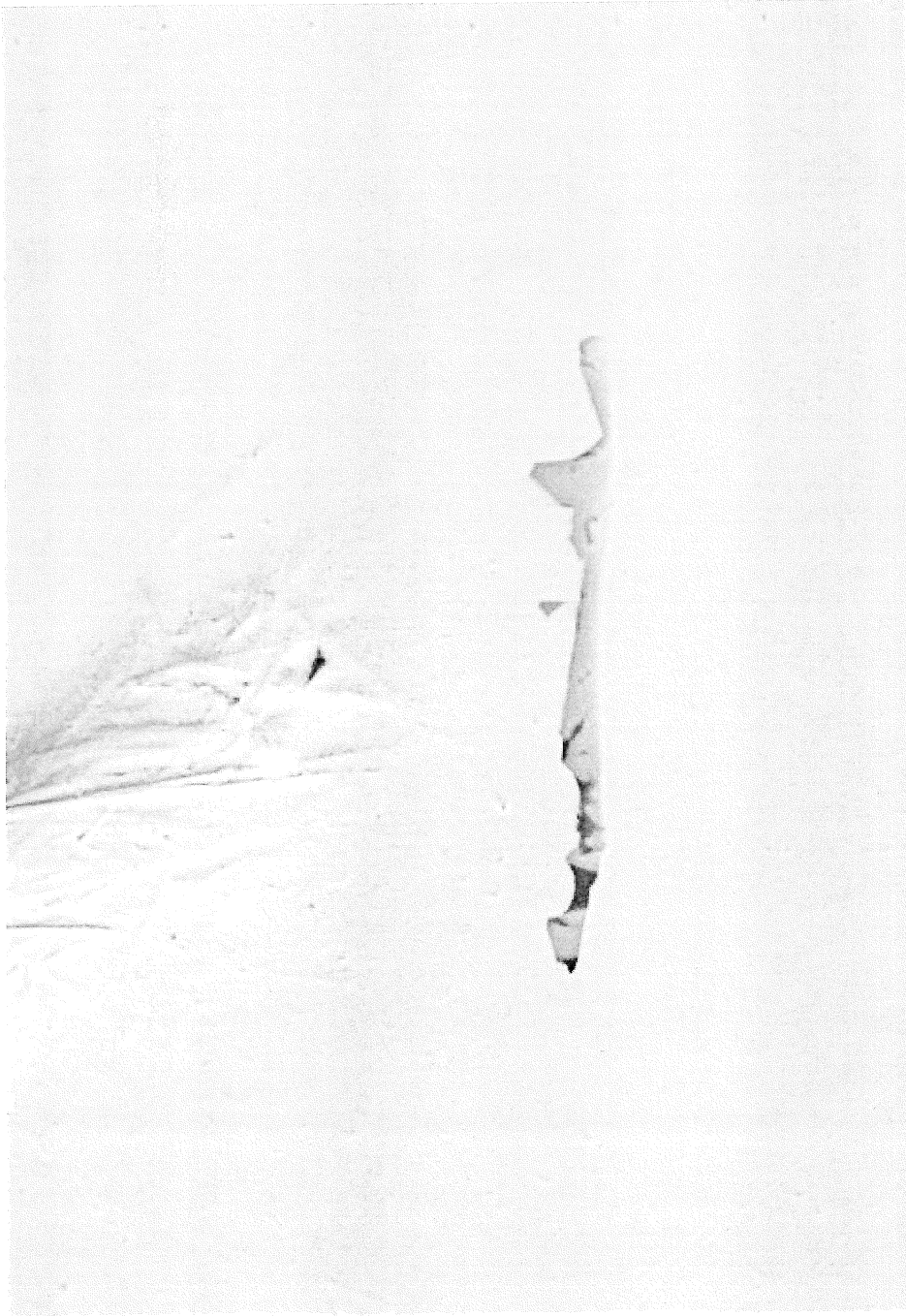
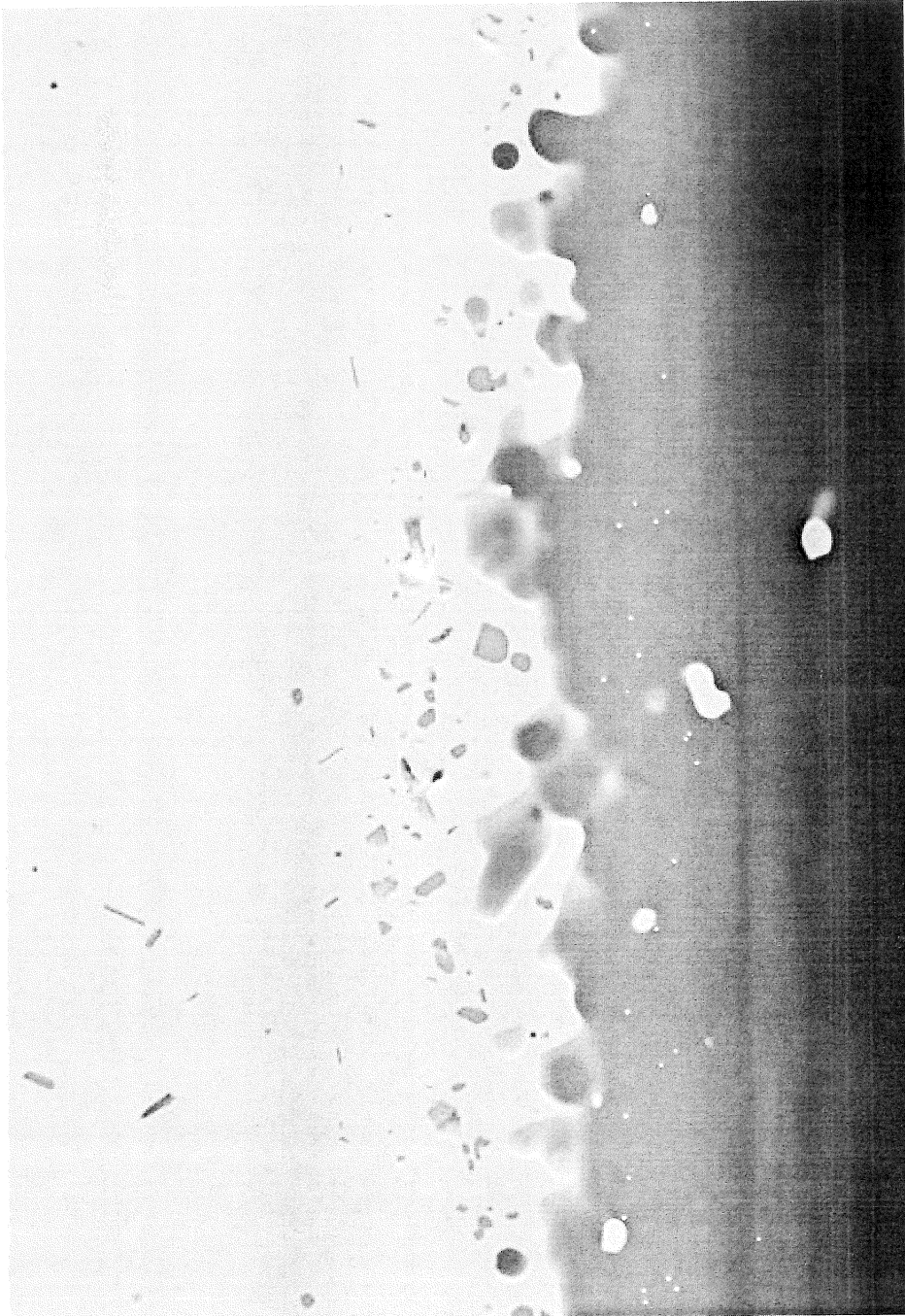


FIG. 2

3/8

**FIG. 3**

4/8

**FIG. 4**

5/8

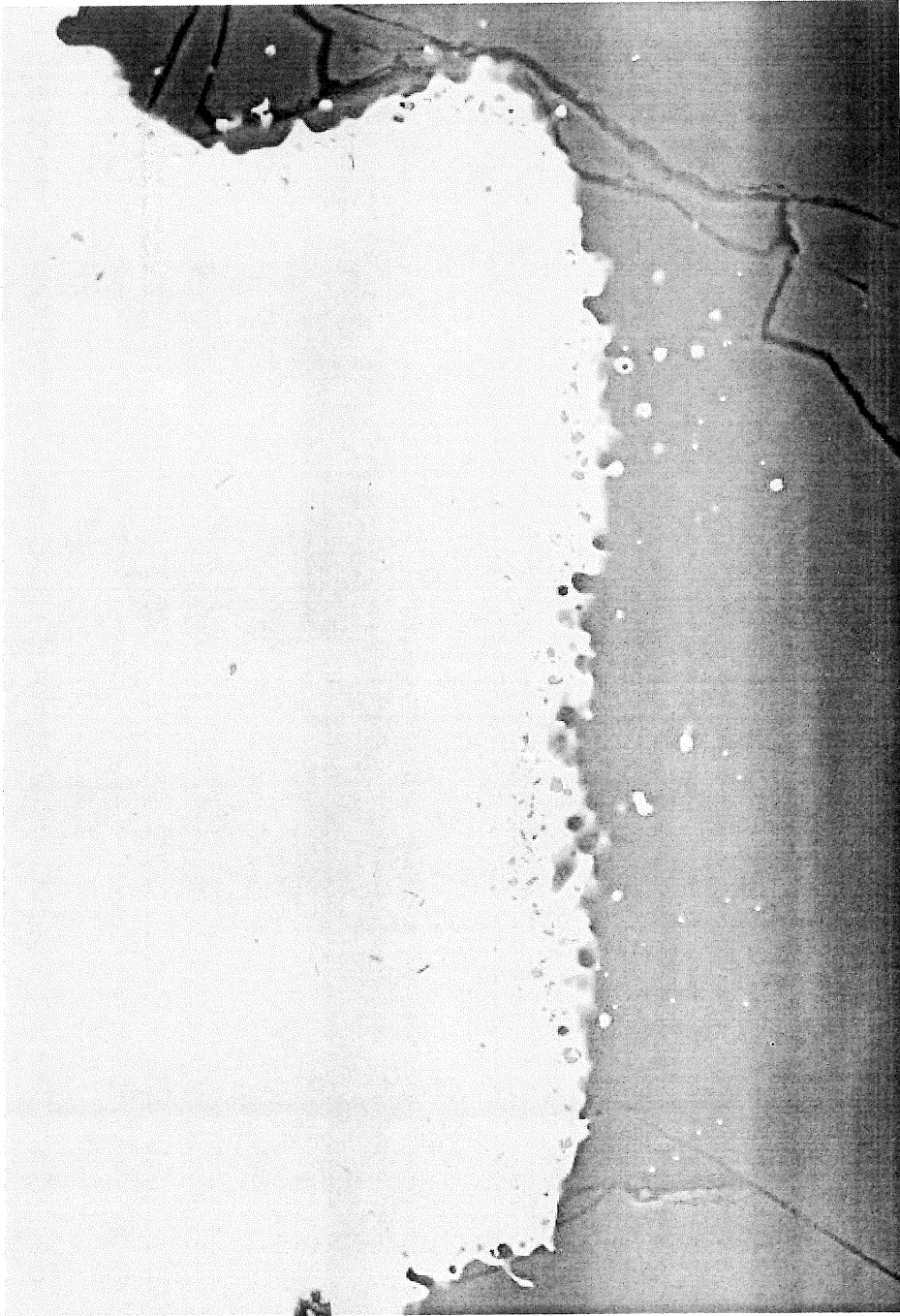
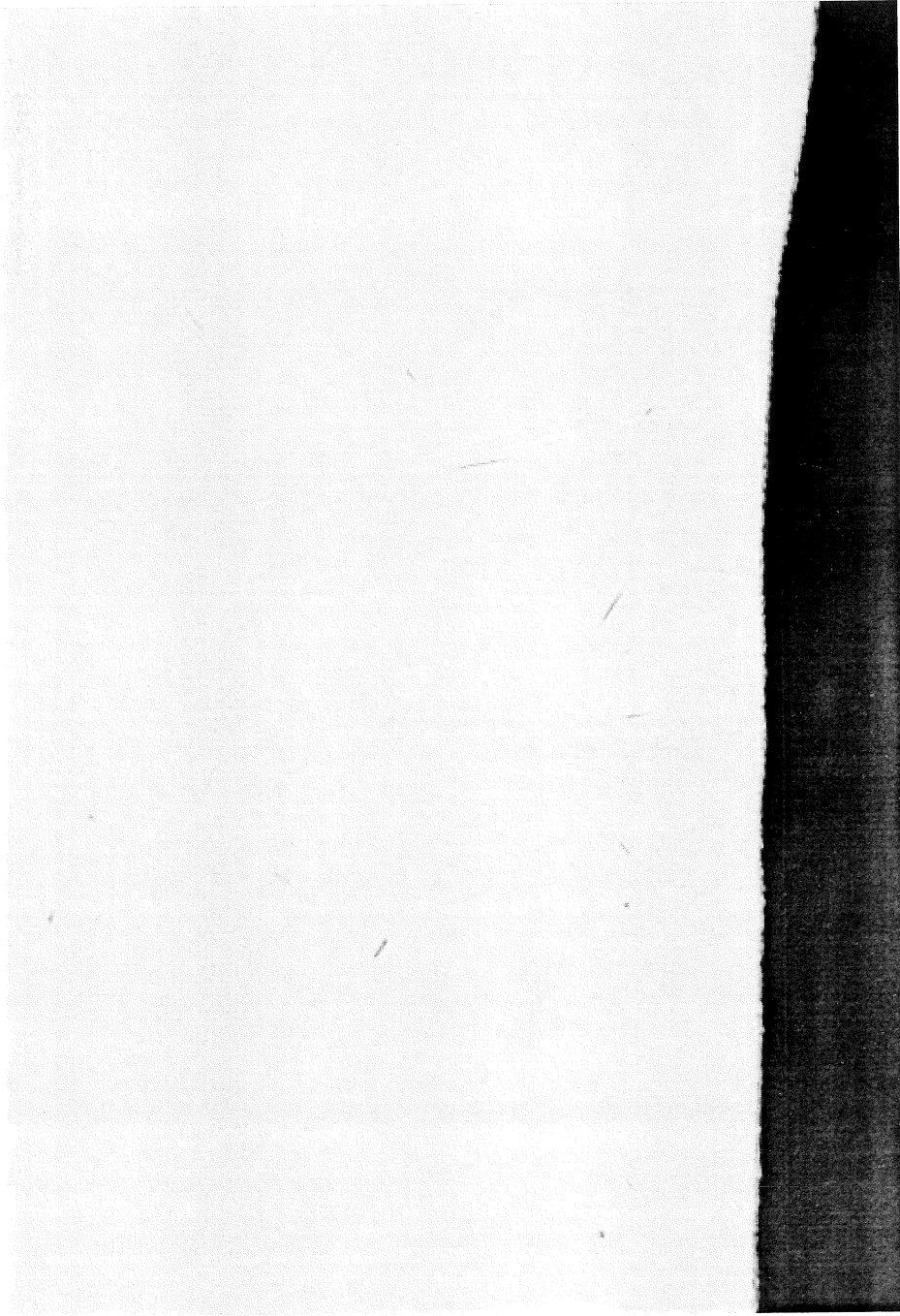


FIG. 5

6/8

**FIG. 6**

7/8

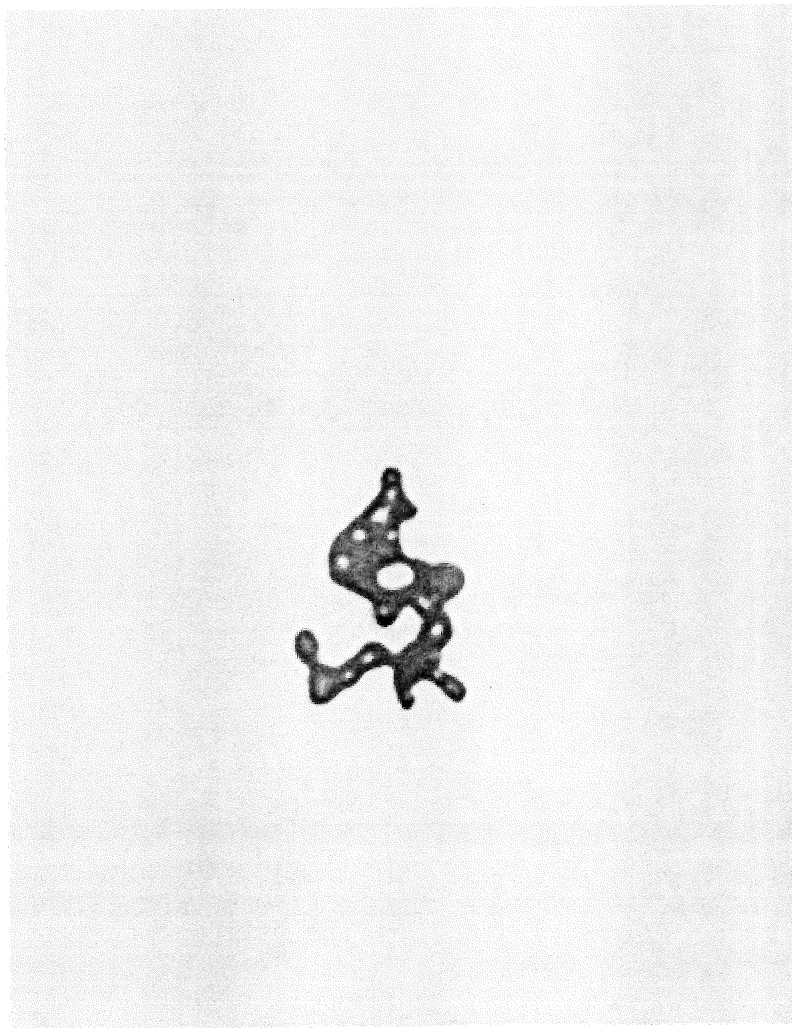


FIG. 7

8/8

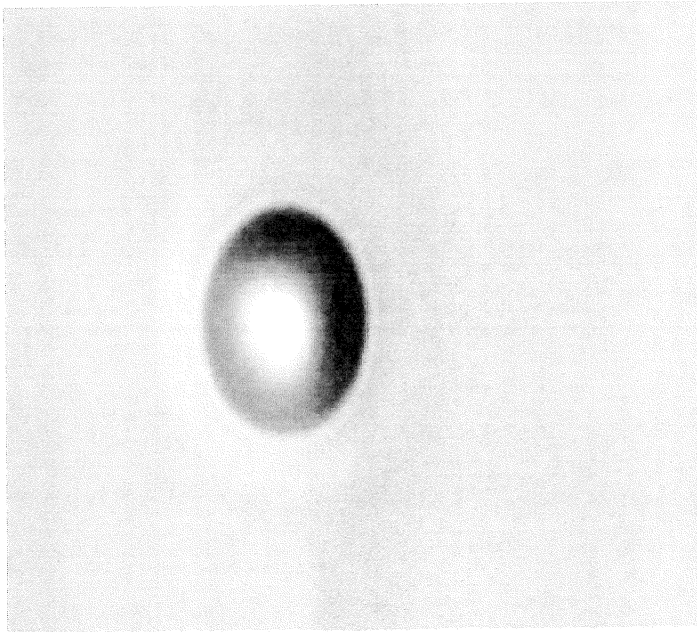


FIG. 8