

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-167013

(P2012-167013A)

(43) 公開日 平成24年9月6日(2012.9.6)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO3B 20/00 (2006.01)	CO3B 20/00 E	4G014
GO2B 3/00 (2006.01)	GO2B 3/00 Z	

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2012-97866 (P2012-97866)	(71) 出願人	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号
(22) 出願日	平成24年4月23日 (2012.4.23)	(74) 代理人	100105647 弁理士 小栗 昌平
(62) 分割の表示	特願2005-363768 (P2005-363768) の分割	(74) 代理人	100105474 弁理士 本多 弘徳
原出願日	平成17年12月16日 (2005.12.16)	(74) 代理人	100108589 弁理士 市川 利光
(31) 優先権主張番号	特願2005-42516 (P2005-42516)	(72) 発明者	日野 啓吾 兵庫県高砂市梅井5丁目6番1号 旭硝子 株式会社内
(32) 優先日	平成17年2月18日 (2005.2.18)	Fターム(参考)	4G014 AH21
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

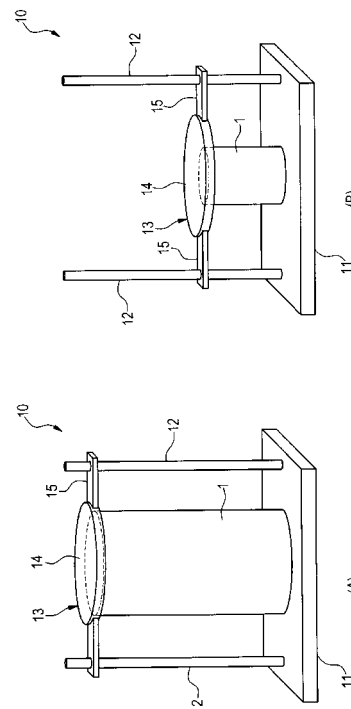
(54) 【発明の名称】 合成石英ガラス製造用治具

(57) 【要約】

【課題】 合成石英ガラス中に残留する屈折率分布を考慮した合成石英ガラスの製造方法、当該製造方法に用いられる合成石英ガラス製造用治具、及び当該製造方法により製造された光学部材用合成石英ガラスを提供する。

【解決手段】 合成石英ガラスの製造において多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷するために用いられる合成石英ガラス製造用治具は、多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とした上で多孔質石英ガラス母材を載置される基台と、基台に立設されたガイド部材により鉛直方向に移動自在に支持されて当該基台との間で多孔質石英ガラス母材を狭持する押圧部材と、を備える。押圧部材が、多孔質石英ガラス母材に当接し且つガラス化温度以上に加熱された多孔質石英ガラス母材の収縮に伴って鉛直に降下して、その自重により多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

合成石英ガラスの製造において多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷するために用いられる合成石英ガラス製造用治具であって、

前記多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材を載置される基台と、前記基台に立設されたガイド部材により鉛直方向に移動自在に支持されて当該基台との間で前記多孔質石英ガラス母材を狭持する押圧部材と、を備え、

前記押圧部材が、前記多孔質石英ガラス母材に当接し且つガラス化温度以上に加熱された多孔質石英ガラス母材の収縮に伴って鉛直に降下して、その自重により多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷することを特徴とする合成石英ガラス製造用治具。

10

【請求項 2】

前記押圧部材が、前記多孔質石英ガラス母材の軸方向端面に当接する当接部とガイド部材を挿通される挿通孔が設けられた被ガイド部とを有することを特徴とする請求項 1 記載の合成石英ガラス製造用治具。

【請求項 3】

材質がカーボン又は SiC である請求項 1 または 2 記載の合成石英ガラス製造用治具。

【請求項 4】

前記多孔質石英ガラス母材に負荷する荷重が、 $0.4 \sim 20.0 \text{ g/cm}^2$ である請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の合成石英ガラス製造用治具。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、合成石英ガラスの製造方法、当該製造方法に用いられる合成石英ガラス製造用治具、及び当該製造方法により製造された光学部材用合成石英ガラスに関する。

【背景技術】

【0002】

従来、ミラー、レンズなどの光学部材等に用いられる合成石英ガラスの製造方法として、気相反応法により多孔質石英ガラス母材を形成し、この母材を加熱して透明ガラス化する方法が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。

【0003】

30

特許文献 1 に開示された合成石英ガラスの製造方法は、四塩化珪素等の珪素化合物を酸水素炎中に導入して火炎加水分解により石英ガラス微粒子を合成し、この石英ガラス微粒子を回転する基材上に堆積させる所謂 VAD (Vapor phase Axial Deposition) 法により略円柱状の多孔質石英ガラス母材を形成し、そして、この母材をガラス化温度以上に加熱して透明ガラス化するものである。

【0004】

このようにして得られた合成石英ガラスは、その製法上、ヒドロキシル基 (OH 基) が典型的には $100 \sim 300 \text{ ppm}$ 程度含まれる。この OH 基濃度分布は、合成石英ガラス中の屈折率分布を生ずる要因となり得ることが知られており、この屈折率分布を低減する種々の方法が提案されている（例えば、特許文献 2 参照）。

40

【0005】

特許文献 2 に開示された合成石英ガラスの製造方法においては、合成石英ガラスを軟化点以上の温度に加熱して自重変形を行わせる操作を繰り返し行い、しかも操作毎の自重変形方向を変えて、合成石英ガラス中の屈折率分布の低減を図っている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献 1】特開昭 62 - 72536 号公報

【特許文献 2】特開昭 64 - 28240 号公報

【発明の概要】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、例えば特許文献2に開示された合成石英ガラスの製造方法によっても、合成石英ガラス中の屈折率分布を完全に除去することは困難であり、合成石英ガラス中に残留する屈折率分布に対して更なる対策が必要であった。

【0008】

本発明は、上述した事情に鑑みてなされたものであり、合成石英ガラス中に残留する屈折率分布を考慮した合成石英ガラスの製造方法、当該製造方法に用いられる合成石英ガラス製造用治具、及び当該製造方法により製造された光学部材用合成石英ガラスを提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記目的を達成するために、本発明に係る合成石英ガラスの製造方法は、ガラス原料を火炎加水分解して合成された石英ガラス微粒子を回転する基材上に堆積・成長させて略円柱状の多孔質石英ガラス母材を形成する工程と、前記多孔質石英ガラス母材を仮焼する工程と、仮焼された前記多孔質石英ガラス母材をガラス化温度以上に加熱して透明ガラス化する工程と、を備える合成石英ガラスの製造方法であって、前記透明ガラス化工程において、多孔質石英ガラス母材の成長軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材に鉛直に $0.4 \sim 20.0 \text{ g/cm}^2$ の荷重を負荷することを特徴とする。

20

【0010】

上記のようにガラス原料を火炎加水分解して合成された石英ガラス微粒子を回転する基材上に堆積させて形成される略円柱状の多孔質石英ガラス母材については、成長軸に垂直な断面において軸近傍のOH基濃度が比較的高くなる凸型の略回転対称なOH基濃度分布が形成される。そして、当該多孔質石英ガラス母材から形成される合成石英ガラスにおいてもこのOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持し、この回転対称性を考慮して光学部材を設計・製作することにより、当該合成石英ガラスから製作される光学部材の光学特性を向上させることができる。

【0011】

そこで、上記した合成石英ガラスの製造方法によれば、多孔質石英ガラス母材を透明ガラス化する際に、多孔質石英ガラス母材の成長軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷するようにしている。即ち、多孔質石英ガラス母材がガラス化温度以上に加熱されると体積収縮を伴うが、多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とすることにより半径方向の体積収縮を均一に進行させることができ、且つ、多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷することにより軸方向の体積収縮を均一に進行させる（換言すれば、軸方向の不均一な体積収縮により母材が屈曲することなどを防止する）ことができる。これにより、多孔質石英ガラス母材から形成された合成石英ガラスにおいてもOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持することができる。

30

【0012】

また、本発明に係る合成石英ガラス製造用治具は、上記した合成石英ガラスの製造方法において、多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷するための材質がカーボン又はSiCである合成石英ガラス製造用治具であって、前記多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材を載置される基台と、前記基台に立設されたガイド部材により鉛直方向に移動自在に支持されて当該基台との間で前記多孔質石英ガラス母材を挟持する押圧部材と、を備え、前記押圧部材が、前記多孔質石英ガラス母材に当接し且つガラス化温度以上に加熱された多孔質石英ガラス母材の収縮に伴って鉛直に降下して、その自重により多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷することを特徴としている。

40

【0013】

上記した合成石英ガラス製造用治具によれば、多孔質石英ガラス母材の収縮を妨げることなく、簡単な構造により多孔質石英ガラス母材に最適な荷重を負荷することができる。

従って、多孔質石英ガラス母材の体積収縮を均一に進行させることができ、多孔質石英

50

ガラス母材から形成された合成石英ガラスにおいてもOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持することができる。

【発明の効果】

【0014】

本発明の合成石英ガラスの製造方法及び合成石英ガラス製造用治具によれば、合成石英ガラス中の屈折率分布の回転対称性を維持することができ、この回転対称性を考慮して当該合成石英ガラスを用いて製作される光学部材の光学特性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】(A)及び(B)は本発明に係る合成石英ガラス製造用治具の一実施形態を示す斜視図である。 10

【図2】母材の軸を鉛直として鉛直に荷重を負荷して透明ガラス化した合成石英ガラスの軸に垂直な断面における屈折率分布である。

【図3】母材の軸を水平として荷重を負荷せずに透明ガラス化した合成石英ガラスの軸に垂直な断面における屈折率分布である。

【発明を実施するための形態】

【0016】

以下、本発明に係る合成石英ガラスの製造方法及び合成石英ガラス製造用治具の一実施形態を詳細に説明する。図1は、本発明に係る合成石英ガラス製造用治具の一実施形態を示す斜視図である。 20

【0017】

本実施形態は、ガラス原料を火炎加水分解により石英ガラス微粒子を合成し、この石英ガラス微粒子を回転する基材上に堆積・成長させて略円柱状の多孔質石英ガラス母材を形成し、得られた多孔質石英ガラス母材を仮焼し、仮焼された多孔質石英ガラス母材をガラス化温度以上に加熱して透明ガラス化して、合成石英ガラスを得るものである。そして、多孔質石英ガラス母材を透明ガラス化する際に、多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷することにより、合成石英ガラス中のOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布についても回転対称性を維持するようにしたものである。 30

【0018】

ガラス原料としては、ガス化可能な原料であれば特に制限されるものではないが、 SiCl_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$ 等の塩化物、 SiF_4 、 SiHF_3 、 SiH_2F_2 等のフッ化物、 SiBr_4 、 SiHBr_3 等の臭化物、 SiI_4 の沃化物などのハロゲン化珪素化合物が作業性やコストの面から好ましい。 40

【0019】

多孔質石英ガラス母材は、これらのガラス原料を酸水素炎中に導入して加水分解し、合成された石英ガラス微粒子を回転する基材上に堆積させることにより形成される。石英ガラス微粒子を基材上に堆積させる方法としては、(1)基材であるガラス心棒の軸方向に前後移動するバーナーの炎の中でガラス心棒を回転させながら当該ガラス心棒の外側に石英ガラス微粒子を堆積させる所謂OVD法、(2)基材であるガラス管の軸方向に前後移動するバーナーの炎の中でガラス管を回転させながら当該ガラス管の内側に石英ガラス微粒子を堆積させる所謂MCVD法、(3)回転するガラス心棒を軸方向に引き上げながら当該ガラス心棒の先端から軸方向に石英ガラス微粒子を氷柱状に堆積させる所謂VAD法、等を例示することができる。基材の回転速度は石英ガラス微粒子の堆積速度にもよるが、典型的には0.1~10rpmの範囲である。 50

【0020】

このようにして形成された略円柱状の多孔質石英ガラス母材については、軸に垂直な断面において軸近傍のOH基濃度が比較的高くなる凸型の略回転対称なOH基濃度分布が形成される。

【0021】

得られた多孔質石英ガラス母材は比較的脆いので、仮焼され、取り扱うに十分な剛性が付与される。この仮焼は、典型的には大気雰囲気下、1350 程度で数時間焼成することにより行われる。

【0022】

次いで、仮焼された多孔質石英ガラス母材は、ガラス化温度以上に加熱されて透明ガラス化される。この透明ガラス化は、多孔質石英ガラス母材を1400～1550 で1時間以上加熱して行われる。ここで、多孔質石英ガラス母材は、その成長軸を鉛直とされた上で鉛直方向に荷重が負荷された状態で加熱される。

【0023】

具体的には、図1(A)に示すように、仮焼された多孔質石英ガラス母材1の軸を鉛直とした上で当該多孔質石英ガラス母材1を載置される基台11と、基台11に立設されたガイド部材12により鉛直方向に移動自在に支持されて基台11との間で多孔質石英ガラス母材1を挟持する押圧部材13とを備える治具10が用いられる。治具10は、耐熱性を有する、例えばカーボン、SiC、等の材料から形成されている。

10

【0024】

ガイド部材12は円柱状のロッドであり、基台11に載置された多孔質石英ガラス母材1を挟むように一对、立設されている。押圧部材13は、軸を鉛直として基台11に載置された多孔質石英ガラス母材1の軸方向端面に当接する略円盤状の当接部14と、ガイド部材12を挿通される挿通孔が設けられた被ガイド部15とを有している。

【0025】

被ガイド部15の挿通孔にガイド部材12が挿通され、被ガイド部15がガイド部材12を摺動することにより、押圧部材13が鉛直方向に移動自在とされている。図1(B)に示すように、多孔質石英ガラス母材1がガラス化温度以上に加熱されて体積収縮するに伴って、押圧部材13が鉛直に降下する。従って、押圧部材13の自重により多孔質石英ガラス母材1に鉛直に荷重が負荷される。

20

【0026】

多孔質石英ガラス母材1に負荷される荷重としては0.4～20.0g/cm²が好ましい。荷重を上記範囲内とすることにより、荷重により多孔質石英ガラス母材中に歪を発生させることなく、多孔質石英ガラス母材の体積収縮を均一に進行させ、透明ガラス化された合成石英ガラスにおいてもOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持することができる。

30

【0027】

尚、多孔質石英ガラス母材1の体積収縮に伴って降下する押圧部材13の傾きを防止するため、被ガイド部15に設けられる挿通孔のガイド部材12に沿った長さ寸法を比較的長くとるとよい。

【実施例】

【0028】

本発明の効果を確認するため、上述した合成石英ガラスの製造方法に基づき透明ガラス化の際に母材の軸を鉛直とした上で鉛直に荷重を負荷して製造した実施例の合成石英ガラスと、透明ガラス化の際に母材の軸を水平とした上で荷重を負荷せずに製造した比較例の合成石英ガラスとについて、軸に垂直な断面における屈折率分布を測定した。

40

実施例、比較例共に多孔質石英ガラス母材は、大気雰囲気下1350 で約4時間焼成することにより仮焼した。次いで、仮焼された多孔質石英ガラス母材を1250 にて48時間保持した後、1450 迄昇温し、2時間保持した後ヒータの電源を切る事によりガラス化を行った。

実施例および比較例の屈折率分布の測定の結果をそれぞれ図2、3に記す。図3の比較例の合成石英ガラスの屈折率分布を示す等値線は、図2の実施例の合成石英ガラスの屈折率分布を示す等値線に比べて偏平となっており、実施例の合成石英ガラスは、比較例の合成石英ガラスに比べて屈折率分布の対称性が維持されているため、光学部材として使用するのに適した材料となっていた。

50

【0029】

以上、詳細に説明したように、本発明に係る合成石英ガラスの製造方法によれば、多孔質石英ガラス母材がガラス化温度以上に加熱されて生じる体積収縮において、多孔質石英ガラス母材の軸を鉛直とすることにより半径方向の体積収縮を均一に進行させることができ、且つ、多孔質石英ガラス母材に鉛直に荷重を負荷することにより軸方向の体積収縮を均一に進行させることができる。これにより、多孔質石英ガラス母材から形成された合成石英ガラスにおいてもOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持することができる。

【0030】

そして、本発明に係る合成石英ガラス製造用治具10によれば、多孔質石英ガラス母材の収縮を妨げることなく、簡単な構造により多孔質石英ガラス母材に最適な荷重を負荷することができる。従って、多孔質石英ガラス母材の体積収縮を均一に進行させることができ、多孔質石英ガラス母材から形成された合成石英ガラスにおいてもOH基濃度分布及びこれに起因する屈折率分布の回転対称性を維持することができる。

10

【0031】

そして、この回転対称性を考慮して光学部材を設計・製作することにより、当該合成石英ガラスから製作される光学部材の光学特性を向上させることができる。

【0032】

尚、本発明は、上述した実施形態に限定されるものではなく、適宜、変形、改良、等が可能である。

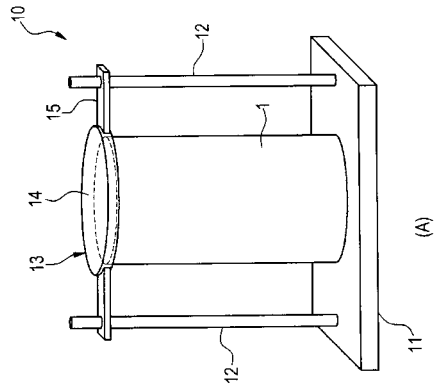
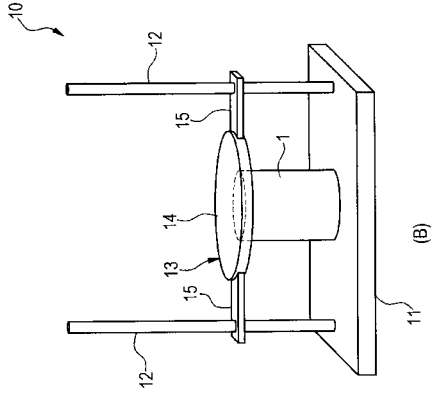
20

【符号の説明】

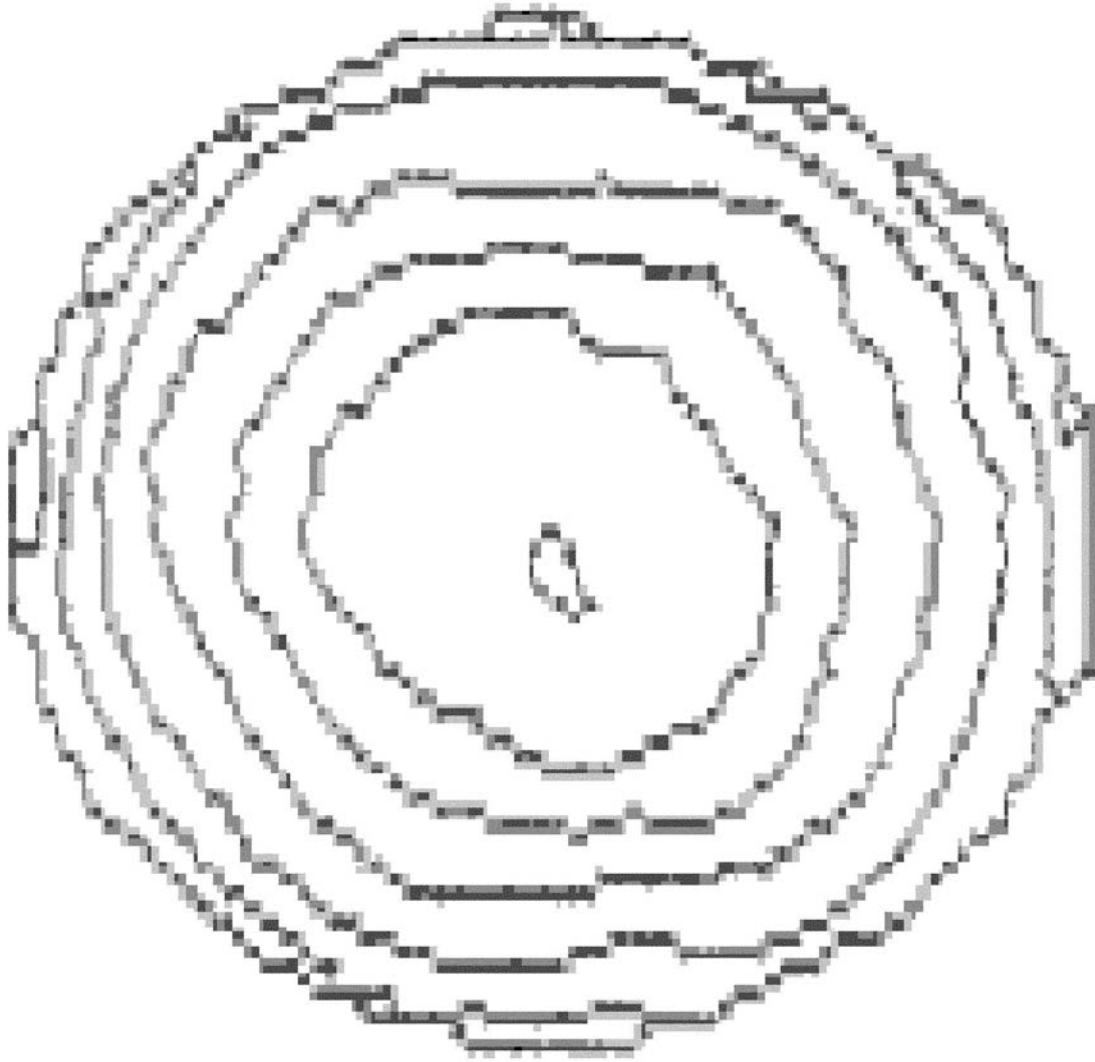
【0033】

- 1 多孔質石英ガラス母材
- 10 合成石英ガラス製造用治具
- 11 基台
- 12 ガイド部材
- 13 押圧部材

【図 1】



【 図 2 】



【 図 3 】

