

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5096141号

(P5096141)

(45) 発行日 平成24年12月12日(2012.12.12)

(24) 登録日 平成24年9月28日(2012.9.28)

(51) Int.Cl.

F I

C O 3 B 8/04 (2006.01)

C O 3 B 8/04 P

C O 3 B 20/00 (2006.01)

C O 3 B 20/00 E

請求項の数 19 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2007-521889 (P2007-521889)	(73) 特許権者	501284734
(86) (22) 出願日	平成17年7月19日 (2005.7.19)		ヘレウス・テネボ・ゲゼルシャフト・ミッ
(65) 公表番号	特表2008-506626 (P2008-506626A)		ト・ベシュレンクテル・ハフツング
(43) 公表日	平成20年3月6日 (2008.3.6)		ドイツ連邦共和国、63450 ハナウ、
(86) 国際出願番号	PCT/EP2005/007864		クアルツストラッセ 8
(87) 国際公開番号	W02006/008139		Quarzstrasse 8, 634
(87) 国際公開日	平成18年1月26日 (2006.1.26)		50 Hanau, Federal R
審査請求日	平成20年3月28日 (2008.3.28)		epublic of Germany
(31) 優先権主張番号	102004035086.8	(73) 特許権者	000190138
(32) 優先日	平成16年7月20日 (2004.7.20)		信越石英株式会社
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		東京都新宿区西新宿1丁目22番2号
		(74) 代理人	100110423
			弁理士 曾我 道治
		(74) 代理人	100084010
			弁理士 古川 秀利

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石英ガラス製中空シリンダーを製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

長軸の周りに回転する支持体の外表面への  $\text{SiO}_2$  粒子の堆積により中央内孔を有する多孔質スート管を製作し、該スート管を炉中で加熱および焼結することにより、石英ガラス製中空シリンダーを製造する方法であって、該スート管が、該内孔中に突出する細長い成形部品を備える保持装置により支持され、該中空シリンダーを形成する際、該スート管が該細長い成形部品上に落ち込み、焼結が進行する際、該スート管(1)の該内孔(9)中のより低い内圧と、該内孔(9)の外側且つ該炉の内側にかけているより高い外圧との間に、圧力差を、少なくとも一時的に、発生させ且つ維持することであって、第1の焼結段階では、該スート管(1)が第1のガス透過性を有し且つ該外圧を低く維持し、第2の焼結段階では、該スート管(1)が該第1のガス透過性よりも低い第2のガス透過性を有し且つ該外圧を上昇させることを特徴とする、石英ガラス製中空シリンダーの製造方法。

【請求項 2】

前記細長い成形部品が、前記内孔(9)中に突出しガス透過壁を有する内管(3)であり、前記内孔(9)中におけるより低い前記内圧が、該ガス透過壁を介する吸引により維持されていることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記内管(3)のガス透過壁が、少なくとも  $10^{-2} \text{ cm}^2 / \text{秒}$  の  $\text{DIN 51935}$  による透過係数を有することを特徴とする請求項2に記載の方法。

**【請求項 4】**

多孔質ガス透過材料からなる内管（３）が使用されることを特徴とする請求項 2 または 3 に記載の方法。

**【請求項 5】**

前記材料がグラファイトもしくは C F C であることを特徴とする請求項 4 に記載の方法。

**【請求項 6】**

前記内管（３）が、3 ～ 15 mm の範囲の壁厚および 10 ～ 25 % の範囲の開放気孔率を有することを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の方法。

**【請求項 7】**

前記スート管（１）が、初期流動抵抗を有し、前記スート管（１）の該初期流動抵抗よりも小さな流動抵抗を有する内管（３）が使用されることを特徴とする請求項 2 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 8】**

前記スート管（１）が、スート管（１）の長さにより実質的に均一な温度場が生成されるように等温加熱により焼結されることを特徴とする請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 9】**

前記内孔（９）の外側且つ前記炉（２）の内側に窒素を導入することにより、前記外圧を上昇させることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 10】**

前記スート管（１）が、前記第 1 の焼結段階において、ドーブもしくは精製ガスに曝され、前記第 2 の焼結段階において、該ドーブもしくは精製ガスとは異なる圧力ガスに曝されることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 11】**

前記スート管（１）が、連続的にスート管（１）を供給していくことにより焼結され、一端で始まり、炉（２）中において設けられた加熱領域（３３）に向かい、その中で該スート管をゾーン毎に焼結していくことを特徴とする請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 12】**

前記スート管（１）が、その一端で第 1 の保持部品（４）に固定され、そのもう一端で、第 2 の保持部品（５）に固定され、第 1 の保持部品（４）と第 2 の保持部品（５）との間の保持部品間距離が、焼結時に調整可能であることを特徴とする請求項 1 ～ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 13】**

前記内孔（９）が、栓（４、５）により密封されることを特徴とする請求項 1 ～ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 14】**

前記栓（４、５）が、両側においてスート管（１）に固定され、保持部品として働くことを特徴とする請求項 13 に記載の方法。

**【請求項 15】**

前記保持部品間距離が、焼結時に変動されることを特徴とする請求項 12 に記載の方法。

**【請求項 16】**

前記内孔（９）の外側且つ前記炉（２）の内側において、精製剤もしくはドーパントを含有する大気生成されることを特徴とする請求項 1 ～ 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

**【請求項 17】**

前記内圧が 1 ミリバール以下に設定され維持されることを特徴とする請求項 1 ～ 16 のいずれか 1 項に記載の方法。

10

20

30

40

50

## 【請求項 18】

前記内圧と前記外圧との間の圧力差が、1ミリバール～200ミリバールの範囲で設定されることを特徴とする請求項1～17のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 19】

20mm～45mmの範囲の内径を有する中空シリンダーが得られることを特徴とする請求項1～18のいずれか1項に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、石英ガラス製の中空シリンダーを製造する方法に関し、これは、長軸の周りに回転する支持体の外表面へSiO<sub>2</sub>粒子を堆積させて中央内孔を有する多孔質スート管を製作し、該スート管を炉中で加熱および焼結させることにより、石英ガラス製の中空シリンダーを製造する方法であって、該スート管が、該内孔中に突出する細長い成形部品を備える保持装置により支持され、該中空シリンダーを形成する際、該スート管が細長い成形部品上に落ち込む。

10

## 【0002】

更に、本発明は、内孔を有する多孔質スート管を焼結させるための炉、該スート管を加熱および焼結させるための加熱装置、該スート管を鉛直方向に該炉中で保持するための保持装置、および該内孔中に突出し且つガス透過壁を有する細長い内管であって、石英ガラス製の中空シリンダーを形成する際、該スート管がこの上に落ち込む内管を備える装置に

20

## 【背景技術】

## 【0003】

合成石英ガラス製の中空シリンダーは、光ファイバー（繊維）用プレフォームを調製するに当たっての中間製品として使用される。いわゆる「スート法」においては、これらの製造がSiO<sub>2</sub>粒子の多孔質ブランク（ここでは、「スート体」もしくは「スート管」と呼ぶ）の形成を伴う堆積プロセスおよび該スート体をガラス化させるための焼結プロセスを含む。

## 【0004】

独国特許第19736949C1は、「OV D (Outside Vapor Deposition) 法」に従い管状スート体を生産するための方法を開示する。この方法において、細かなSiO<sub>2</sub>粒子が、火炎加水分解バーナーにより、SiCl<sub>4</sub>の火炎加水分解により形成され、層毎に、支持棒の外表面に堆積され、この支持棒は、旋盤中で両端が把持され、その長軸の周りに回転する。該堆積プロセスの結果はスート管であり、その内孔は、該支持棒の外側輪郭に相当する。該支持体棒は、例えば、酸化アルミニウム、グラファイトもしくは石英ガラスからなる。

30

## 【0005】

できるだけ大きな内径に対する外径の比を有する中空シリンダーがしばしば望まれる。最も簡単な場合、これは、できるだけ小さな内孔およびできるだけ大きな外径を有するスート管により達成されよう。しかしながら、機械的負荷能力および該支持棒の耐熱性ならびに該堆積効率が、限定要因となってしまう。一方において、小さな内孔を残すために、該支持棒はできるだけ小さな外径を持つべきである。しかしながら、該堆積プロセス開始時に該支持棒の外径が小さいほど、該堆積効率は低くなる。もう一方において、該支持棒は、該スート管の重量を支えなければならず、これは容易に数百キロを超え得、該堆積プロセスの間の数時間、高い熱的負荷に耐えねばならない。これは、対応する支持棒が機械的に安定、つまり通常は太いことで、破壊もしくは撓みを防ぎ、適切な堆積効率を達成するために、重いスート管の製造に不可欠な理由である。

40

## 【0006】

該スート体のための焼結操作は、「ガラス化」とも呼ばれ、例えば、欧州特許出願公開第701975A1において記載され、上述したタイプの装置をも開示する。該支持棒が

50

、該内孔から除去された後、該スート管がガラス化炉中に導入され、その中で保持装置により鉛直方向に保持される。該装置は保持棒を備え、この保持棒は、上から該スート管の内孔を通して伸び、保持基部に接続され、この保持基部上で該スート管が、その下端で立っている。該保持棒は、炭素繊維強化グラファイト（ＣＦＣ）からなり、該スート管の内孔領域において、純粋なグラファイト製のガス透過被覆管により包まれる。ガラス化の間、該スート管は、グラファイト製の該被覆管上に落ち込み、捕捉されたガスが該ガス透過被覆管を通してその内側に逃げるができる。異なる内径を有するガラス化中空シリンダーは、該被覆管の厚さを変動させることにより、該保持棒の外径から独立して製作され得る。

【０００７】

10

該スート管の落ち込みの間、該被覆管と該スート管内壁との間のギャップの幅が、決定的になってくる。幅広いギャップは、該スート管を、該被覆管上への収縮から守り、結果的に焼結後、該中空シリンダー中において如何なる不確定な内径をも与える。更に、制御不可能な可塑変形が起きることがある。これは、脈理形成によりなされることがあり、これは総合的に、該内孔および該ガラス化中空シリンダーの質を損ない、この方法のステップの再現性の減少にも関与する。これは、被覆管が通常、該スート管の内管をできるだけ沢山埋めて使用される理由である。得られる中空シリンダーの内孔は、該被覆管の外径よりも小さくなり得ない。

【０００８】

これゆえ、小さな内径もしくは内径に対する外径の大きな比を有する中空シリンダーの、経済的で再現性ある生産を可能にする方法は全く知られていない。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００９】

これゆえ、本発明の目的は、スート法を通じて、狭い内孔を伴う石英ガラス製の中空シリンダーが得られる経済的な方法を指し示すことである。本発明の更なる目的は、本方法を実施するに当たり適した装置を提供することにある。

【００１０】

本方法に関して、この目的は、上で指し示された方法から出発して、焼結時に、圧力差が少なくとも一時的に発生され、該スート管内孔中で優勢なより低い内圧と、該内孔の外側にかかるより高い外圧との間で維持される本発明に従い達成される。

30

【課題を解決するための手段】

【００１１】

本発明の方法において、圧力差が、該内孔中で優勢な内圧と、まだ多孔質スート管の焼結の間の外圧との間で発生される。ここで、該多孔質スート管のガス透過性が、該内圧と該外圧との間での恒常的な圧に関する補償を促進することを心に留めておかねばならないが、これは、該内孔からガスを連続的に吸い取ることにより弱められなくてはならない。これゆえ、この圧力差の発生および維持は、該内孔の開放面の密封と、該内孔の連続的もしくは断続的吸引との両方を必要とする。加えて、上昇した圧を、その外側から、焼結されるスート管にかけることも可能である。

40

【００１２】

該内孔の落ち込みの間の圧力差の発生および維持が、この変形プロセスを安定化させ、不確定な可塑変形を抑えたり防ぐことも見出されている。

【００１３】

焼結時、該スート管が、該内孔中に突出する成形部品上に収縮し、こうして、該成形部品が、該ガラス化中空シリンダーの内側の輪郭および孔直径を画定する。特に該成形部品と該スート管の内壁との間の幅広いギャップ、これゆえ、該内孔の落ち込みの間の必ず強い可塑変形のために、該成形部品は、予め決められた小さな孔直径の形成に不可欠である。

【００１４】

50

本発明の方法はこれにより、該スート管のそれから実質的に独立して、該ガラス化中空シリンダーの外径を調整すること、特に、内径が該支持体の外径よりも遙かに小さなこのような中空シリンダーをも生産することを可能にする。

【0015】

本発明の方法の有利な副効果は、ガラス化中空シリンダーが、異なる外径を有する標準的スート管から生産され得ることであり、これは、別に必要とされる該支持体のタイプのばらつきを抑え、保管を簡素化する。

【0016】

ヘリウムもしくは真空中でのSiO<sub>2</sub>スート管のガラス化もしくは落ち込みが一般的に知られている。比較すると、本発明によれば、圧力差が、内圧と外圧との間に発生され且つ維持され、該内孔中に設置された成形部品の外側輪郭により予め決められる小さな内径を有する石英ガラス製の中空シリンダーを生産することを狙いとしている。

【0017】

有利には、該成形部品は、内孔中に突出し且つガス透過壁を有する内管であり、該内孔中のより低い内圧が、該内管のガス透過壁を介する吸引により維持されている。

【0018】

該内管は、該ガラス化中空シリンダーの内径を画定する成形部品として働くだけでなく、該内孔のための一部の吸引操作をも形成する。この圧力差を発生させ且つ維持するために、ガスが、該内管のガス透過壁を経由し、そしてそこから該内管孔経由で、該内孔から吸い取られる。該内管のガス透過壁のガス透過性は、該スート管が既に所々で該内管上に落ち込んでいる時には、該内孔長全長に亘り、該吸引作用の効果さえも可能にする。これは、いわゆる「ポケット」に至ることがあるガスの包含を防ぐ。

【0019】

これに関連して、該内管のガス透過壁が、少なくとも $10^{-2} \text{ cm}^2 / \text{秒}$ のDIN 51935による透過係数を有する場合、有用になる。

【0020】

該透過係数は、該壁両側での圧勾配による、ガス状物質に関する層の透過性の測定値である。該係数の決定に関して、種々の方法が知られている。上で指し示された下限は、DIN 51935による決定方法に従う。該下限 $10^{-2} \text{ cm}^2 / \text{秒}$ を下回る透過係数を有する内管は、この高いガス流動抵抗により、適度に低い内圧を該内孔中で発生させ且つ維持することをより難しくする（特に、更なるガスがこの場所において、焼結により放出される場合）。該内管の透過係数は、その必要な機械的強度により、上が限定される。

【0021】

ガスにタイトな材料からなる内管が使用される場合、該内管の必要なガス透過性は、該内管のガス透過壁中に開口部を形成することにより設定され得る。該内管のガス透過壁中の開口部を製作するための製造努力は、多孔質ガス透過材料製の内管が使用される好ましい手順において避けられる。

【0022】

グラファイトおよびCFCが、この目的に適切な材料である。

【0023】

これらの材料は、標準焼結温度において熱的に安定であり、石英ガラスに対して不活性である。グラファイトおよびCFC製の管が高純度で得られ、異なる多孔性を有する。

【0024】

該内管が、3 mm ~ 15 mmの範囲の壁厚および10% ~ 25%の範囲の開放気孔率を有する場合は有利である。

【0025】

薄い壁および高い多孔率が、該内管の特に高いガス透過性を与え、これが、最小内圧の場所への顕著なガス流に至ることがある。このようなガス流は、焼結時に望まれる温度プロファイル設定に対する障害であることがあり、特に、該スート管の長さにより均一な温度プロファイルが望まれる場合であり、等温焼結のような場合である。厚い壁および低い

10

20

30

40

50

多孔性が、不適切な吸引および該内管の周りのガスによるクッション形成に至ることがあり、これは、該内管上への該スート管の様な落ち込みをより難しくすることがある。

【0026】

特にこの理由により、該スート管の初期流動抵抗よりも小さな流動抵抗を有する内管の使用が好ましい。

【0027】

該スート管の流動抵抗は、該焼結プロセス途中において減少していくガス透過性に連れ増加する。これゆえ、該焼結プロセス開始時の初期流動抵抗は、予期される該スート管の最小の流動抵抗に対応する。該スート管と該内管との間のガスクッション形成は、信頼できるやり方で、更により小さな流動抵抗を有する内管の使用により防ぐことができる。

10

【0028】

本方法の第1の好ましい変法において、該スート管は、該スート管の長さに亘り実質的に均一な温度場が生成されるように等温加熱により、焼結される。

【0029】

このプロセスにおいて、そのガラス化前線は該スート管全長に亘り、その外側からその内側に移動し、これが、短い焼結プロセスに至る。

【0030】

該スート管がより高いガス透過性を示す第1の焼結段階において、より低い外圧が維持される場合、および、該スート管がより低いガス透過性を示す第2の焼結段階において、該外圧が上昇される場合、該焼結プロセスの更なる加速が達成される。

20

【0031】

第1の焼結段階の間、該スート管が、できるだけ低いガスの圧に曝され、ガスの取り込みおよびガラス化された材料中での気泡形成を防ぐ。これが、この多孔質スートが、好ましくはガス相と、もしくは、ヘリウムのような、石英ガラス中に急速に拡散していくガスを含むガス相と、低圧（真空）下に接触される理由である。第2の焼結段階への移行は、該内圧を測定していくことにより決められ得、これは、該スート管壁の減少していくガス透過性と共に、該内孔中での連続的吸引により、より低い圧が設定されるからである。第2の焼結段階の間、該スート管の既に固まった外壁が、より高い外圧に曝され、結果的に、該内圧に対して相対的により大きな圧力差を与え、これが、このために危険に曝されている壁中へのガスの取り込みの促進なく、落ち込みプロセスを加速させる。

30

【0032】

特に好ましくは、該外圧は、この焼結段階において、窒素を該内孔外側の炉中に導入していくことにより上昇される。

【0033】

石英ガラス中での窒素の拡散に関する拡散係数は比較的小さく、それで、窒素で満たされた気泡は、ガラス中で崩壊し、非常にゆっくり溶融する。この軟化された石英ガラス中への窒素の取り込みはこれゆえ、できるだけ避けられなければならない。しかしながら、この焼結段階における該スート管の外壁部分のより低いガス透過性により、如何なる窒素の有意な不拡散のリスクもない。まだ多孔性でありこの点においてこのように危険に曝されている該スート管内壁が、該窒素との接触から守られているのは、該内孔が閉じられているからである。ヘリウムの代わりに窒素の使用により与えられる利点は、そのより低い熱伝導性およびそのより低い価格であり、前者は、その過熱帯（ゾーン）外側の炉の領域の望まれない過熱に反作用する。

40

【0034】

該スート管が、第1の焼結段階において、ドーブもしくは精製ガスに、第2の焼結段階において、該ドーブもしくは精製ガスとは異なる圧力ガスに曝されることが有用である。

【0035】

該ドーブもしくは精製ガスは、該SiO<sub>2</sub>スートの材料特性を、調整もしくは変化させるよう働く。これらの手段は特に、多孔質スートの場合の第1の焼結段階において有効である。塩素含有もしくはフッ素含有ガスが例えば、ドーブもしくは精製ガスとして使用さ

50

れる。該圧力ガスは、石英ガラス製の望まれる中空シリンダー中への該スート管の形成を有効化しもしくは支えるよう働く。これらの手段は、少なくとも該外壁上でガラス化されるスート管の場合、第2の焼結段階においてのみ採られるので、該ガス雰囲気によるドーブもしくは精製作用はもはや、期待され得ない。これゆえ、ガスは特に、ドーブもしくは精製ガスよりも安価もしくはより低毒性な圧力ガスとして適している。不活性ガスもしくは窒素が特に、これには適している。

#### 【0036】

本方法のもう1つ別の有利な変法において、該スート管がゾーン毎に、該スート管を連続的に供給していくことにより焼結され、一端で始まり、該炉中に設けられる加熱領域に至る。

10

#### 【0037】

このゾーン毎の焼結は、該スート管中に含有されるガスの外への拡散を容易化させるが、これは、この表面が、ガスにタイトなやり方で徐々に、ガラス化により閉じられていくに過ぎないからである。更に、軸方向へと一様に進行していくその溶融前線が、非ガラス化領域の包含を防ぐ。

#### 【0038】

特に、予め決められた長さの該ガラス化中空シリンダーの高い再現性に関して、該スート管がその一端で第1の保持部品に固定され、そのもう一端で第2の保持部品に固定され、第1の保持部品と第2の保持部品との間の保持部品間距離が焼結の間に調整可能である手順が、特に有用になっている。

20

#### 【0039】

これら保持部品は、該スート管の(両)端に固定される構成部品である。これらは同時に、該内孔を封じるよう働いてもよい。該スート管両端が、これら保持部品により支持されることが、必須である。第1と第2保持部品との間の距離は、焼結の間一定なままであるか、もしくは変更される。一定な距離では、該スート管の長さの収縮は、さもなくば焼結している間に始まるが、防がれる。更に、徐々に該距離を短くしていくことによる該中空シリンダーの縮み、もしくは、連続的な該距離の増加による伸びが考えられる。本方法のこれらの変法において、外径もしくは内径と該ガラス化中空シリンダーの壁厚との比が、選択的に影響されることが考えられる。該中空シリンダー長に亘り特に一様な変形は、上述のゾーン毎に焼結していく変法において達成され、該距離が、その加熱ゾーン中への該スート体の供給速度に直線的に依存して変更される場合である。

30

#### 【0040】

2つの側での上記保持操作の更なる効果は、該内管が、落ち込んでいく該スート管重量から解放され、これゆえ、僅かな機械的安定性しか必要としないことである。これはこれゆえ非常に薄くなり得るか、および/または、多孔質材料からなり得、というのも、該加熱ゾーン直下に位置する該スート体質量が焼結していく間に、下の支持保持部品により受け止められ、該加熱ゾーン上に位置するその質量が、上の保持部品から懸垂されるからである。焼結時、両保持部品がロードされる。該加熱ゾーンの位置に依り、増加した重量は、上もしくは下の保持部品上で作用する。該スート管は同時に、上の保持部品から懸垂されて保持され得、下の保持部品によっても支持され得る。この点において、これら保持部品は、該スート管重量の一部を、焼結時に担うか、もしくは、これらは、その全重量を担う。結果として、該スート管の内孔中に設置される成形部品は、このような任務から解放され、これは、特に繊細で、薄く、および/または多孔性の内管としてのその形成を可能にする。この解放は、該スート管重量下での該内管の焼結時の変形リスクをも排除し、これは引き続いて、石英ガラス製の該中空シリンダー中の内孔の曲がりを伴い、既知の方法において観察されるとおりである。

40

#### 【0041】

該内孔を栓により封じることが有利である。

#### 【0042】

該栓は、該内圧と該外圧との間の圧力差を観察するのをより容易にする。該栓は、でき

50

るだけ純粋な耐高温材料からなる。栓は、この目的に適するグラファイト含有材料から僅かな製造努力で製作され得る。

【 0 0 4 3 】

有利には、該栓は、両側において、該スート管に固定され、同時に保持部品として働く。

【 0 0 4 4 】

該栓はここで、該内孔中に、すり合わせで挿入され得、例えば、該多孔質スート管壁中に向けられるスレッドと共に設けられることによる。該栓自体もしくはこの一部が、該堆積プロセス間に、該スート管（両）端において埋没されることも可能である。該内孔を封じるその機能から離れて、これは、該スート管を保持するようにも働き、ここで、焼結時、該栓が直接、もしくは、更なる部品を通じて間接に、保持装置により支持される。該スート管はこれゆえ、両端において、該栓の形の保持部品に接続され、これにより、これは鉛直方向に焼結時保たれ、上でより詳細に説明されたとおりである。この別個に支持された栓の距離が、焼結時一定に保たれ得、または、変動されてもよい。

10

【 0 0 4 5 】

更に、精製剤もしくはドーパントを該内孔外側に含有する雰囲気を発生させるのが有利である。

【 0 0 4 6 】

該精製剤もしくはドーパントは、吸引により引かれ、該内孔中で、該スート管壁を通して作用し、結果的に、比較的均一で小さな勾配を有する濃度プロファイルを与え、該スート管壁に亘り一様な精製もしくは均一なドーパント分布に至っていく。塩素および塩素含有化合物が精製剤として適しており、フッ素およびフッ素含有化合物がドーパントとして適する。

20

【 0 0 4 7 】

有利には、該内圧が1ミリバール以下に設定され、維持される。

【 0 0 4 8 】

該スート管内壁領域において、多孔質スート材料は、該焼結プロセス終了まで存在し、該多孔質スート材料は、ガスの取り込みに関する危機に曝されており、既に上で更に説明されたとおりである。これが、該スート管領域と接触しているガス圧ができるだけ低く、焼結時に設定されるべき理由である。

30

【 0 0 4 9 】

好ましくは、該スート管外壁の多孔質スート材料は、できるだけ低いガス圧にも曝される。該ガス圧が低いほど、該スート管中に拡散していくガス量が小さくなる。更に、該炉のチャンパー中の熱輸送が、増加していくガス量と共に増加し、これが、該炉への温度負荷の増加およびより高いエネルギー消費に至る。これが、該内圧と該外圧との間の圧力差が、できるだけ小さく保たれ、1ミリバール～200ミリバールの範囲で設定される理由である。

【 0 0 5 0 】

焼結時、該スート管の等温加熱により、該ガラス化プロセスが、該外壁領域において始まるので、この手順は、ガスの更なる取り込みのリスクなく、第2の焼結段階の間（上で説明したように）増加の可能性を与える。

40

【 0 0 5 1 】

本発明による方法は、小さな内孔を有する中空シリンダー製造を可能にする。20mm～45mmの範囲の内径を有する中空シリンダー製造に関して特に適していると判った。

【 0 0 5 2 】

本装置に関して、上述した目的は、最初に指し示された装置から出発し、本発明により達成され、ここで、該内管は閉鎖可能であり、真空ラインに接続され、栓が、該スート管内孔を両側において閉じるために設けられる。

【 0 0 5 3 】

本発明による装置は、該内管上への該スート管の再現性ある落ち込みを、該スート管内

50



壁と該内孔中で設置される該内管との間のギャップの幅広い場合においてさえ、可能にする。この目的で、該内管を閉じることができ、真空ラインを経由して、排気可能である。排気の間、ガスは、該内孔からも搾り出され、これは、該内管のガス透過壁のガス透過性のためであり、該スート管外套へ作用している圧と比較して陰圧がこれにより発生され、該内孔中で維持される。該内管のガス透過壁のガス透過性は、この吸引作用の衝撃を、該スート管内孔全長に亘ってさえ可能にし、該管が既に幾つかの場所において、該内管上に落ち込んだ場合であり、こうして、いわゆる「ポケット」に至ることのあるガスの包含が、避けられる。該陰圧を該内孔中で設定するには、もし可能ならば、如何なる圧の補償をも、ガス入口を通して該内孔の開口端を経由して防ぐことが、更に必要である。この端に栓が、該内孔を閉じるために設けられる。理想的な場合であるが、該栓の閉鎖はこれゆえガスに対して絶対的にタイトであるが、これは、該内管孔の吸引のために、必ずしもというわけではない。

10

#### 【0054】

焼結時、該スートは、該内管上に落ち込み、それで、その外側寸法およびその外側輪郭が、該ガラス化中空シリンダーの内側寸法および内側輪郭を画定する。特に、該スート管内管と内壁との間の幅広いギャップならびに該内孔の落ち込んでいる間に結合して強化される付随する可塑変形の場合、該内管の成形効果が、予め決められた小さな孔径の形成にとって不可欠である。

#### 【0055】

該内孔の落ち込んでいく間の圧力差の発生および維持は更に、該変形プロセスを安泰化させ、それで、不確定な可塑変形が抑えられ、もしくは、防がれる。該スート管内壁と該内管との間の幅広いギャップさえこれゆえ、再現性よく閉じられ得、該スート管の落ち込んでいる間の脈理の形成がない。本発明の方法に関して、上の説明に更に言及される。

20

#### 【0056】

本発明による装置の有利な展開が、下位請求項から明らかになる。これら下位請求項において指し示されるような装置の展開に関する限り、本発明の方法に関して下位請求項において指し示される手順に従い、捕捉説明のために、対応する方法の請求項に関する上の観察が参照される。残りの下位請求項において指し示されるような本発明の装置の形態が以下でより詳細に説明される。

#### 【0057】

スート管と栓との間の接続により、後者が同時に、該スート管を該炉中で、上の保持部品および下の保持部品である栓により保持および支持するよう働き得る。

30

#### 【0058】

好ましくは、本発明による装置は、移動装置を含み、これにより、少なくとも上の保持部品が、該スート管の長軸方向に移動可能になる。

#### 【0059】

これら2つの保持部品間距離が焼結時に変動され得、これにより、該スート管の伸び縮みならびに得られる石英ガラス製の中空シリンダーを可能にする。

#### 【0060】

該スート管よりも長い内管が、該スート管を伸ばしたり（延ばしたり）するのに必要とされる。特にこの問題の解決には、上の栓が孔を含む場合が有利であると判り、ここでは、該内管が、該スート管の長軸方向に移動可能にガイドされる。

40

#### 【0061】

上の栓および内管の互いに対するスライド量は、該内管を、該スート管内孔中に徐々に「更に押していく」ことを可能にする。該内管孔中へのガスの侵入はここで、できるだけ避けられなければならない。ガスに対してタイトに閉じられており、該内管外套に向かっている密封表面を持つ孔は、この目的に適している。代わりに、該孔は貫通孔として形状付けられ、該孔から外へと突出する該内管上端がガス非透過性であり（密封されている）、これにより、該内管のガス透過壁を経由してのこの領域中へのガスの侵入を防いでいる。しかしながら、好ましくは、この問題は、該孔が貫通孔として形状付けられ、該スート

50

管上端がチャンバー中に延び、該貫通孔をその外側に対して密封することにより解決される。

【0062】

該チャンバーの補助により、該貫通孔と該内管上端との両方が、それらの外側に対して密封され、それで、該内管上端の密封も該栓孔のタイトなデザイン（設計）も、必要とされない。

【0063】

本発明による方法が今からより詳細に説明され、実施形態および図面を参照し、詳細に示す。

【実施例】

【0064】

実施例 1

図 1 は、多孔質 SiO<sub>2</sub> スート管 1 を示し、焼結プロセスのために、ガラス化炉 2 中の保持装置により保持されている。スート管 1 は、長さ 3 m、外径 300 mm および内径 50 mm を有する内孔を持つ。

【0065】

多孔質 グラファイト 製の 内管 3 が、スート管 1 の内管中を延びる。内管 3 は、外径 30 mm、壁厚 10 mm、および、スート管 1 のものよりも僅かに短い長さを持つ。内管 3 の透過係数は、DIN 51935 に従って求められると、 $10^{-1} \text{ cm}^2 / \text{秒}$  であり、開口率 16 % を持つ。

【0066】

リング状ギャップ 9 は、ギャップ幅 10 mm を有し、該 スート管 内壁と内管 3 との間で保たれる。

【0067】

該保持装置は、2 つのグラファイト栓 4 および 5、ならびに、これらの上で作用する対応するグリップ 10 を含み、これにより、グラファイト栓 4 および 5 が静置され支持される。グラファイト栓 4 および 5 の各々が、スレッド 6 および閉鎖円錐 7 と共に設けられる。これらは、スート管 1 の 2 つの面の端に向けられ、リング状ギャップ 9 をその外側に対して密封し、その中に閉鎖円錐 7 が両側において突出する内管 3 の孔 8 も密封する。中央軸 15 の向きに、長さの補償に関して、内管 3 の熱的膨張によるある役割がある。真空ライン 11 は、孔 8 中で終結し、真空ポンプに接続され、下のグラファイト栓 5 を通してガイドされる。

【0068】

スート管 1 は、グラファイト製のマッフル管 12 により、リング状加熱部品 13 に対して遮蔽され、これは、スート管 1 全長に亘り延びる。そのガス入口のための、および、マッフル管 12 を排気していくためのライン 14 は、マッフル管内側 15 中で終結する。

【0069】

本発明による方法に関する、合成石英ガラス製の中空シリンダーを生産するための、図 1 において示される装置 1 を使用しての実施形態が今から、図 2 の流れ図を参照しながら、より詳細に記述される。

【0070】

SiO<sub>2</sub> スート 粒子は、堆積バーナー のバーナー炎中で、SiCl<sub>4</sub> の炎加水分解 により形成され、これらの粒子は層毎に、その長軸の周りに回転する Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 支持棒上に堆積 され、結果的に、多孔質 SiO<sub>2</sub> 粒子製の スート 体形成に至る。該支持棒は、僅かに円錐状の外形を持ち、平均直径約 50 mm を有し、該堆積プロセス 完結後に除去される。得られる SiO<sub>2</sub> スート管 1 の密度は、石英ガラス密度の約 25 % である。透明石英ガラス管がこれから製作され、今から例として説明される本方法の補助による。

【0071】

多孔質 内管 3 は、スート管 1 の内孔中に挿入され、その中に両側においてねじ込まれているグラファイト栓 4 および 5 により、その中で中央に固定される。スート管 1 は、ガラ

10

20

30

40

50

ス化炉 2 中に導入され、該保持装置のグリップ 10 により鉛直方向にその中で保持される。

【0072】

本焼結プロセスは、第 1 の焼結段階 21 を含み、ここでは、該スート管壁がまだガス透過性であり、また、第 2 の焼結段階 22 を含み、ここでは、熔融前線がその外側からその内側に移動していき、徐々にガラス化およびこれゆえ該スート管壁の固まりを有効にする。

【0073】

第 1 の焼結段階 21 に先立ち、加熱処理が行われ、16 時間、温度 900 において継続し、脱水処理 20 により、これらの処理に対して、スート管 1 が、この製造プロセスのために導入されてしまった水酸基を除去していくのに付される。脱水処理 20 において、マッフル管内側 15 全体がまず、吸引により真空ライン 11 およびライン 14 を経由して、完全に排気され、スート管 1 が引き続き、温度約 900 において、ヘリウムおよび塩素を含有する雰囲気中で処理される。この終わりに、( 相対圧力ではなく ) 絶対圧力約 1 ミリバールが、連続的な吸引により、孔 8 中で発生・維持され、該絶対圧力が、リング状ギャップ 9 においても、内管 3 のガス透過性のために観測される ( 内圧 )。同時に、塩素含有ガスが、ライン 14 経由でマッフル管内側 15 中に導入され、結果的に、リング状ギャップ 9 中よりも高い圧を、スート管 1 の外側において与える ( 外圧 : 約 50 ミリバール )。該塩素含有ガスは、外圧と内圧との間の圧力勾配のために、まだ完全に多孔質なスート管壁を通して、その外側からその内側に搾り取られる。これは、特に効率的で一様な脱水をもたらす。この処理は、約 8 時間後に完結される。

【0074】

第 1 の焼結段階 21 開始時、塩素とヘリウムとのガス混合物が尚、ライン 14 経由で内側 15 中に導入され、つまり、孔 8 これゆえリング状ギャップ 9 の連続的な排気時、該外圧と該内圧との間の圧力差 100 ミリバールを生成させる量である。この圧力差のために、該ガス混合物は、その外側から、該スート管壁を通り、その内側に拡散する。

【0075】

同時に、スート管 1 は、この圧力差の作用下に、温度約 1450 にまで熱せられ、そうして、スート管 1 が徐々に、その外壁からの熔融前線の前進により、その外側からその内側に向かってガラス化される。

【0076】

完全にガラス化された外層が、スート管 1 長に亘り形成されたらできるだけ直ぐ、該層は、該スート管壁を通してのガスの更なる運搬を止めることになり、そうして、以前の目標の圧力差 100 ミリバールが突然生じ、これにより、第 2 の焼結段階 22 の開始を指し示す。孔 8 およびリング状ギャップ 9 の排気は、段階 22 において継続されるが、塩素およびヘリウムからなっている該ガス混合物供給が終結され、この代わりに、窒素がライン 14 経由で、内側 15 中に導入され、圧力差約 100 ミリバールが、該内圧と該外圧との間で発生されるような量である。窒素の熱伝導性は、ヘリウムと比較すると低く、加熱部品 13 外側に位置するガラス化炉 2 の部品の更なる過熱を抑える。

【0077】

第 2 の焼結段階 22 において上昇されるこの圧力差のために、徐々にガラス化していくスート管 1 の内孔が、内管 3 上に、特に一様に落ち込む。この管は、スート管 1 の別個の搭載のために、支持機能を持たず、これゆえ、多孔質グラファイトからなっている特に繊細で薄い壁の管として形成され得る。

【0078】

スート管 1 の両側におけるグラファイト栓 4 および 5 上での支持は、長さの収縮を防ぎ、これはさもなくばスート管 1 の焼結時に観察されるものであるが、石英ガラス管が、精確に予め決められた長さを有して得られる。更に、内管 3 は充分に、グラファイト栓 4 および 5 上でのスート管 1 の支持により負荷から解放され、これゆえ、撓まない。

【0079】

該焼結プロセス完結後、内管 3 が除去される。石英ガラス管 2 3 が得られ、外径 150 mm および高い質の内孔を有しており、これは、特に小さな内径 30 mm により、特に区別される。

#### 【0080】

該内孔内側表面は、真っ直ぐであり、平らであり、きれいである。研いでいくことによる少しの機械的仕上げ処理後、石英ガラス管 2 3 は、光ファイバー用プレフォーム生産用外套管としての使用に適したものになる。

#### 【0081】

#### 実施例 2

代わりの手順では、石英ガラス管が生産され、スート管 1 から出発し、実施例 1 において上記されたとおりであり、これは、スート管 1 によるものであり、このプロセスにおいては、これはゾーン毎に軟化されていき、ガラス化され、内管 3 上に落ち込む。

#### 【0082】

この目的で使用されるガラス化炉がダイアグラムにより、図 3 において示される。図 3 が図 1 と同一の参照番号を使用する限り、これらは本発明による装置の構造的に同一もしくは等価な構造部品を命名し、上でより詳細に、図 1 に関する記述を参照しながら説明されたとおりである。

#### 【0083】

図 3 において示されるガラス化炉は、図 1 において示されるものとは、リング状加熱部品 3 3 が スート管 1 の一部の長さに亘り延びるだけであること、および、移動装置が スート管 1 を連続的に加熱部品 3 3 を通して移動させるために更に設けられていることにおいて、実質的に異なる。該移動装置は、下のグラファイト栓 4 上で（もしくはグリッパ 10 上で）作用している上の移動装置 3 1 および下のグラファイト栓 5 上で作用している下の移動装置 3 2 を含む。移動装置 3 1 および 3 2 は、互いから独立して上下に移動可能である、これにより、スート管 1 の伸び縮みを、焼結時に可能にしている。

#### 【0084】

図 3 による実施形態はスキームにより、焼結時に実施される伸ばし操作を示す。この終わりに、下の移動装置 3 2 が連続的に下に移動され、そうして、スート管 1 全体が、加熱部品 3 3 に沿ってガイドされ、ゾーン毎に、このプロセスにおいて熱せられ、焼結される。上の移動装置 3 1 は、上下に移動可能である。該実施形態において、これは連続的に下にも、ゾーン毎に焼結時に、スート管 1 を伸ばす目的で移動されるが、下の移動装置 3 2 よりも、僅かにゆっくりとしたスピードであり、そうして、焼結時に、移動装置 3 1 と 3 2 との間の距離、これゆえ、グラファイト栓 4 と 5 との間の距離が連続的に増加し、より詳細に更に下で説明されるとおりである。

#### 【0085】

スート管 1 の伸び縮みを焼結時に可能にするために、上のグラファイト栓 4 は、内管 3 に沿って移動可能である。スート管 1 の伸びは、図 3 において示されるとおりであり、内管 1 を必要とし、これは、スート管 1 の当初の長さよりも長い。この終わりに、グラファイト栓 4 が、細長い内管 3 が上に延びる貫通孔と共に設けられる。内管 3 の上端 3 7 が、チャンバー 3 8 中に突出し、これは、グリッパ 10 およびカバー 3 5 により形成され、グラファイト栓 4 の該貫通孔を取り囲む。チャンバー 3 8 の補助を伴い、該貫通孔と内管 3 の上端 3 7 との両方が、その外側に対して密封され、そうして、内管 1 の多孔質壁を経由する孔 8 中へのガスの浸透、もしくは、該貫通孔を経由するリング状ギャップ 9 中へのガスの浸透が、防がれる。加えて、内管 3 の上端 3 7 が、更なる栓 3 4 を用いて密封される。カバー 3 5 が、引っ張り棒 3 6 と結合され、これが、炉のチャンバー 1 5 から出る、圧にタイトな通路経由でガイドされる。

#### 【0086】

内管 3 の移動可能な支持体および上の栓 4 が互いに相対的に、上と下のグラファイト栓との間の距離の連続的な延びを、焼結時に可能にし、これは、連続的に内孔 9 中に「更に押されていく」内管 3 による。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 8 7 】

図 3 を参照しながら、実施例 2 による手順が今からより詳細に説明される。

## 【 0 0 8 8 】

実施例 1 に関して上記されたものとは異ならない脱水処理に先立ち、適切な焼結プロセスが行われる。塩素 / ヘリウムガス混合物が引き続き、ライン 1 4 経由で内側 1 5 中に導入され、つまり、孔 8 これゆえリング状ギャップ 9 の連続的排気時に、該外圧と該内圧との間の圧力差 5 0 ミリバールを発生させる量である。

## 【 0 0 8 9 】

該焼結プロセスは、スート管 1 が、その下端で始まり、上から、温度約 1 5 0 0 に設定された加熱部品 3 3 に向かって連続的に供給されていくことで始まり、その中でゾーン毎に熱せられ、ガラス化される。一方で、スート管 1 が焼結されて落ち込み、同時に、熔融前線が スート管 1 内側をその外側からその内側に、および、その底からその頂上に移動していく。内孔 8 内側の内圧が、ガラス化の間、連続的な排気により 0 . 5 ミリバールにおいて保たれる。ガラス化の間、スート管 1 が、内管 3 上に、ゾーン毎に収縮する。このプロセスにおいて逃げていくガスが、スート管 1 のまだ開いている孔の領域を経由して、および、ガス透過性内管 3 を経由して放出され、これにより、気泡形成を防いでいる。

## 【 0 0 9 0 】

この手順の更なる特別な特徴は、ゾーン毎に焼結していく間、グリップ 1 0 が連続的に、移動装置 3 1 および 3 2 により、速度 2 mm / 分で離れて移動していくことである。この終わりに、下の移動装置 3 2 の遅くなっていくスピードが、7 mm / 分に設定され、加熱部品 3 3 に対する スート管 1 の供給スピードが、上の移動装置 3 1 により、5 mm / 分に設定される。該焼結プロセスの間、これが、当初の距離と比較すると、該距離を 4 0 % 増加させることになる。

## 【 0 0 9 1 】

この手順において、ゾーン毎にガラス化された スート管 1 の内孔も、内管 3 上に落ち込み、内圧と外圧との間の圧力差のために、特に一様であり、結果的に、高い質および真っ直ぐな内孔を有する石英ガラス管を与え、これは特に、特に小さな内径 3 0 mm により区別される。内管 3 は何であれ支持機能を持たず、これが、薄壁の 多孔質 グラファイトの管の形でその形成を可能にする。

## 【 0 0 9 2 】

これは、長さ約 4 . 2 0 m、外径 1 2 7 mm および内径 3 0 mm を有する石英ガラス管をもたらす。

## 【 図面の簡単な説明 】

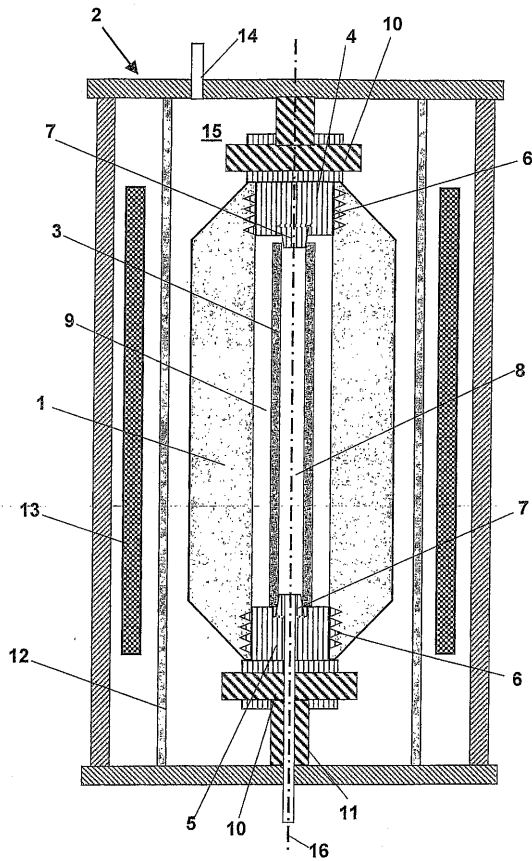
## 【 0 0 9 3 】

【 図 1 】 第 1 の実施形態における本発明による方法および本発明による装置であり、スキームにより例示され、ガラス化炉中の保持装置により保持されている スート管 を有する。

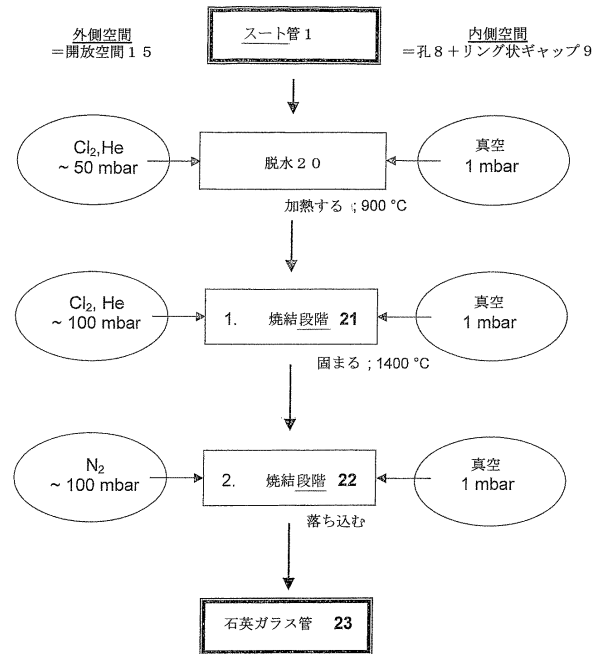
【 図 2 】 本発明による方法による、石英ガラス製の中空シリンダーを生産するための手順を説明するための流れ図である。

【 図 3 】 本発明による方法および本発明による装置の更なる実施形態であり、スキームにより例示される。

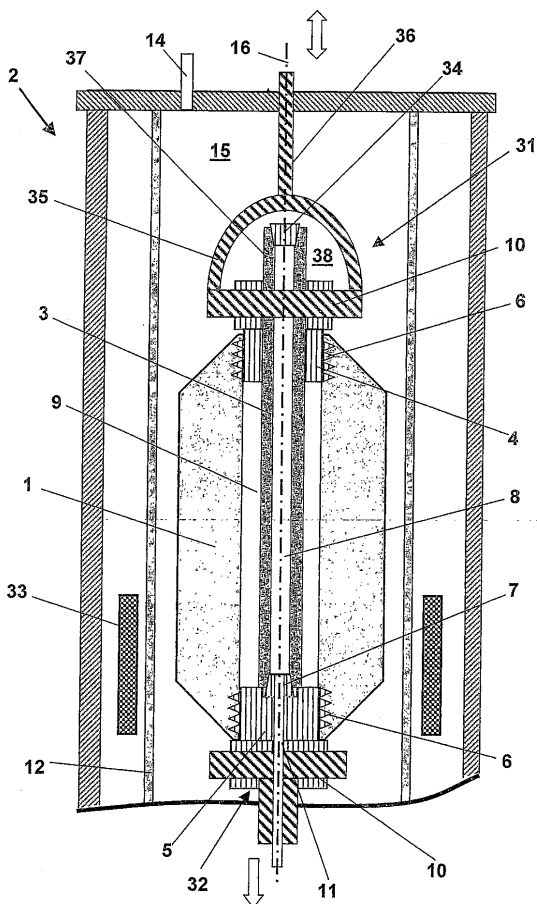
【図 1】



【図 2】



【図 3】



---

フロントページの続き

(74)代理人 100094695

弁理士 鈴木 憲七

(74)代理人 100111648

弁理士 梶並 順

(74)代理人 100122437

弁理士 大宅 一宏

(72)発明者 ヒューネルマン、ミヒャエル

ドイツ連邦共和国、6 3 7 5 5 アルツェナウ、ドロツセルヴェーク 1 9

審査官 山田 貴之

(56)参考文献 特開平 0 8 - 1 8 8 4 2 9 ( J P , A )

特開平 0 5 - 2 8 6 7 3 7 ( J P , A )

米国特許出願公開第 2 0 0 3 / 0 1 1 5 9 1 0 ( U S , A 1 )

特開平 0 5 - 1 6 3 0 3 8 ( J P , A )

米国特許出願公開第 2 0 0 2 / 0 1 0 2 0 8 3 ( U S , A 1 )

米国特許第 0 4 2 5 1 2 5 1 ( U S , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C03B 8/04

C03B 19/14-20/00

C03B 37/00-37/16