

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2010-526748

(P2010-526748A)

(43) 公表日 平成22年8月5日(2010.8.5)

(51) Int.Cl.

C03B 8/04 (2006.01)
C03B 20/00 (2006.01)
G02F 1/1333 (2006.01)

F 1

C03B 8/04
C03B 20/00
C03B 8/04
C03B 20/00
C03B 20/00

テーマコード(参考)

2 H 0 9 0
4 G 0 1 4

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-507392 (P2010-507392)
(86) (22) 出願日 平成20年4月22日 (2008.4.22)
(85) 翻訳文提出日 平成22年1月5日 (2010.1.5)
(86) 國際出願番号 PCT/US2008/005171
(87) 國際公開番号 WO2008/136924
(87) 國際公開日 平成20年11月13日 (2008.11.13)
(31) 優先権主張番号 11/800,585
(32) 優先日 平成19年5月7日 (2007.5.7)
(33) 優先権主張国 米国(US)

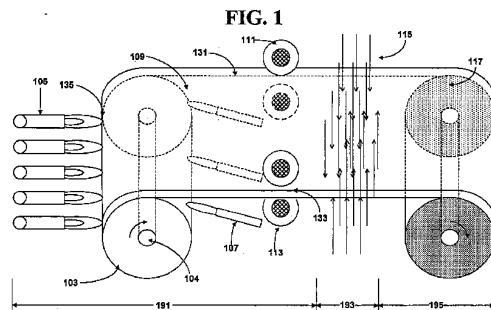
(71) 出願人 397068274
コーニング インコーポレイテッド
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148
31 コーニング リヴァーフロント ブ
ラザ 1
(74) 代理人 100073184
弁理士 柳田 征史
(74) 代理人 100090468
弁理士 佐久間 剛
(72) 発明者 ブレイディー,マイケル ディー
アメリカ合衆国 ミネソタ州 55125
ウッドベリー ウェッジウッド サーク
ル 9777

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ガラスシートを作製するための方法及び装置

(57) 【要約】

ガラスストートシート及び焼結ガラスシートを作製するための装置及び方法。ガラスストート粒子が回転ドラムの湾曲堆積面(103)上に堆積されて、ストートシートを形成する。次いでストートシートが堆積面から剥離される。ストートシートは焼結して固結ガラスにすることができる。ストートシート及び焼結ガラスは巻き取られてロール(117)にされるに十分に長く、柔軟になり得る。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ガラスシートを作製するための装置において、
 (I) ガラスストート粒子を供給するためのストート供給装置、
 (II) スートシートを形成するために前記ガラスストート粒子をその上に堆積することができる外周湾曲堆積面を有する回転可能なドラム、
 (III) 前記回転可能なドラムの前記外周堆積面から前記ストートシートの少なくとも一部を剥離するためのストートシート剥離具、及び
 (IV) 前記回転可能なドラムの前記外周堆積面からの剥離直後の前記ストートシート部分の前記堆積面からの引離しを誘導するためのストートシート誘導具、
 を備えることを特徴とする装置。

10

【請求項 2】

(V) 前記ストートシートの少なくとも一部を焼結して緻密ガラスシートにするためのストートシート焼結装置、
 をさらに備えることを特徴とする請求項 1 に記載の装置。

【請求項 3】

前記ストートシート焼結装置 (V) が、前記ストートシートが焼結される際に該ストートシートに張力を与えることができる複数のストートシート誘導具を備えることを特徴とする請求項 2 に記載の装置。

20

【請求項 4】

ガラスシートを作製する方法において、
 (A) 複数のガラスストート粒子を供給する工程、
 (B) 回転ドラムの湾曲堆積面上に前記ガラスストート粒子を堆積させて、ストートシートを形成する工程、及び
 (C) 前記ドラムの前記堆積面から前記ストートシートの少なくとも一部を剥離する工程、
 を含むことを特徴とする方法。

【請求項 5】

前記工程 (C) 後に、
 (D) 前記ドラムが回転している間に前記ストートシートの一部を前記堆積面に付けたままにしながら前記堆積面からの剥離直後に前記ストートシートの前記部分を前記堆積面から引き離す工程、
 をさらに含むことを特徴とする請求項 4 に記載の方法。

30

【請求項 6】

(E) 前記引き離されているストートシートの少なくとも一部を焼結温度まで加熱することによって前記ストートガラスの前記部分を緻密ガラスシートに焼結する工程、
 をさらに含むことを特徴とする請求項 5 に記載の方法。

40

【請求項 7】

前記工程 (E) において、焼結されている前記ストートシートの主表面の縁端領域が、ストートシート誘導具に接して配置されることを特徴とする請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記工程 (E) において、焼結されている前記ストートシートの両主表面の両縁端領域の両側が、ストートシート誘導具に接して配置され、前記ストートシート誘導具が焼結中の前記ストートシートにかけて張力を印加することを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【関連出願の説明】

【0001】

本出願は、2007年5月7日に出願された米国特許出願第11/800585号への優先権の恩典を主張する。上記出願の明細書は本明細書に参照として含まれる。

50

【技術分野】

【0002】

本発明はガラスシートを作製するための方法及び装置に関する。特に、本発明はガラスストートシート及び焼結ガラスシートを作製するためのストートプロセス、並びにそのようなプロセスのための装置に関する。本発明は、例えば、石英ガラスシートのような、長く、柔軟で、巻取りが可能な、ガラスシートの作製に有用である。

【背景技術】**【0003】**

ガラスシート材を作製するため、従来技術において様々な工業プロセスが利用可能である。一例として、フロートプロセスは溶融金属槽上でのガラスシート形成を含む。このプロセスは組成範囲が広いがガラスシート材を作製するために用いることができる。このプロセスの別の利点は空気にさらされる側で高い表面品質を達成できる能力である。しかし、このプロセスには金属融液とガラス融液の間の直接接触が必要であり、この結果、望ましくない界面汚染及び清純とはいえない表面品質が生じ得る。したがって、両主表面の表面特性が清純な高品質ガラスシートを作製するためには、フロートプロセスでつくられたガラスシートにさらに表面研磨が必要になり得るし、これは極めて費用がかかる工程になり得る。さらに、フロートプロセスは、薄く、巻取りが可能なガラスリボンの作製には用いられてこなかったと考えられる。

10

【0004】

融合延伸プロセスは、LCD基板として用いるためのガラスシートのような、表面品質が極めて高い、薄いガラスシートを作製するための現行プロセスの1つである。形成プロセス中にガラスシートの両主表面がいかなる支持材料にも直接に接触することはできないから、両主表面の高表面品質を同時に達成することができる。しかし、このプロセスに適するには、ガラスが、液相粘度、歪点、等に関するいくつかの要件を満たさなければならない。したがって、このプロセスは、多くのガラス組成に対して有効かつ効率的に用いることはできない。さらに、このプロセスには高価な機械装置の使用が必要となることが知られている。融合延伸プロセスで作製されるLCDガラス基板は極めて薄いとはいえ、多くの用途に必要であるかまたは望ましい柔軟性を有するに十分に薄くはない。

20

【0005】

特に、少なくとも90モル%のシリカを含むガラスシート材のような、高純度石英ガラスシートについては、ガラス材の軟化点が高いことから、フロートプロセス及び融合延伸プロセスを実行することはできない。大寸高純度石英ガラスシートは、例えば、標準のフォトマスク基板、LCDイメージマスク基板、等として有用である。そのような石英ガラス基板は一般に、例えば大型火炎加水分解炉で作製された、大きな石英ガラスインゴットの切断、研削及び研磨によって作製され、これは極めて費用がかかり、無駄の多いプロセスである。そのような、スライス/研磨手法では、厚さが500μmより薄く、厚さの一様性が高く、表面品質が好ましい、薄く柔軟な石英ガラスシートの作製を思いとどませるほどの費用がかかるであろう。望ましくは表面品質及び厚さ一様性が高い石英ガラスシートを作製するためのそれほど費用がかからない代替プロセスがあれば、非常に望ましい。

30

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0006】**

本発明の課題は、低費用で、表面品質及び厚さ一様性が高い石英ガラスシートを作製する方法を提供することである。

40

【課題を解決するための手段】**【0007】**

ガラスシート材を作製するためのストートプロセスを提供することによって、本発明のいくつかの実施形態は上記課題を満たす。

【0008】

本発明の第1の態様にしたがえば、

(A) 複数のガラスストート粒子を供給する工程、

50

(B) 回転ドラムの湾曲堆積面上にガラスストート粒子を堆積させて、ストートシートを形成する工程、及び

(C) ドラムの表面からストートシートの少なくとも一部を剥離する工程、
を含む、ガラスシートを作製する方法が提供される。

【0009】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、工程(A)はバーナーアレイによって複数のガラスストート粒子を生成する工程を含む。

【0010】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(B)において、堆積面上に形成されるストートシートは実質的に一様な厚さを有する。

10

【0011】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(B)において、回転ドラムは軸を中心にして回転する円柱堆積面を有し、円柱堆積面上にガラス粒子が堆積される。

【0012】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(B)において、形成されるストートシートは基本的に連続である。本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(B)において、堆積面上に形成されるストートシートは $10\text{ }\mu\text{m} \sim 400\text{ }\mu\text{m}$ 、いくつかの実施形態では $20\text{ }\mu\text{m} \sim 350\text{ }\mu\text{m}$ 、いくつかの実施形態では $50\text{ }\mu\text{m} \sim 300\text{ }\mu\text{m}$ 、いくつかの実施形態では $50\text{ }\mu\text{m} \sim 200\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の平均厚さを有する。

【0013】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(C)において、ストートシートの剥離を補助するため、堆積面のストートシートが剥離される箇所にガスジェットが向けられる。

20

【0014】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法は工程(C)後に、
(D) ドラムが回転している間にストートシートの一部を堆積面に付けたままにしながら堆積面から剥離直後のストートシート部分を堆積面から引き離す工程、
を含む。

【0015】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、工程(D)は工程(B)が同時に実行され
れている間に実施される。

30

【0016】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(D)において、回転ドラムの堆積面から剥離直後のストートシート部分が堆積面のストートシートが剥離される箇所から引き離される方向は、基本的に堆積面に対して接線方向である。

【0017】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(D)において、ストートシートの引離し
はストートシートの主表面に接するストートシート誘導具によって誘導される。

【0018】

本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程(D)において、ストートシート誘導具は
ストートシートの主表面の縁端領域だけに接して配置される。

40

【0019】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(E) ストートシートを緻密ガラスシートに焼結する工程、
を含む。

【0020】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(E) 引き離されているストートシートの少なくとも一部を焼結温度まで加熱することによ
ってストートガラスのその部分を緻密ガラスシートに焼結する工程、
を含む。

【0021】

50

工程 (E) を含む本発明のいくつかの実施形態において、焼結ガラスシートは、10 μm ~ 300 μm、いくつかの実施形態では10 μm ~ 200 μm、いくつかの実施形態では20 μm ~ 300 μm、いくつかの実施形態では20 μm ~ 200 μm、いくつかの実施形態では30 μm ~ 300 μm、いくつかの実施形態では30 μm ~ 200 μm、いくつかの別の実施形態では50 μm ~ 200 μmの範囲の厚さを有する。

【0022】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、ストートシートの複数の部分が焼結を受け、焼結部分が連続緻密ガラスシートを形成する。いくつかの実施形態において、焼結は順次に行われる。

【0023】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、焼結されているストートシートの主表面の大部分は焼結プロセス中に固形物と物理的に接触することはない。

10

【0024】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、焼結されているストートシート部分は実質的に垂直位置に置かれる。

【0025】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、焼結されているストートシートの少なくとも1つの主表面の縁端領域はストートシート誘導具と接して配置される。

20

【0026】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、焼結されているストートシートの両主表面の両縁端領域の両側がストートシート誘導具と接して配置され、ストートシート誘導具は焼結中にストートシートにかけて張力を印加する。

【0027】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、ストートシート誘導具は誘導ローラーを含む。

【0028】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、ストートシート誘導具は移動ベルトまたはクランブルーラーを含む。

30

【0029】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(FF)ストートシートの少なくとの一部をロールに巻き取る工程、
を含む。

【0030】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(FFF)個別ストートシート体を形成するため、ストートシートを切断する工程、
を含む。

40

【0031】

本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(FFF-1)ストートシートの縁端領域を除去するためのストートシート端裁断機、
を含む。

【0032】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態において、方法はさらに、
(F)緻密ガラスを含むシートの少なくとも一部分をロールに巻き取る工程、
を含む。

【0033】

工程 (E) を含む本発明の方法のいくつかの実施形態では、工程 (E) において、ストートシートの複数の部分が焼結を受け、焼結部分が連続緻密ガラスシートを形成し、方法はさらに、工程 (E) 後に、

50

ーラーは実質的にストートシートの主表面の縁端領域とだけ直接接触するように配置される。

【0046】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(IV-1)ストートシートを分割するためのストートシート切断機、
を備える。

【0047】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(IV-2)ストートシートをロールの形にするためのストートシート巻取機、
を備える。

10

【0048】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(IV-3)ストートシートの縁端領域を除去するためのストートシート端裁断機、
を備える。

【0049】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(V)シートガラスの少なくとも一部を緻密ガラスシートに焼結するためのストートシート焼結装置、
を備える。

20

【0050】

ストートシート焼結装置(V)を備える本発明の装置のいくつかの実施形態において、ストートシート焼結装置(V)は、ストートシートが焼結される際にストートシートに張力を与えることができる複数の(クランプローラーのような)ストートシート誘導具を含む。

【0051】

ストートシート焼結装置(V)を備える本発明の装置のいくつかの実施形態において、ストートシート焼結装置(V)は誘導加熱器を有する。

【0052】

ストートシート焼結装置(V)を備える本発明の装置のいくつかの実施形態において、ストートシート焼結装置(V)の向きは、ストートシートが加熱されているときに重力によってストートシートに生じる垂れが無視できるように、定められる。

30

【0053】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(VI)ガラスシートを分割するためのガラスシート切断機、
を備える。

【0054】

本発明の装置のいくつかの実施形態において、装置はさらに、
(VII)ガラスシートをロールの形にするためのガラスシート巻取機、
を備える。

【0055】

本発明の方法及び装置のいくつかの実施形態は以下の利点、(i)液体金属槽を必要とせずにガラスシートを連続的に形成できる能力、(ii)表面研磨を最小限に抑えるかまたは全く施さずに表面品質が高いガラスシートを作製できる能力、(iii)厚さ及び組成が一様なストートガラスシートを作製できる能力、(iv)厚さの一様性が高い薄ガラスシートを作製できる能力、及び(v)化学組成及び/または物理特性が異なる複数の層でガラスシートを作製できる能力の内の1つ以上を有する。多くの用途に対し、これらの利点の内の1つ以上は極めて望ましい。

40

【0056】

本発明のさらなる特徴及び利点は以下の詳細な説明に述べられ、当業者には、ある程度は説明から容易に明らかであろうし、あるいは記述及び添付される特許請求の範囲に、また添付図面にも、説明されるように本発明を実施することによって認められるであろう。

50

【0057】

上述の説明及び以下の詳細な説明が本発明の例示に過ぎず、特許請求されるような本発明の本質及び特質を理解するための概要または枠組みの提供が目的とされていることは当然である。

【0058】

添付図面は本発明のさらに深い理解を提供するために含められ、本明細書に組み入れられて、本明細書の一部をなす。

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図1】図1は、本発明の一実施形態にしたがう、ガラスシートを連続的に作製できる動作中の装置の略図である。 10

【図2】図2は、ストート堆積ドラムの回転軸の方向から見たときの、図1に示される動作中の装置のストート堆積部及びストート剥離部の略図である。

【図3】図3は、ストート堆積ドラムの回転軸の方向から見たときの、本発明の別の実施形態の動作中の装置のストート堆積部及びストート剥離部の略図である。

【図4】図4は、焼結されているストートシートの主表面に実質的に平行な方向から見たときの、本発明の一実施形態にしたがう動作中の装置の焼結ゾーンの断面の略図である。

【図5】図5は本発明の一実施形態にしたがうガラスシート作製方法を簡略に示すフローチャートである。

【図6】図6は2つの異なるストート粒子層からなるストートシートの断面の略図である。 20

【発明を実施するための形態】

【0060】

別途に示されない限り、本明細書及び特許請求の範囲に用いられる、成分の重量%、寸法、及びいくつかの物理特性についての値を表す数値のような全ての数値は、全ての場合において副詞「約」によって修飾されていると理解されるべきである。本明細書及び特許請求の範囲に用いられる精確な数値は本発明の別の実施形態をなすことも理解されるべきである。実施例に開示される数値の確度を保証するように努力した。しかし、測定されたいかなる数値も、それぞれの測定手法に見られる標準偏差から生じるいくらかの誤差を本來的に含み得る。

【0061】

本明細書に用いられるように、本発明を説明及び特許請求するにあたり、不定冠詞「a」または「a n」の使用は「少なくとも1つ」を意味し、そうではないことが明示的に示されない限り、「1つだけ」に限定されるべきではない。したがって、例えば、「主表面（a main surface）」は、そうではないことを文脈が明白に示していない限り、1つまたは2つの主表面を含む実施形態を示す。 30

【0062】

本明細書に用いられるように、「ストート層」または「ストートの層」は、隣接粒子と接合されているかまたはいない、基本的に一様に分布するガラス粒子の個々の粒子の平均直径に等しいかまたはそれより大きい厚さを有する、層を意味する。すなわち、ストート層は厚さにかけて複数の粒子を含むことができる。「基本的に一様に分布する」とは、材料の最終用途に有意な層内の比体積において平均の組成及び特性が基本的に同じであるように、粒子が配置されることを意味する。もちろん、組成及び/または特性は、分解能を上げていくにつれて、ある範囲内で偏り得る。しかし、そのような偏りが材料の目的用途に有意ではない限り、単ストート層内のそのような偏りは許容される。ストートシートが複数のストート層からなる場合に、連続する層の間の組成及び/または特性に関する差は材料の目的用途に十分に有意である。当業者には一般に理解されるように、連続する層の界面における組成及び/または特性は、連続する層の間の界面の厚さが材料の最終用途の目的に有意ではない限り、いずれの層のバルクからもある程度まで偏ることができる。図6は2層ストートシートの断面を簡略に示す。一方の種のガラス粒子は第1のストート層601を形成する。他方の種の粒子は、異なる組成及び/または物理特性を有する第1のストート層601に 40

隣接する第2の層603を形成する。層601と層603の間の界面領域605において、2つの種の粒子の混合がおこり得る。本明細書に用いられるように、「ガラスシート」は、別途に特に示されない限り、固結ガラス及び複数のガラススト粒子を含むシート材(すなわちストートシート)でつくられたいずれのシート材も含む。技術上一般に理解されるように、シートは、面積が他の全ての表面より大きい、2つの連続表面を有する。本明細書に用いられるように、面積が最大の2つの連続表面は主表面と称される。いくつかの実施形態において、主表面は3番目に大きい表面の面積の5倍以上の面積を有する。ある箇所における2つの主表面の間隔が、その箇所におけるシートの厚さと呼ばれる。ストートシート及び焼結ガラスシートを含む、本発明のシート材のいくつかの実施形態において、シートが平基板の表面上に載せられたときに2つの主表面は互いに実質的に平行である。そのような実施形態において、シートは主表面にわたり実質的に一様な厚さを有する。別のいくつかの実施形態において、2つの主表面は互いに非平行であり、シートの厚さは箇所毎に変わり得る。シートの主表面は平坦であるか、湾曲しているかまたはいずれでもあり得る。ストートシートは少なくとも1つのストート層を含むシート材であり、ガラススト粒子はそれぞれのストート粒子に近接する粒子の少なくとも一部と連結され、接合されている。しかし、ストートシートにおいて、少なくともいくつかの粒子の粒界において空孔が存在する。理想的な、完全に緻密化されたガラスでは、材料に空孔は存在せず、ガラスの密度は与えられた温度及び圧力における最大値に達するであろう。

10

【0063】

ガラス材料を作製するための様々なストート堆積方法が知られている。例えば、OVD(外付け)法、IVD(内付け)法及びVAD(軸付け法)が高純度のドープト石英ガラス材料及びアンドープ石英ガラス材料の作製に用いられてきた。OVD, IVD及びVAD法は一般に、マンドレルまたはベイトロッドの外周面上にガラススト粒子を堆積してストート体を形成する第1ステップ及びストート体を焼結して固結ガラスにする第2ステップからなる、2ステッププロセスである。米国特許出願第11/305857号明細書には、回転する基板の基本的に平坦な堆積面上にシリカスト粒子の層を堆積し、続いてストート層を焼結して固結ガラスを形成することによる、石英ガラスを作製するための平堆積プロセスが開示されている。技術上既知のそのようなプロセス及び装置は大面積のストートシートまたはガラスシートの作製に経済的ではなく、何らかの適合策を施さない限り、連続態様でストートシートまたはガラスシートを作製するために直接に用いることはできない。

20

【0064】

本明細書に用いられるように、「小さい局所ストート密度変動」は、堆積されたストートシート、または堆積された単層ストート粒子が、主表面の1つにおける半径が少なくとも0.2mmの、いくつかの実施形態においては少なくとも0.2cmであることが好ましい、サンプル領域において、サンプル領域の平均バルク密度の20%または0.2g/cm³のいずれか大きい方の値より小さい、局所ストート密度変動を有することを意味する。本発明のいくつかの実施形態において、本発明の方法または装置を用いることで堆積されたストートシートは、主表面の1つにおける半径が少なくとも0.2mmの、いくつかの実施形態においては少なくとも0.2cmであることが好ましい、サンプル領域において、サンプル領域の平均バルク密度の10%または0.1g/cm³のいずれか大きい方の値より小さい、局所ストート密度変動を有する。本発明において、ある与えられた厚さをもつ指定された領域における与えられた箇所での「局所ストート密度」はその与えられた箇所における厚さ全体にわたって測定された局所ストート密度の平均値である。局所ストート密度測定の分解能は、10μm×10μm×10μmの立方空間内の平均ストート密度のように任意に選ばれる。ストート密度は、[与えられた体積内のストート粒子の質量]/[与えられた体積]で計算され、与えられた体積はストート粒子で占められ、全ストート粒子及び粒子内部及び粒子間の空孔及び自由空間の全ての総体積である。

30

【0065】

術語「基本的に一様な温度」は、注目する表面または物体の温度が平均温度T_mを有し、その表面または物体の別の箇所の温度がT_m±50の範囲にあることを意味する。平

40

50

均温度 T_m は時間の経過にしたがって変わり得る。本発明のいくつかの実施形態において、基本的に一様な温度を有する表面または物体の異なる箇所における温度は $T_m \pm 25$ の範囲にあり、他のいくつかの実施形態においては $T_m \pm 10$ の範囲にあることが望ましい。

【0066】

本明細書で用いられるように、「焼結ガラス」及び「固結ガラス」は互換で用いられ、標準条件(圧力: 101.325 kPa, 温度: 273K)の下での同じ化学組成及び微細構造を有するガラス材料の最高可能密度($D_{最高}$)の95%以上の密度を有するガラス材料を意味する。いくつかの実施形態において、焼結ガラスは標準条件下で $D_{最高}$ の少なくとも98%の密度を有することが望ましい。いくつかの実施形態において、焼結ガラスはSTPの下で $D_{最高}$ の少なくとも99%の密度を有することが望ましい。いくつかの実施形態において、焼結ガラスは標準条件下で $D_{最高}$ の少なくとも99.9%の密度を有することが望ましい。

10

【0067】

本発明の発明者等は、堆積面上に形成されたガラスストートシートを破壊せずに剥離できることを見いたしました。そのようなガラスシートは下流に運び、処理して固結ガラスシートにすることができる。この発見及びその他の専門知識に基づいて、発明者等は、ガラスストートシート及び焼結ガラスシートを含む、ガラスシート材を作製するための方法及び装置を案出した。焼結ガラスシートに関して本発明の方法は基本的に「ストートからガラス」プロセスである。すなわち、本発明の方法には、ストートシートを形成する工程及び、これに続く、ストートシートを焼結して固結ガラスにする工程が必要である。

20

【0068】

広義には、本発明の方法は、

- (A) 複数のガラスストート粒子を供給する工程、
- (B) 回転ドラムの湾曲堆積面上にガラスストート粒子を堆積させて、ストートシートを形成する工程、及び
- (C) ドラムの表面からストートシートの少なくとも一部を剥離する工程、を含む。

【0069】

ストートシート自体に多くの用途があり得る。固結ガラスを得るために、ストートシートを焼結する追加工程が必要である。

30

【0070】

広義には、本発明の装置は、

- (I) ガラスストート粒子を供給するためのストート供給装置、
- (II) ストートシートを形成するためにガラスストート粒子をその上に堆積することができる外周湾曲堆積面を有する回転可能なドラム、
- (III) 回転可能なドラムの外周堆積面からストートシートの少なくとも一部を剥離するためのストートシート剥離具、及び
- (IV) 回転可能なドラムの外周堆積面からの剥離直後のストートシート部分の外周堆積面からの引離しを誘導するためのストートシート誘導具、を備える。

40

【0071】

固結ガラスを作製するため、ストートガラスシートを焼結するためのコンポーネントがさらに必要になる。本発明は、添付図面を参照してさらに深く説明され、示される。図面が本発明のいくつかの特定の実施形態しか表していないことは当然である。したがって、本発明が図面に示される実施形態だけに限定されると解されるべきではない。

【0072】

本発明の方法はガラスストート粒子を供給する工程で始まる。技術上既知のストート粒子を供給するための様々な装置及び方法を用いることができる。ストート粒子は一般にストート流の形態で堆積面に運ばれる。本発明の方法の様々な実施形態に用いることができるストート

50

供給装置の例には、IVD, OVD及びVAD法並びに平堆積プロセスに一般に用いられるバーナーのような、火炎加水分解バーナーがある。図1, 2及び3を参照すれば、参照数字105及び106がバーナーを指す。例えば、火炎加水分解による石英ガラスの作製における例示的バーナーは、OMCTS(オクタメチルシクロテトラシロキサン)のような、シリコン含有前駆体化合物がH₂, CH₄またはその他の燃料の火炎内にそれを通して導入される穴を有する。OMCTSが火炎内で酸化され、加水分解されて、微細なシリカスト粒子が形成される。

【0073】

バーナーの動作は一般に高温における前駆体化合物の化学反応を含む。米国特許第6606883号明細書にはドープ石英ガラス及びアンドープ石英ガラスの作製に用いるためのバーナーが説明されている。この明細書の該当部分はそれぞれの全体が本明細書に参照として含まれる。ケイン(Cain)等の米国特許第5922100号明細書には本発明に用いることができる、予備混合天然ガスバーナーの実施例が開示されている。この明細書の該当部分は本明細書に参照として含まれる。しかし、本発明に用いることができるバーナーは米国特許第5922100号及び第6606883号の明細書に説明されるバーナーに限定されない。米国特許第6837076号、同第6743011号、同第6736633号の各明細書に述べられるバーナーも同様に本発明に用いることができる。バーナーはさらに、プラズマ及びその他の加熱手段で補助することができる。バーナーは一般に合成石英ガラスの作製に用いられるが、その他の酸化物ガラス材料の作製にも同様に用いることができる。

10

20

30

40

【0074】

バーナーだけでなく、プラズマ加熱スポットスプレイヤー、等のような、その他の装置も本発明の方法に必要なストート粒子を供給するために用いることができる。プラズマ加熱スポットスプレイヤーでは、単一または複数の組成の、予備形成されたストート粒子が、堆積工程のため、ある速度で供給され、ストート粒子を所望の温度に加熱するプラズマを通過させられる。さらに、本発明のいくつかの実施形態において、ガラスストート粒子を供給するためにバーナーとプラズマ加熱スポットスプレイヤーの組合せを用いることができる。簡便の目的のため、そうではないことが特に示されない限り、以降は「バーナー」が本発明に使用できる全てのストート供給装置を表すために用いられる。

【0075】

供給されたままのストート粒子は、無ドープ高純度石英ガラスの作製の場合におけるように、基本的に単一の酸化物からなることができる。あるいは、ストート粒子が供給されているときにストート粒子にドープすることができる。したがって、例えば、ストート供給装置が火炎加水分解バーナーを備えている場合、ドーパントの前駆体を火炎内に含めることにより、火炎加水分解過程でドーピングを行うことができる。別の例として、ストート供給装置がプラズマ加熱スポットスプレイヤーを備えている場合、スプレイヤーからスプレイされる予備形成されたストート粒子に前もってドープすることができ、あるいはスプレイされるストート粒子がプラズマ内でドープストート粒子になるように、ドーパントを含む雰囲気にストート粒子をさらすことができる。いくつかの実施形態において、供給されるストート粒子は基本的に均質な組成を有することが有利である。いくつかの実施形態において、供給されるストート粒子は異なる組成を有する。例えば、主ガラス成分のストート粒子を1つの装置で供給することができ、ドーパントのストート粒子を別個の装置で供給することができる。いくつかの実施形態において、ストート粒子を互いに混合して様々な組成をもつ複合粒子を形成することができる。いくつかの実施形態において、堆積面への堆積の前に混合粒子を形成するためにストート粒子の相互付着を実質的に防止することも可能である。

【0076】

ストート粒子は回転堆積ドラムの湾曲面上に堆積される。湾曲面103は回転軸104と交差しない。いくつかの実施形態において、堆積ドラムは少なくとも、ストート堆積面を提供する、耐火材料でつくられた周辺領域を有する。すなわち、堆積ドラムは、例えば、鋼鉄またはアルミニウムあるいはその他の材料でつくられたコア及び、堆積面を提供する、

50

シリカ、黒鉛、ジルコン、ジルコニア、等のような、異なる材料でつくられたクラッドを有する。あるいは、形成されるべきストートシートの必要な純度レベルに応じて、様々な純度のシリカ（高純度合成石英、グレードまたは純度が低い天然産出水晶、等）のような、基本的に単一の材料でドラムをつくることができる。ドラムは軸 104 を中心にして回転することができる。1つの有利な実施形態において、ドラムは外周面の軸を中心にして回転する実質的に柱面の外周面を有する。1つの特に有利な実施形態において、ドラムは外周面の中心軸を巡って回転する実質的に円柱面の外周面を有し、ここで外周円柱面の半径を r_r 、（それにわたってストート粒子が堆積されるドラム領域の長さとして定義される）有効長を H_H とする。外周円柱面の有効長及び / または直径寸法を調節することにより、ストートシート及び焼結ガラスシートの寸法を調節することができる。

10

【0077】

回転ドラムの湾曲面は様々な形状をとることができる。例えば、いくつかの実施形態において、湾曲面は、柱面のような、閉じた平滑面とすることができる、あるいは、立方体の表面、細長い直方体の表面、または柱面の一部と平表面の組合せ、等のような、急な変向点をもつ閉じた面とすることができると考えられる。図 1 ~ 3 において、図示されるドラムは、バーナー 105 及び 106 によって生成されたストート粒子がその上に堆積して連続ストート層 109 及び 110 を形成する、円柱外周堆積面 103 を有する。別の実施形態において、ドラムは外周面の中心軸を巡って回転する実質的に檐円柱の外周面を有する。いくつかの有利な実施形態において、ドラムの回転は一方向性である。すなわち、ガラス形成プロセス中にドラムは、時計回りまたは反時計回りの、単一方向に回転する。そのような一方向性回転は、円柱外周面を有するドラムに特に有利である。しかし、ストート堆積プロセス中にドラムが往復回転し得ることは排除されない。すなわち、ドラムは断続的に回転方向を変えることができる。そのような往復回転は檐円柱外周面を有するドラムに有利であり得る。いくつかの実施形態において、ストート粒子はドラムの堆積面の一部の上に堆積される。したがって、円柱ドラムの場合、様々な実施形態を考えることができ、とりわけ、(i) いくつかの実施形態において、堆積されたストートシートはドラムの長さの一部だけを覆う；(ii) いくつかの実施形態において、面上に堆積されたストートシートは円柱の中心軸に平行な方向から見たときに円柱の断面円周の一部だけを覆う；及び (iii) いくつかの実施形態において、堆積されたストートシートは、ドラムの長さの一部だけを覆い、円柱の中心軸に平行な方向から見たときに円柱の断面円周の一部だけを覆う。ストート粒子が円形断面全周にかけて堆積して連続する閉じたスリーブを形成することができれば、次の工程で堆積面からストートシートを剥離するためには少なくとも 2 つの個別部分にスリーブを切り離さなければならないであろう。簡便な説明及び図示のため、ドラムの長さに沿うストートシートの寸法はシートシートの幅と呼ばれ、堆積面の円形断面の周に沿うストートシートの寸法はストートシートの長さと呼ばれる。すなわち、ストートシートが、長さが H_H で断面半径が r_r の円柱回転ドラムの全長で半周を覆って形成されれば、ストートシートの幅は H_H になり、長さは $\cdot r_r$ になるであろう。

20

【0078】

本発明のいくつかの実施形態において、堆積面上に形成されたストートシートの主表面は 4 つの辺を有し、2 つの辺は実質的に回転軸の方向に沿い、他の 2 つの辺は回転ドラムの湾曲外周面の周に沿って広がり、場合によっては、延伸する。説明の簡便さのため、プロセスの最も初期の段階に形成された、ストートシートの実質的に回転軸の方向に沿う辺はストートシートの第 1 の末端と称され、最終段階で形成された、ストートシートの実質的に回転軸の方向に沿う辺はストートシートの第 2 の末端と称され、湾曲外周面の周に沿って広がる、及び / または延伸する、2 つの辺 (131 及び 133) はストートシートの縁端と称される。

30

【0079】

本発明のいくつかの実施形態において、堆積プロセス中に、バーナー 105 及び 106 は回転ドラムの回転軸に対して静止位置に維持される。そのような実施形態において、堆積面にかけて比較的幅の広いストートシートを得るためにには、複数のバーナー及び / または

40

50

バーナーアレイが必要である。あるいは、回転軸に沿う方向でドラムの長さに沿うバーナーの往復運動を有益に用いることができる。

【0080】

いくつかの実施形態において、ドラムの堆積面上に形成されたストートシートは、堆積面からの取外しに際し、それ自体の重力による破壊をおこさせずに、平坦な基板表面上に載せ得ることが望ましい。いくつかの実施形態において、堆積面からの取外しに際し、ストートシートを外力によって押すかまたは引っ張って、破壊させずに、実質的に平坦な形状寸法にできることが一層望ましい。この目的のため、ある所望の程度に加えられた応力ではストートシートの破壊が生じないであろうように、ストートガラスシートがあるレベルの柔軟性を有することが望ましい。ストートガラスの柔軟性は様々な要因、とりわけ、(a)平均ストート密度、(b)ストートシート厚、(c)堆積面の曲率、(d)ストートシート形成時のストートシート温度及び(e)ストートシート厚によって決定される。実質的に円柱の外周堆積面を有するドラムについては、(円柱の中心軸に垂直な平面で切断したときの)円形断面の直径が大きくなるほど、堆積されたストートシートの曲率は平板シートに近づき、したがってシートが引っ張られるかまたは平らに置かれたときのストートシートにかかる応力が低くなる。ストートシートの柔軟性は、与えられた直径をもつマンドレルを用いてストートシートを破壊させずにロールに巻き取ることができるか否かを決定する。

10

【0081】

上述したように、ストートシートの平均ストート密度はストートシートの柔軟性を決定する要因の1つである。一般に、90%をこえるシリカを含有するガラスストートシートについて、ストートシートの平均密度は0.50～1.50 g/cm³の範囲、いくつかの実施形態では0.80～1.25 g/cm³の範囲にあることが望ましい。

20

【0082】

いくつかの実施形態において、良好なストートシート柔軟性を得るためにには、シート厚が10 μm～400 μmの範囲、いくつかの実施形態では20 μm～350 μmの範囲、いくつかの実施形態では50 μm～300 μmの範囲、いくつかの実施形態では50 μm～200 μmの範囲にあることが望ましい。発明者は、長さが5mをこえる、厚さが約100 μmの連続巻取り可能なシリカストートリボンを作製した。

【0083】

いくつかの実施形態において、堆積されたストートシートの局所ストート密度変動が小さいことが極めて望ましい。小さい局所密度変動は、本発明のいくつかの実施形態において組成が実質的に均質な最終焼結ガラスシートを得るために重要である。様々な要因、とりわけ、(i)バーナーまたはその他のストート供給装置の構造及び位置、(ii)堆積面に対するバーナーの相対運動、(iii)バーナーまたはその他のストート供給装置によって供給される粒子の温度変動及び(iv)ドラムの堆積表面の温度変動、がストートシートの局所ストート密度変動に強く影響する。化学組成が実質的に均質で厚さが実質的に一様なストート堆積層を得るには複数のバーナーからなるバーナーアレイ105の使用が有利であり得る。「一様な厚さ」とは、ストートシート厚変動が平均ストートシート厚の20%以下であることを意味する。いくつかの実施形態において、ストートシート厚変動は平均ストートシート厚の10%以下であることが望ましい。いくつかの実施形態において、堆積面に対するバーナーの相対運動は、厚さが実質的に一様なストートシートを得るように、変調する必要がある。いくつかの実施形態において、厚さが実質的に一様なストートシートを堆積するため、バーナー105を回転ドラムの一方の側から他方の側に往復運動させることができる。上述したように、いくつかの実施形態においてストートシート内の一様な局所ストート密度を得るために、バーナー炎が堆積面に直接に接触する前に堆積面の温度が実質的に一様であることが重要であり得る。ドラムの堆積面にわたって温度を実質的に一様に制御するため、ドラムを、内側または外側から、加熱または冷却することができる。下流のプロセス工程におけるドラムの堆積面からのストートシートの分離を容易にするためには、ストート粒子の温度及び堆積面の温度が、ストート粒子が溶融してストート堆積面に永続的に接合するほどには高すぎないことが望ましい。一般に、ストート粒子が堆積されているときのス

30

40

50

ースト粒子の平均温度が高くなるほど、ストート粒子が相互に結合して緻密で強靭なストートシートが形成される可能性が高くなる。

【0084】

ストートシートの高スループットを得るため、いくつかの手法、(i)回転ドラムの回転の角速度を高める、(ii)(円柱ドラムの直径のような)回転ドラムの断面の寸法を大きくする、(iii)回転ドラムの有効長を大きくする、及び(iv)より多くのストート粒子を供給するために複数のバーナー(さらには複数のバーナーアレイ)を使用する、を単独で、あるいは様々な組合せで、用いることができる。

【0085】

図3を参照すれば、2台のバーナー(または2基のバーナーアレイ)105及び106が回転ドラムの堆積面上に2つのストート層109及び110を堆積している。いくつかの実施形態において、2つのストート層109及び110は基本的に同じ化学組成及び同じ、平均ストート密度、平均ストート粒径、等のような、物理特性を有することが望ましい。この目的のため、バーナー105及び106は実質的に同等であり、実質的に同じ組成の2本のストート流を供給することができる。バーナー105がドラムの堆積面と直接に接する基ストート層109を形成するために堆積されるストート粒子を供給する。引き続いて、バーナー106が、厚さが同じかまたは異なるストート層109を覆う付加層110を形成するために堆積されるストート粒子を供給する。層109及び110は合わせてストートシートを形成する。いくつかの実施形態において、2つの層109及び110は異なる化学組成を有することが望ましい。例えば、それぞれの層は異なるドーパントがドープされたシリカ粒子からなることができる。いくつかの実施形態において、2つの層109及び110は、化学組成は基本的に同じであるが、平均ストート密度、平均ストート粒径、等のような、物理特性は異なることが望ましい。そのような相異なる層109及び110は合わせて、様々な応用に用途があり得る、複数の副層をもつストート層を形成する。図3は2層だけの実施形態を示しているが、これと同じ設計方針を適用することでさらに多くのストート層をもつストートシートを作製することができる。そのような複層構造は、異なるストート粒子を断続的に供給する単一のバーナー(またはバーナーアレイ)により、あるいはドラムの堆積面に対するバーナー(またはバーナーアレイ)の相対運動を慎重に変調することにより、達成することもできると考えられる。複数のストート粒子層が望ましく、隣接層間の交叉汚染が回避されることが望ましい場合、様々な層を供給する複数のバーナーが作動時には物理的に隔てられることが望ましい。そのような物理的隔離は、とりわけ、(i)バーナーの移動の変調、(ii)異なる時間間隔でのバーナーの動作及び(iii)1つのストート流のストート粒子が別のストート流に入ることを防止するためのバーナー間の物理的隔壁の適用、によって達成することができる。

【0086】

本発明のいくつかの実施形態において、回転ドラムの堆積面上に形成されたストートシートは、堆積プロセスが完了するまで、堆積面上にとどまることができる。すなわち、所望の長さ、幅及び厚さをもつストートシートが堆積面上に形成された後、バーナーを停止することができ、そのように形成されたストートシートを堆積面から剥離することができる。あるいは、本発明のいくつかの別の実施形態において、以下でさらに詳細に説明されるように、形成されたストートシートの一部を回転ドラムの堆積面から連続的に剥離し、連続的に堆積面から引き離すことができる。本明細書に用いられるように、「剥離する」は分離をおこさせることを意味する。

【0087】

堆積面上のストートシートの初期形成には、ストート粒子が堆積面とある程度接合することが必要である。しかし、上述したように、ストート粒子と堆積面の間の接合が強すぎると、堆積面からのストートシートの剥離が困難になり得る。堆積面と堆積面上に堆積されたストートシートの間の限定された接合形成は堆積面からのストートシートの剥離を容易にするに役立つ。いくつかの実施形態において、ストートシートが堆積面に熱膨張係数(CTE)とは異なるCTEを有し、温度勾配によって生じる応力により剥離が自発的におこり得る場合

10

20

30

40

50

には、ストート粒子が堆積されてストートシートを形成する箇所とストートシートが堆積面から剥離される箇所の間の温度勾配によって接合を弱めることができる。いくつかの別の実施形態において、堆積面からのストートシートの剥離を誘発、開始または補助するために、いくつかのツール（ストートシート剥離具）及び／または方法を用いることができる。ストートシート剥離具の例には、ナイフ、鑿、切断ワイアまたは切断糸、あるいはガス流があるが、これらには限定されない。ガス流（ガスジェット）107はいくつかの実施形態において、ストートシート及び／または堆積面を冷却または加熱して、界面における熱応力の誘起または応力の所望の範囲内への維持、及び堆積面の清浄化を、全て同時に得ることから、有利であり得る。ガスジェットの別の利点は、ガスジェットの圧力を調整することでストートシートにかかる機械力を調節することができ、ガスジェットの方向及び大きさを選ぶことで力がストートシートに向けられる箇所を正確に定めることができる。ガスジェットに加圧空気流が用いられる場合、ガスジェットはエアナイフと呼ばれることがある。

【0088】

ストートシートは、ドラムが回転している間、または静止している間に、ドラムの堆積面から剥離することができる。本発明のいくつかの実施形態において、ストートシートが堆積面から剥離されて取り外されるときにドラムは静止したままであり、剥離プロセスはストートシートの第1の末端及び第2の末端のいずれかからまたは両方から開始される。そのような実施形態においては一般に、ストートシートを堆積面から徐々に剥離できるように、ストートシートと堆積面の間の界面においてストートシートに機械力がかけられる。いくつかの別の実施形態において、ストートシートが堆積面から剥離されて取り外されているときにドラムは回転し、堆積面から剥離された直後のストートシート部分は、堆積面から巻きほどかれるかのような連続態様で堆積面から引き離される。そのような実施形態において、剥離が行われる箇所に向けられるガスジェットは、剥離を補助するために有利に用いられ得る。そのような実施形態において、堆積面に対するストートシートの相対運動方向は実質的に湾曲堆積面の接線方向であることが一般に望ましい。「実質的に接線方向」とは、堆積面に対するストートシートの相対運動方向が剥離箇所における湾曲面の接線方向の10°以内であることを意味する。ストートシートの運動を実質的に接線方向に維持することによって、ストートシートの破壊を生じ得るであろう、剥離箇所においてストートシートにかかる応力を減じることができる。

【0089】

したがって、図1, 2及び3に示し、上で説明したように、本発明のいくつかの実施形態において、工程(C)後に、

(D) ドラムが回転している間に、ストートシートの一部を堆積面に付けたまま、ストートシートの一部を堆積面から剥離した直後に堆積面から引き離す工程、
を実行することが可能である。

【0090】

図1, 2及び3に示されるように、本発明のいくつかの実施形態において、工程(B)と工程(D)を同時に実行して、多数の回転にわたってドラムの回転を実質的に中断させないまま、細長いストートシートの連続作製を可能にすることもできる。そのような連続プロセス実施形態は特に有利である。そのような実施形態により、中断させることなく、ストートシート及びガラスシートの長いリボンの連続生産が可能になる。

【0091】

いくつかの実施形態において、特にストートシート及び／または焼結ガラスシートの長いリボンの連続生産を含む実施形態において、上記工程(D)が実行されているときの剥離後の堆積面からのストートシートの連続引離しは何らかのストートシート誘導具によって誘導されることが有利である。本発明のいくつかの実施形態において、ストートシート誘導具はストートシートの主表面に直接に接し、ストートシートが移動するときのストートシートのための支持及び誘導を提供する。いくつかの別の実施形態において、ストートシート誘導具はストートシートの両主表面に直接に接する複数の部材を有する。ストートシート厚は一般に主表

10

20

30

40

50

面の寸法よりかなり小さいから、ストートシート誘導具は、ストートシートの移動に有意な誘導及び／または力を提供するために主表面に直接に接して配置されることが望ましい。ストートシートの高い表面品質を維持し、ローラーのようなストートシート誘導具による汚染及び搔き傷形成を避けるため、ストートシート誘導具 111, 113, 405 はストートシートの主表面の実質的に周辺領域だけに直接に接して配置されることが望ましい。「主表面の周辺領域」とは、主表面の（上で定義した）縁端に近い領域を意味する。そのような実施形態のいくつかにおいて、そのような複数の部材はストートシートをクランプする。ストートシート誘導具はいくつかの実施形態において能動とすることができます。すなわち、ストートシート誘導具は、ストートシート誘導具がストートシートを所望の方向に移動させる力の一部を与えるように、ストートシートによって与えられるのではない外力によって駆動される。いくつかの実施形態において、ストートシート誘導具は受動とすることができます。すなわち、ストートシート誘導具はストートシート誘導具と接しているストートシートからの力以外の外力では駆動されず、ストートシート誘導具のいずれの部材の運動に必要なエネルギーもストートシート誘導具が直接に接しているストートシートによって与えられる。本発明のいくつかの実施形態において、ストートシート誘導具はコンベアベルトを含む。いくつかの実施形態において、ストートシート誘導具は誘導ローラーを含む。

10

20

30

40

50

【0092】

堆積面から剥離されて運び去られるストートシートは、ストートシート分割機を用いることで個別により小さなストートシート片に切り分けることができる。様々な切断機及び方法をストートシートを分割するために用いることができる。いくつかの実施形態において、レーザ切断が特に有利である。そのようなストートシート片は次いで、そのまま使用することができ、あるいは、以下でさらに詳細に説明されるような焼結を含むがこれには限定されない、下流処理をさらに施すことができる。望ましい場合には、ロールになったストートシートの隣接表面間に配される、紙、布、等のような、スペーサ材を用いるかまたは用いずに、ストートシートを巻き取ってストートシートロールにすることも可能である。望ましい場合には、下流での使用のためにストートシートを個片に切断する前に、またはストートシートを巻き取ってロールにする前に、ストートシートの周辺領域を、いくつかの実施形態においてはいずれの周辺領域も、除去することができる。この場合も、とりわけ、レーザ切断を縁端除去に有利に用いることができる。

【0093】

焼結ガラスシートが望ましい場合、本発明にしたがって形成されたストートシート、またはその一部を、ストートシートのストート粒子が緻密化されたガラスシート片に転換される焼結温度にストートシートが加熱される、焼結工程（E E）にかけることができる。工程（D）が実施される場合、焼結ガラス片を得るため、引き続いて、

（E）引き離されているストートシートの少なくとも一部を順次に焼結温度にさらすことによってストートシートのその部分を緻密ガラスに焼結する工程、
が実施されることが望ましい。

【0094】

したがって、連続的に移動しているストートシートはいくつかの実施形態において本発明の装置の焼結ゾーン 193 に送り込むことができ、焼結ゾーン 193 においてストートシートの少なくとも一部は、ストートシートのその部分を緻密ガラスに転換するに十分な温度に十分な時間加熱される。当業者であれば、とりわけ、ガラスの組成、最終ガラスの所望の品質及びプロセスのスループットに応じて、適切な焼結温度及び焼結時間を決定することができる。例えば、高純度シリカのストートシートを焼結するには、焼結温度は 1000 ~ 1600 であることが一般に望ましく、一実施形態においては 1400 ~ 1600

である。当業者には一般に知られているように、焼結段階中、ストートシートを形成しているストート粒子は粒界においてより多くの化学結合を形成することができ、この結果、より大きな、連続ガラス網状組織が生じる。いくつかの実施形態において、焼結の結果、空孔及び気泡が実質的に存在しないガラス材が得られる。

【0095】

本発明のいくつかの実施形態において、得られる焼結ガラスが、とりわけガラスシートにかかる重力による、有意な垂れを生じないような態様で焼結が行われることが望ましい。重力による垂れを避けるための一手法は、焼結中、ストートシートを実質的に垂直な位置に、すなわち、ストートシートにかかる重力がシートの主表面に基本的に平行である位置に、置くことである。もちろん、正確な垂直位置からの若干の、例えば $\pm 15^\circ$ まで、一実施形態では $\pm 10^\circ$ まで、一実施形態では $\pm 5^\circ$ までの、偏りは許され、「実質的に垂直」の意味の範囲内にあると見なされるべきである。焼結中のガラスの垂れを軽減する別の手法は、ストートシート及び／またはガラスシートにかけて張力を印加することである。そのような張力は、クランプローラー 111, 135, 405 及び／またはクランプ型コンベアベルトのような、ストートシート誘導具によって印加することができる。一般に、焼結プロセス中、ストートシートの構造の圧密のため、焼結が進むにつれてストートシートの密度は高くなる。ストートシートにかけて張力が印加されなければ、シートは収縮するであろう。したがって、焼結中のストートシートへの張力印加により、焼結ゾーン 401 全体を通して間隔が基本的に一定のクランプ型誘導具によって張力が印加される場合は特に、ストートシートの薄化も生じ得る。焼結中にストートシートに張力が印加されれば、実質的に水平な位置、上述したような実質的に垂直な位置、またはこれらの 2 つの位置の中間の傾斜位置にストートシートを置くことができる。張力は重力の効果に対抗して、焼結中のストートシート及び／またはガラスシートの垂れ発生を防止する。

10

20

30

【0096】

いくつかの実施形態において、ストートシートの焼結の結果得られたガラスシートの少なくとも大半は主表面において、表面波打ちが小さく、表面粗さが小さく、基本的に搔き傷がないという、高い表面品質を有することが極めて望ましい。そのような高表面品質は、例えば LCD ディスプレイ基板に、特に有益である。高品質表面の上述した属性の 1 つ以上を得るため、いくつかの手法を適合させることができる。例えば、この目的のため、焼結されるストートシートの少なくとも一方（いくつかの実施形態においては両方）の主表面の大部分（50%、いくつかの実施形態では少なくとも 60%、いくつかの別の実施形態では少なくとも 70%、いくつかの別の実施形態では少なくとも 80%、いくつかの実施形態では少なくとも 90%、いくつかの別の実施形態では少なくとも 95%、いくつかの別の実施形態では少なくとも 98%）が固体物に直接接触せずにガスまたは真空にさらされることが望ましい。主表面をガスまたは真空にさらしながらの焼結は、ストートシート表面上の表面欠陥部分を、もしあれば、回復させることができ、高品質表面の上述した属性の 1 つ以上を有するガラスシートを作製することができると考えられる。したがって、いくつかの実施形態において、焼結中にストートシートの移動は上述したストートシート誘導具（111, 113, 405）によって誘導され、ストートシート誘導具は実質的に主表面の縁端領域だけに接することができる。さらに、焼結ガラスの表面品質はストートシートの表面上に取り込まれる、周囲雰囲気中の粒子のような、汚染物の影響を受け得る。したがって、クリーンルームのような、清浄環境が焼結ガラスシートの表面の品質の向上に役立ち得る。

40

【0097】

ストートシートを焼結温度に加熱するために様々な加熱源を用いることができる。電気抵抗加熱及び誘導加熱を、いずれも周囲雰囲気の組成を変えず、また周囲雰囲気を様々なガラス材の生産の要件を満たすように個別かつ独立に調整できるから、有利に用いることができる。ストートシート及び焼結中のガラスシートの熱履歴は、最終緻密ガラスの厚さ、ガラスの組成、最終ガラスの組成一様性及び最終ガラスの（屈折率、複屈折、等のような）物理特性の一様性に影響を与える。したがって、一様な組成及び／または特性が焼結ガラスに望まれる場合、焼結を受けるストートガラス、またはその一部には、焼結工程中に実質的に一様な焼結温度がかけられることが望ましい。誘導加熱及び電気抵抗加熱は実質的に一様な焼結温度を得るために有利に用いることができる。いくつかの実施形態において、図 1 及び 4 に示されるように、ストートシートは主表面の両側から加熱されることが極めて望ましい。

50

【0098】

いくつかの実施形態において、焼結が行われる加熱室は、熱伝達を向上させるため並びに装置のコンポーネント及び／またはガラス材料の酸化を防止するため、N₂，Ar，Ne，これらの混合気、等のような不活性ガスで満たされる。

【0099】

焼結工程が実施されている間、ストートシートはいくつかの実施形態において、特にストートシートがその全体が焼結される個別ストートシートである場合、焼結ゾーン内部に静止保持することができる。焼結ゾーンでストートシートの全体を同時に焼結するにはストートシートが大きすぎる場合には、ストートシートをステップアンドリピート様で、すなわち、ストートシートの一部を初めに焼結し、続いて別の部分を焼結する様で、焼結することができる。本発明の別のいくつかの実施形態において、特に工程（D）を含む連続プロセス実施形態において、工程（B）及び（D）の同時実施を含む実施形態においては一層、焼結ガラスの連続生産を可能にする、ストートシートの順次焼結を実施することができるよう、ストートシートの連続焼結ゾーン通過を可能にすることができる。

10

【0100】

図4は本発明の一実施形態にしたがう装置の焼結ゾーン401の断面を簡略に示す。ストートシート403が所定の位置に置かれ、ストートシート誘導クランブルーラー405によって張力がかけられる。矢印A及びA'は、焼結中のシートシートの主表面にローラー405がかける力の向きを示す。焼結ゾーンの外囲器402に配された、抵抗加熱素子または誘導加熱ヒーターのサセプタのような、加熱素子407が高温にされる。加熱素子によって放射される輻射406により、及び／または加熱によって焼結温度に加熱されるガスにより、ストートシートが焼結温度に加熱される。ローラー405の張力印加によって、ストートシートの垂れが基本的に回避または排除される。

20

【0101】

ストートシート、またはその一部が焼結されて緻密ガラスシートになると、緻密ガラスシートを切断機で分割して個片にすることができる。ガラスシートの分割には様々な装置及び方法を用いることができる。いくつかの実施形態において、レーザ切断機が特に有利である。そのような個々の緻密ガラス片は、そのまま用いることができ、あるいはさらに、縁端除去、コーティング、研磨、等のような形成後処理にかけることができる。あるいは、本発明のいくつかの別の実施形態において、焼結ガラスシートの長いリボンを巻取り機で巻き取ってガラスシートのロールにすることができる。紙シート、布、コーティング材、等のような、何らかのスペーサ材をロールの隣接ガラス面間に挿入して、隣接ガラス面間の直接接触を避けることができる。焼結中にストートシートの主表面の縁端領域がクランプされる場合、焼結工程が終わっても縁端領域は焼結されずに緻密ガラスになっていないか、同様に焼結はされても、縁端領域は焼結中に固形物と接触していなかったガラスシートの中央部とは異なる厚さ及び／または表面品質を有することになる可能性が極めて高い。したがって、そのような実施形態においては、ガラスシートが巻き取られてロールにされる場合に、ガラスシートが巻き取られてロールにされる前に縁端領域は除去されることが望ましい。縁端除去には様々な切断機及び方法を用いることができる。いくつかの実施形態において、レーザ切断が特に有利である。

30

【0102】

いくつかの実施形態において、さらなる処理及び／または下流での使用のためにシートを別の場所に搬出する必要がある場合、ガラスシートの主表面の少なくとも1つに保護コーティングが施される。そのようなコーティングは巻き取られてロールにされることになる長ガラスシートに対して有利であり得る。ガラスリボンは巻き取られてロールにされる前に両面にコーティングが施されることが有利である。

40

【0103】

図5は本発明の一実施形態の連続プロセスを簡略に説明するフローチャートである。この図の参照数字は、

501：ストート粒子を供給する工程；

50

503：ストートシートを形成するために回転ドラムの堆積面上にストート粒子を堆積する工程；

505：堆積面からストートシートを剥離する工程；

507：堆積面からストートシート焼結ゾーンにストートシートを移送する工程；

509：焼結部分が緻密ガラスに転換されるようにストートシートの一部を焼結温度にかける工程；

511：ガラスシートの縁端を除去する工程；

513：ガラスシートの主表面上に保護コーティングを施す工程；及び

515：薄く柔軟なガラスシートをガラスシート材ロールに巻き取る工程；

を意味する。

10

【0104】

図1に示される装置の実施形態は、ストート堆積／剥離ゾーン191、焼結ゾーン193及び巻取りゾーン195の3つのゾーンを有する。加熱ゾーン193において、ストートシートを焼結温度に加熱するために熱115がストートシートに印加される。巻取りゾーンにおいて、焼結ガラスシートが巻き取られてロール117にされる。

【0105】

上述したように、本発明の方法及び装置はシリカを高い分率で、例えば、重量でSiO₂を、少なくとも90%、いくつかの実施形態では少なくとも95%、いくつかの実施形態では少なくとも98%、あるいはいくつかの実施形態では少なくとも99%も、含有するストートシート及び焼結ガラスシートの作製に特に適する。本明細書を読んでいる当業者であれば、石英ガラス作製のための火炎加水分解に関する従来技術の教示を本発明に用いるために適合させ得る。

20

【0106】

本発明のいくつかの実施形態にしたがえば、長いガラスリボンのような、柔軟な焼結ガラスシートを作製することができる。厚さが10μm、30μm、50μm、100μmのガラスシートを作製することができる。本発明のいくつかの実施形態において、焼結ガラスシートは10μm～300μm、いくつかの実施形態では10μm～200μm、いくつかの実施形態では20μm～300μm、いくつかの実施形態では20μm～200μm、いくつかの実施形態では30μm～300μm、いくつかの実施形態では30μm～200μm、いくつかの別の実施形態では50μm～200μmの範囲の厚さを有する。ガラスが薄くなるほど、完璧なガラス表面を帯びるガラスの柔軟性は高くなる。そうではあるが、10～100μmの範囲の厚さでハンドリングと柔軟性を良好に両立させることができる。薄く柔軟なガラスシートには多くの有用な用途があり得る。

30

【0107】

以下の非限定的な実施例で本発明をさらに説明する。

【実施例】

【0108】

実施例1：単層ストートシートの作製

シリカを重量で少なくとも99%含む層を本発明にしたがう装置で作製した。それぞれが1インチ(25.4mm)幅の、5台のリニアバーナーをバーナーマニフォールドに取り付けた。これらのバーナーを隣り合わせに一列に配置して、5インチ(127mm)幅の一様なストート流を形成した。バーナーを通って流れるガスには、バーナーの中心線オリフィスに20SLPM(標準状態におけるリットル毎分)のN₂キャリアガスで運ばれるほぼ5g/分のOMCTSを含めた。これらのガスをそれぞれの長さに沿って、ほぼ5SLPMのO₂を供給するO₂オリフィス列で両側を囲んだ。これらのガスの外側にさらに20SLPMのO₂を供給する別の2列のオリフィス列を配した。この2列のオリフィスの外側の、最終オリフィス列でOMCTSを点火するための火炎を供給した。流量は、CH₄を12SLPM、O₂を10SLPMとした。

40

【0109】

堆積ターゲットからほぼ4インチ(101.6mm)離してバーナーを配置した。ターナー

50

ゲットは直径 15 インチ (381 mm) の円柱石英ドラムとした。ドラムの壁厚は 0.25 インチ (6.35 mm) であった。ドラムを表面速度が 1 mm/秒になるように回転させた。リニアバーナーアレイからのストート流をドラムに向け、ほぼ 200 μm 厚で幅 6 インチ (152.4 mm) のストート層をドラム上に堆積させた (ストートシート幅の余分の 1 インチはドラム表面に沿う粒子流による)。バーナーの 5 インチ幅長におけるストートシートの平均密度はほぼ 1.1 g/cm³ であった。この長さの外側のストートの密度は、バーナーの直接堆積ゾーン内ではないことから、低くなつた。高密度に形成された 5 インチ幅ストートシートを、エアナイフで供給される空気流で補助して、ドラムから剥離した。10 インチ (254 mm) 幅のエアナイフ本体を通してほぼ 20 S L P M の空気をエアナイフで供給し、ドラムに向けた。ストート剥離の補助に加えて、エアナイフはドラム温度を一様かつ、約 200 の、低温に保つた。5 インチ幅ストートシートの縁端を手で掴んで、巻取りドラムに向けた。ドラムの直径はほぼ 6 インチとした。5 m のストートシートをドラム上に巻き付けた後に実験を終了した。

10

【0110】

実施例 2：单層ストートシートの焼結

実施例 1 で上述したように、ただし厚さは 60 μm の、ストートシートを作製した。上述したバーナーアレイのバーナーの内の 3 本を用いた。ドラムの回転速度を高め、OMCTS の流量を下げることで、厚さを減じた。バーナー流量、ドラム回転速度及びバーナーからドラムまでの距離を調節することによって、ストートシートの厚さ、密度及び形成速度を変えた。

20

【0111】

焼結実験のため、ほぼ 2 フィート (609.6 mm) 長で 3 インチ (76.2 mm) 幅のサンプルをとった。ストートシートの縁端をサンプルの長さに沿って接触するローラーの間に束縛した。ストートシートを焼結するために熱源を設けた。ストートの温度はほぼ 1500 に達し、ストートシートは緻密化して無色透明の焼結ガラスになった。焼結ガラスの厚さはほぼ 30 μm であった。

20

【0112】

縁端が未焼結の焼結シートを掴み機構から取外し、縁端を裁ち落とした。焼結シートから未焼結ストートを裁ち落とすため、5 ワットのレーザを用いた。シートの長さに沿ってほぼ 3 mm/秒でレーザを移動させた。両縁端を順次に裁ち落としたが、2 台のレーザを同時に用いることができたであろう。

30

【0113】

本発明の範囲及び精神を逸脱せずに様々な改変及び変更が本発明になされ得ることが当業者には明らかであろう。したがって、本発明の改変及び変形が添付される特許請求項及びそれらの等価物の範囲内に入れば、本発明はそのような改変及び変形を包含するとされる。

30

【符号の説明】

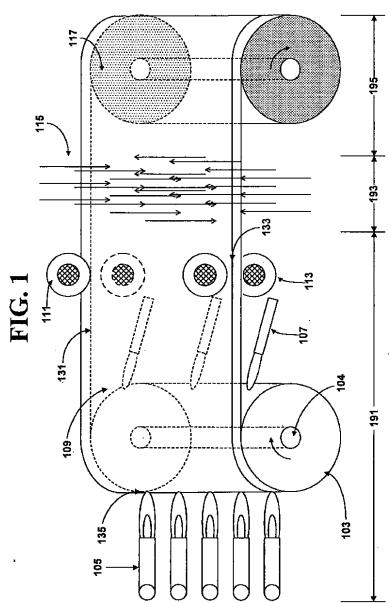
【0114】

- | | |
|----------|----------------|
| 103 | 外周堆積面 |
| 104 | 回転軸 |
| 105, 106 | バーナー |
| 107 | ガスジェット |
| 109, 110 | ストート層 |
| 111, 113 | ストートシート誘導具 |
| 115 | 熱 |
| 117 | ロール |
| 131, 133 | シート縁端 |
| 191 | ストート堆積 / 剥離ゾーン |
| 193 | 焼結ゾーン |
| 195 | 巻取りゾーン |

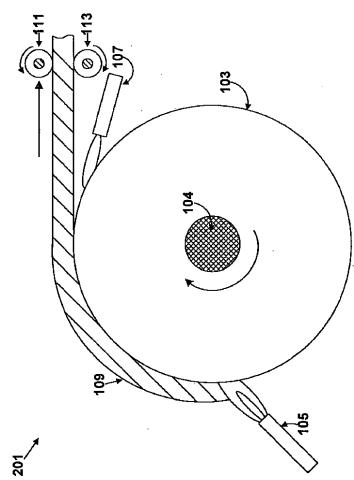
40

50

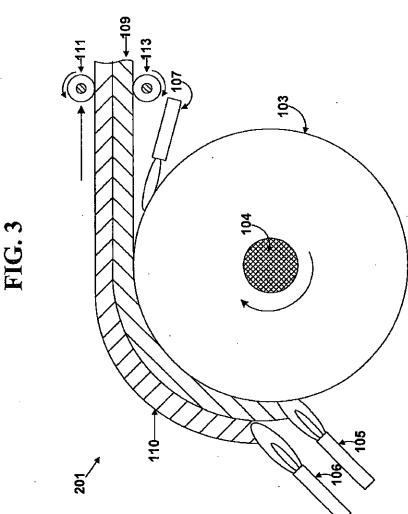
【 义 1 】



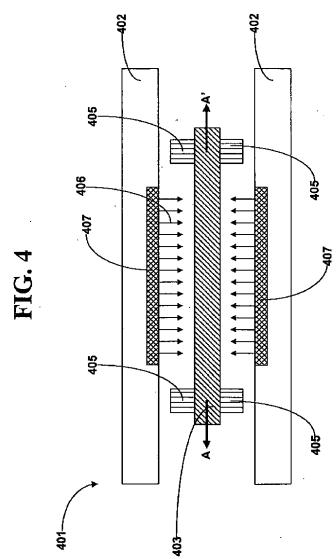
【 図 2 】



【図3】

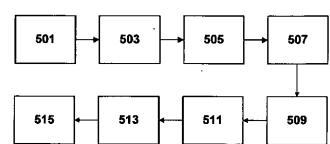


【 図 4 】



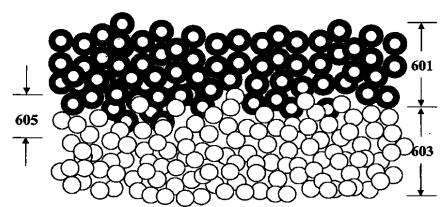
【 図 5 】

FIG. 5



【図6】

FIG. 6



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/005171

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C03B19/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, INSPEC, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 09 286621 A (TOSHIBA CERAMICS CO) 4 November 1997 (1997-11-04) paragraphs [0010] - [0014], [0016]; figures 1,2,4	1-45
A	US 2004/007019 A1 (KOHLI JEFFREY T [US]) 15 January 2004 (2004-01-15) paragraphs [0036] - [0038], [0041], [0043], [0044]; figures	5,25,26, 31-34,39

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

Date of mailing of the International search report

3 July 2008

11/07/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Creux, Sophie

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2008/005171

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 9286621 A	04-11-1997	JP 3687932 B2	24-08-2005
US 2004007019 A1	15-01-2004	NONE	

フロントページの続き

(51) Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

C 0 3 B 20/00 J
G 0 2 F 1/1333 5 0 0

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 ホートフ, ダニエル ダブリュ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14830 コーニング ノース ロード 10427

F ターム(参考) 2H090 JA09 JB02 JD15

4G014 AH14 AH15 AH21 AH23