



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101633552 B

(45) 授权公告日 2013. 10. 02

(21) 申请号 200910165031. 1

第 4 栏, 图 1.

(22) 申请日 2009. 07. 20

CN 1509984 A, 2004. 07. 07, 全文.

CN 86202877 U, 1987. 04. 08, 全文.

(30) 优先权数据

2008-187924 2008. 07. 18 JP

审查员 肖凯

(73) 专利权人 信越化学工业株式会社

地址 日本东京千代田区大手町 2 丁目 6-1 号

(72) 发明人 井上大 长尾贵章 小出弘行

(74) 专利代理机构 深圳新创友知识产权代理有限公司 44223

代理人 江耀纯

(51) Int. Cl.

C03B 20/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 2005/0109066 A1, 2005. 05. 26, 摘要, 说明书第 0005-0012 段, 0025 段, 0041 段, 0056-0057 段, 0066-0069 段.

US 4729779 A, 1988. 03. 08, 说明书第 2 栏,

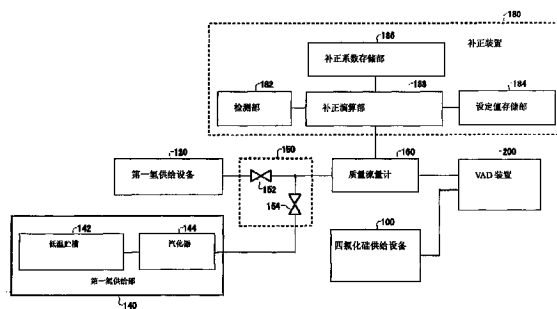
权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图 6 页

(54) 发明名称

石英玻璃的制造方法及石英玻璃的制造装置

(57) 摘要

本发明公开一种石英玻璃的制造方法, 是使用 1 个以上的燃烧器, 在向该燃烧器供给氧和氢生成的氢氧火焰中导入硅化合物, 堆积由于火焰水解反应生成的二氧化硅, 形成多孔质母材, 将该多孔质母材加热及烧结, 形成透明玻璃的石英玻璃的制造方法, 其特征为: 对燃烧器供给以常温制造或者储藏的氢; 使用以气体的热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置控制该氢的流量; 把用低温贮槽储藏的液体氢汽化作为备用氢提供给燃烧器, 将氢转换成备用氢, 转换时, 即将被转换的氢流量乘以预先设定的校正系数, 调整氢的流量。



1. 一种石英玻璃的制造方法,是使用 1 个以上的燃烧器,在向该燃烧器供给氧和氢而生成的氢氧火焰中导入硅化合物,堆积由火焰水解反应生成的二氧化硅而形成多孔质母材,将该多孔质母材加热及烧结,形成透明玻璃的石英玻璃的制造方法,其特征为:

向燃烧器供给在常温下其中的正氢和仲氢处于平衡状态的氢;

使用以气体的热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置控制该氢的流量;

把用低温贮槽储藏的液体氢汽化作为备用氢提供给燃烧器,

将所述氢转换成备用氢,

在实施所述转换时,即将被转换的氢流量乘以根据正氢的比热和仲氢的比热预先确定的校正系数,调整氢的流量。

2. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述气体的热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置是质量流量计。

3. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述硅化合物是四氯化硅。

4. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:向所述 1 个以上的燃烧器中的至少 1 个燃烧器火焰,除供给所述硅化合物之外,还供给锆化合物。

5. 根据权利要求 4 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述锆化合物是四氯化锆。

6. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述石英玻璃的制造方法,通过 VAD 法,在边旋转边提升的原始材料顶端依次堆积,形成多孔质母材。

7. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述石英玻璃的制造方法,通过 OVD 法,在旋转的原始材料周围堆积形成多孔质母材。

8. 一种石英玻璃的制造装置,其使用 1 个以上的燃烧器,在向该燃烧器供给氧和氢而生成的氢氧火焰中导入硅化合物,堆积由火焰水解反应生成的二氧化硅而形成多孔质母材,将该多孔质母材加热及烧结,形成透明玻璃的石英玻璃,其特征为包括:

向燃烧器供给在常温下正氢和仲氢处于平衡状态的氢的第 1 氢供给设备;

至少具有低温贮槽及汽化器,作为以常温制造或者储藏的氢的备用品,提供通过所述汽化器将所述低温贮槽储藏的液体氢汽化后得到的备用氢的第 2 氢供给设备;

用于控制氢的流量,且以气体的热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置;

在转换成所述备用氢时工作,把即将转换的氢流量乘以根据正氢的比热和仲氢的比热预先确定的校正系数,校正氢流量的设定值的校正装置。

9. 根据权利要求 8 记载的石英玻璃的制造装置,其特征为:以所述气体的热容测量为测量原理的测量装置或控制装置是质量流量计。

10. 根据权利要求 8 所述的石英玻璃的制造装置,其特征为:还包括检测部,其用于检测氢供给源已从第 1 氢供给装置向第 2 氢供给装置转换;

所述校正装置,具有:

用于保存所述校正系数的校正系数存储部;

在所述检测部检测到了氢供给源已经从第 1 氢供给装置转换到第 2 氢供给装置时,将所述校正系数乘以氢流量的设定值的运算部。

11. 根据权利要求 8 记载的石英玻璃的制造装置,其特征为:所述校正系数是使氢流量大致增加 1% 的值。

12. 根据权利要求 1 记载的石英玻璃的制造方法,其特征为:所述校正系数是使氢流量

大致增加 1% 的值。

## 石英玻璃的制造方法及石英玻璃的制造装置

[0001] 本说明书主张 2008 年 7 月 18 日申请的申请号第 2008-187924 号的日本专利优先权。并且通过参照将其内容纳入本申请。

### 技术领域

[0002] 本发明涉及堆积火焰水解反应生成的二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ ) 的光纤用母材等的石英玻璃的制造。本发明尤其涉及将使液体氢汽化后的氢作为备份使用的石英玻璃的制造方法及石英玻璃的制造装置。

### 背景技术

[0003] 用低温贮槽储藏液体氢, 将其升温及汽化后, 提供给在后段连接的设备的氢供给设备已经被实际应用。比如, 有制造高纯度石英玻璃的例子, 在这些中, 所使用的方法包括 VAD 法和 OVD 法, 但任何方法都是向燃烧器供给氢和氧, 使之燃烧的氢氧火焰供给四氯化硅 ( $\text{SiCl}_4$ ) 等的硅化合物, 通过水解反应生成二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ ), 堆积制造多孔质母材, 用电炉将其加热后得到透明的高纯度的石英玻璃。

[0004] 采用 VAD 法的石英玻璃的制造方法, 是通过使火焰水解反应生成的  $\text{SiO}_2$  堆积在边转动边提升的原始材料上, 形成多孔质母材。在 VAD 法中, 堆积中, 检测出多孔质母材的堆积顶端位置, 根据其增长调整拉升速度, 不过, 按照专利文献 1 所述, 堆积中, 如果拉升速度保持固定的话, 可以稳定地获得具有所希望的折射率分布的光纤用母材, 所以, 检测每个预先设定的时间相对于提升速度的设定值的偏差, 根据被查出的偏差量, 进行  $\text{SiCl}_4$  等的原料气体的流量校正。同时, 专利文献 2, 为了保持拉升速度固定, 控制多个外包用燃烧器中的邻接核心用燃烧器的外包用燃烧器的氢供给量。

[0005] 采用 OVD 法的石英玻璃的制造方法, 是通过使原始材料转动, 堆积用燃烧器沿着往返移动同时, 使二氧化硅堆积在原始材料周围, 形成多孔质母材。

[0006] 通过这样的方法制造出的多孔质母材, 然后在加热炉内加热到  $1500^\circ\text{C}$  左右, 成为透明的石英玻璃。此时, 往往为了减少玻璃中的残留气泡, 而炉内形成氢气环境。必要时, 在透明玻璃化之前在含有氯气气体环境中从  $1000^\circ\text{C}$  加热到  $1200^\circ\text{C}$  温度左右, 进行加热脱水处理。

[0007] 为了用 VAD 法制造由折射率高的核心部和, 折射率比核心部低的外包部构成的石英玻璃制造光纤用预制件的时候, 在纤芯堆积用燃烧器中, 作为提高石英玻璃的折射率的添加剂, 多数使用锗。锗是以化合物的形式被供给, 比如, 使用四氯化锗 ( $\text{GeCl}_4$ )。  $\text{GeCl}_4$  在氢氧火焰中水解而生成  $\text{GeO}_2$ 。  $\text{SiCl}_4$  和  $\text{GeCl}_4$  在常温下是液体, 是用载体气起跑并使之汽化后提供, 或是加热到高于沸点的温度, 使之直接汽化后提供。

[0008] 另外, 在采用 VAD 法和 OVD 法的制造设备中, 向燃烧器所供给的气体流量, 是采用热动式的质量流量计 (MFC) 来控制。

[0009] 在这里使用的氢是在常温下制造的氢, 或是以常温储藏的氢, 作为其供给中断时候的备用品, 可考虑使用低温贮槽储藏的液体氢升温及汽化后供给的液体氢。

[0010] 【专利文献 1】特开平 1-239033 号公报

[0011] 【专利文献 2】特开平 3-242341 号公报

[0012] 通过使用以常温制造的氢的 VAD 装置,在该氢的供给被阻断而切换成提供将液体氢汽化后的氢的时候,拉升速度自动上升 2%左右,使核心的直径变小。

[0013] 用 OVD 装置进行了同样的氢转换,被制造的多孔质母材的密度下降。

[0014] 这样,如果母材的核心的直径或密度发生变化,则不能稳定获得所希望的折射率分布的光纤用母材,存在产生次品的比例变高的问题。

## 发明内容

[0015] 因此,根据本说明书中包含的技术革新的 1 个方面,目的在于提供能够解决上述问题的石英玻璃的制造方法及石英玻璃的制造装置。该目的由权利要求范围的独立项中记载的特征组合而达成。从属权利要求规定了本发明的更有利的具体例。

[0016] 即,根据本说明书包含的革新相关的一方面的石英玻璃的制造方法之一例,提供使用 1 个以上的燃烧器,在该燃烧器供给氧和氢生成的氧氢火焰 焰中导入硅化合物,堆积由于火焰水解反应生成的二氧化硅,形成多孔质母材,将该多孔质母材加热并烧结,形成透明玻璃的石英玻璃的制造方法,特征为:是供给燃烧器以常温制造或储藏的氢,使用以气体的热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置控制该氢的流量,汽化用低温贮槽储藏的液体氢,作为备用氢供给燃烧器,将氢转换成备用氢,在进行转换的时候,将即将转换之前的氢流量乘以预先设定的校正系数,调整氢的流量。

[0017] 同时,根据本说明书包含的革新相关的一个方面的石英玻璃的制造装置的一例,提供使用 1 个以上的燃烧器,在该燃烧器供给氧和氢生成的氧氢火焰中导入硅化合物,堆积由火焰水解反应生成的二氧化硅,形成多孔质母材,将该多孔质母材加热及烧结,形成透明玻璃的石英玻璃的制造装置,其特征为包括:对燃烧器供给以常温制造或储藏的氢的第 1 氢供给设备;至少具有低温贮槽及汽化器,作为以常温制造或储藏的氢的备用品,提供通过汽化器将被低温贮槽储藏的液体氢汽化后的备用品氢的第 2 氢供给设备;把为了控制氢的流量的气体热容测量作为测量原理的测量装置或控制装置;在转换成备用氢的时候工作,将即将转换之前的氢流量乘以预先设定的校正系数,校正氢的流量的设定值的校正装置。

[0018] 另外,上述发明的概要,并未列举出本发明的必要的特征的全部,这些特征群的辅助结合也能构成本发明。

## 附图说明

[0019] 图 1 是表示正氢和仲氢的旋转状态的示意图。

[0020] 图 2 表现在各温度中的平衡状态的仲氢浓度,纵轴是仲氢浓度(%)、横轴是温度(K)。

[0021] 图 3 表示本发明的石英玻璃制造装置的具体构成例。

[0022] 图 4 是说明氢供给形态的示意图。

[0023] 图 5 是通过 VAD 的制造光纤用母材的制造方法的示意图。

[0024] 图 6 是表示根据 VAD 法制造的光纤用母材的折射率分布的概略图,纵轴表示比折

射率差,横轴表示预制件的径向位置。

[0025] 图 7A 是表示在本发明的实施例中的将用 VAD 法的光纤用母材制造装置供给氢,从常态氢转化成液体氢汽化后的氢时的拉升速度变化示意图,纵轴表示粉末堆积体的拉升速度 (mm/min),横轴是从左向右推进的时间 (一 刻度 2.4 小时)。

[0026] 图 7B 是表示在比较例中的拉升速度变化的示意图。

[0027] 图 8 是说明采用 OVD 法的光纤用母材的制造方法示意图。

### 具体实施方式

[0028] 以下,通过发明的实施形态说明本发明的 (一) 方面,不过,以下的实施形态不限定专利要求范围涉及的发明,而在实施方式中说明的特征组合并非全部都是发明的解决手段所必须的。

[0029] 对使用以常温制造的氢的 VAD 装置,转换成供给将液体氢汽化后的氢时,拉升速度提高 2% 左右,核心直径变小。经调查,该拉升速度的上升和核心的细径化的变化,与不改变  $\text{SiCl}_4$  流量并使氢的流量减少了 1% 左右时的变化相当。另外,拉升速度是根据核心堆积用燃烧器供给的  $\text{SiCl}_4$  和氢的流量大致决定的,核心直径是根据核心堆积用燃烧器供给的氢的流量决定的。

[0030] 同时,在 OVD 装置,如果也进行对液体氢汽化后的氢的转换的话,则母材的密度下降,不过,这仍然相当于使氢的流量减少时的变化。

[0031] 在被 MFC 供给的阶段,氢的压力及温度被保持在氢的转换前后同等程度,没有发现以常温制造的氢和液体氢的纯度及杂质浓度产生与这样的氢流量的变化有关的差别。

[0032] 因此,本发明者等着眼于氢分子的异构体。

[0033] 象图 1 示意性地表示的那样,在氢分子中存在核旋转的方向不相同的 2 种异构体。作为 2 原子分子的氢分子有着 2 个质子 (氢核),把这 2 个质子的旋转方向相同的叫做正氢,方向相反的称为仲氢。

[0034] 图 2 表示在各温度下的平衡状态中的仲氢浓度,在 200k 以上的常温中的平衡状态下,氢的正氢和仲氢比率为 3 : 1。不过,在液体氢的沸点 (20k) 附近的平衡状态中,大体上全部变为仲氢。另外,称在常温下正和仲处于平衡状态的氢为常态氢。因为从正氢向仲氢转换既缓慢,又发热反应,所以如果在不改变正氢和仲氢的比率的状态下,把常温的氢转换成液体氢时,在低温贮槽内进行从正氢向仲氢的转换,会引起发热,而使大量的液体氢蒸发。

[0035] 为了防止这样的反应,以稳定的状态储藏液体氢,通常,在氢的液化工序进行仲正转换,大体上全部为仲氢的液体氢被制造,被运输及储藏。

[0036] 汽化液体氢后的氢,在被提供给之后使用氢的设备为止的期间,由于与金属制配管内表面的磁性体原子的接触,仲氢某种程度被转换成正氢。然而,在数百米左右的配管内的通过时,被供给的仲氢的浓度是比常态氢还高的比率的状态。

[0037] 另外,正氢和仲氢其物性值不同,在 0℃ 中的定压比热,仲氢是 30.35[J/(mol · K)],常态氢是 28.59[J/(mol · K)],具有 6% 左右的差别。

[0038] 另一方面,为了控制氢的流量而使用的 MFC,因为测量并控制以热动式通过的流体的热容量,所以,需要对比热不同的流体,使用其每一个流体适合的转换系数 (conversion

factor) 保证流量的精度。

[0039] 为此,使用适于常态氢用的转换系数的 MFC,控制仲氢的浓度比常态氢还高的氢流量的话,则仲氢的浓度的实际流量与常态氢比较,在 0 ~ 6% 的范围变少。比如,确认了仲氢的浓度为 37% 左右的时候,氢的实际流量比常态氢少 1% 左右。

[0040] 这样的 0 ~ 6% 的氢的实际流量的变化,对被制造的产品的光学特性带来影响,从而提高不良品的比例。

[0041] 同时,还可以考虑以常态氢的状态储藏液体氢,不过,该方法,通过外加磁场抑制正氢向仲氢的转换,不但液体氢制造设备附随的低温贮槽,还需要对运输使用的货车、氢供给设备附随的低温贮槽全部设置同样的外加磁场的装置,成本较高不易使用。

[0042] 其次,将液体氢汽化之后的氢供给各制造设备,调查在各制造设备附设的热动式的 MFC 的控制值与实际流量的差。在实际流量测量中使用了科里奥利式质量流量计。

[0043] 其结果,即使实际运转,在能取得的范围使全体的氢使用量变化,常态氢用的被校正后的热动式 MFC 测量的流量相对于实际流量变化  $-1 \pm 0.2\%$  左右。该值表示每个装置相同的数值。

[0044] 本发明,用 MFC 的控制值,为了在由常态氢转换成将备用的液体氢汽化后的氢的时候,每个装置氢流量增加  $1 \pm 0.2\%$  左右,针对每个流量预先设定了校正系数。通过将这样设定的校正系数乘以即将转换之前的氢流量,控制转换后的 MFC 的氢流量,能保持核心堆积用燃烧器及外包堆积用燃烧器的氢的实际流量固定,获得长度方向的光学特性稳定的光纤用母材。另外,也可以在每个装置进行伴随该转换的调整,也可以设置集中管理。集中管理能更易于使用。

[0045] 另外,优选将  $\text{SiCl}_4$  和  $\text{GeCl}_4$  加温到比沸点高的温度直接使之汽化后供给。根据这个方法,可以正确获得任意的原料气体的浓度。另外,为了避免在到达燃烧器之前的时间内凝结再次液化,可以供给其他气体,比如用 He 稀释。还有,在  $\text{SiCl}_4$  和  $\text{GeCl}_4$  的供给中,用载气起跑使之汽化供给的方法,不过,载气和原料气体的混合气体,由于混合气中的原料气体的浓度受大气压左右,所以不是优选方法。

[0046] 图 3 表示本发明的石英玻璃的制造装置 10 具体的构成例。石英玻璃的制造装置 10 包括四氯化硅供给设备 100、第 1 氢供给设备 120、第 2 氢供给设备 140、氢供给源转换器 150、质量流量计 160、校正装置 180,和 VAD 装置 200。光纤用母材的制造装置,根据 VAD 法,通过在边转边提升的原始材料顶端依次堆积玻璃微粒子制造光纤用母材。

[0047] 四氯化硅供给设备 100,向 VAD 装置 200 供给四氯化硅 ( $\text{SiCl}_4$ )。第 1 氢供给设备 120,将以常温制造的氢或以常温储藏的氢供给 VAD 装置 200 配备的燃烧器。第 2 氢供给设备 140,具有低温贮槽 142 和汽化器 144,低温贮槽 142 储藏的液体氢被汽化器 144 汽化,供给 VAD 装置 200 具有的燃烧器。从第 2 氢供给设备 140 供给的氢可以作为从第 1 氢供给设备 120 供给的氢的备用品使用。

[0048] 氢供给源转换器 150,用于将供给 VAD 装置 200 氢的供给源转换为第 1 氢供给设备 120 还是转换为第 2 氢供给设备 140 的转换。氢供给源转换器 150,比如,可以在来自第一氢供给设备 120 的氢供给路径上设置第 1 阀门 152,并在来自第 2 氢供给设备 140 的氢供给路径上设置第 2 阀门 154。

[0049] 质量流量计 160 测量氢的流量,控制该流量使之与设定值相符。质量流量计 160,

优选是以气体的热容测量作为测量原理的控制器。

[0050] 校正装置 180 具有检测部 182、设定值存储部 184、校正系数存储部 186 和校正演算部 188。控制装置 180 在适宜校正对 VAD 装置 200 的氢供给量的设定值的同时,设定质量流量计 160。校正装置 180 在从第 1 氢供给设备 120 转换成第 2 氢供给设备 140 氢供给源的时候,将即将转换之前的氢流量乘以预先设定的校正系数,校正氢流量的设定值。

[0051] 检测部 182 用于检测氢的供给源在第 1 氢供给设备 120 和第 2 氢供给设备 140 之间是否发生转换。检测部 182 监视第 1 阀门 152 及第 2 阀门 154 中哪个已打开,从而可以检测出氢供给源的转换。另外,检测部 182,监视在被质量流量计 160 供给的氢中的正氢和仲氢的比率,从而可以检测出氢供给源已转换。

[0052] 设定值存储部 184 用于存储氢的流量设定值。校正系数存储部 186,存储在校正 VAD 装置 200 供给的氢的流量时使用的校正系数。校正氢的流量时,校正演算部 188,将被设定值存储部 184 存储的氢的流量设定值乘以被校正系数存储部 186 存储的系数,把乘法结果作为校正后的设定值,在质量流量计 160 设定。校正演算部 188,还可以在不校正氢的流量的情况下,将设定值存储部 184 存储的氢的流量设定值直接设定在质量流量计 160。

[0053] VAD 装置 200 具有核心堆积用燃烧器及外包堆积用燃烧器,让被供给的四氯化硅和氢反应,使之堆积玻璃微粒子。

[0054] 以下,围绕本发明的实施形态,通过列举的实施例及比较例,进一步详细说明本发明,不过,本发明不受这些所限定。

## 实施例

[0055] 实施例 1

[0056] 如图 4 示意的那样,将被商业性开发并提供的液体氢储藏在液体氢集装箱内,在通过汽化器使之汽化,生成氢气的氢供给设备的后段,与供给以常温制造的氢(以下称常态氢)的配管合流,连接到使用氢的设备上。在液体氢供给线的配管和供给常态氢的配管上,分别在即将合流之前设置阀门,使得单独使用各线成为可能。

[0057] 图 5 表示本实施例使用的 VAD 装置的概略图。VAD 装置具有核心堆积用燃烧器及在其上方外包层堆积用燃烧器,供给分别由 MFC 进行流量控制的氢、氧、惰性气体、作为原料被汽化后的  $\text{SiCl}_4$ 。

[0058] 对 VAD 装置的氢供给,关闭液体氢供给线侧的阀门,供给常态氢。在氢氧火焰中被提供的  $\text{SiCl}_4$  通过水解反应变成为  $\text{SiO}_2$ ,在一边旋转一边提升的靶顶端依次堆积,形成粉末堆积体。堆积中,在粉末堆积体顶端附近由照相机(CCD)进行监视,配合粉末堆积体的增长,由 PID 控制器调整提升速度,以使其顶端位置不上下颠倒。

[0059] 在下方核心用堆积燃烧器中,除了  $\text{SiCl}_4$  以外也供给  $\text{GeCl}_4$ 。 $\text{GeCl}_4$  还是通过火焰水解成为  $\text{GeO}_2$ ,添加到最终制造的石英玻璃中而提高了折射率。由于只在核心用的燃烧器供给  $\text{GeCl}_4$ ,使得只在核心部的折射率被提高,制造出如图 6 所示的,具有作为光纤用的折射率分布的光纤用预制品。同时,在该图中,纵轴是比折射率差,横轴表示预制品的径向位置。

[0060] 在堆积进行到某种程度时,将向核心堆积用燃烧器及外包堆积用燃烧器的氢的供给,从常态氢转换成液体氢被汽化后的氢的同时,用将即将转换之前的氢流量乘以校正系数而得到的值,让各制造设备的 MFC 的控制值一律增加 1%。

[0061] 其结果,在转换前后的氢的实际流量无丝毫变化,如图 7A 所示,在转换前后,没有发现拉升速度的异常,所得到的粉末堆积体透明玻璃化后得到的光纤用预制品,在长度方向的光学特性稳定。另外,图 7A 及图 7B 的纵轴,表示粉末堆积体的拉升速度 (mm/min),横轴是从左向右推进的时间(一刻度为 2.4 小时)。

[0062] 同时,就 OVD 装置而言,从常态氢转换成使液体氢汽化后的氢的时候,同样,各制造设备的 MFC 的控制值一律增加了 1%。其结果,没有发现使用常态氢时和使用液体氢汽化后的氢时,制造出的多孔质母材的密度之差。

[0063] 比较例 1

[0064] 除了从常态氢转换成使液体氢汽化后的氢时,没有进行氢流量的校正以外,均与实施例 1 相同地进行了光纤用备用品的制造。

[0065] 其结果,在氢的转换前后中,氢的实际流量发生变化,如图 7B 所示,提升速度快了 2%。在将得到的粉末堆积体作透明玻璃化时,发现由于这个变化,折射率分布和核心直径及外包直径变动,而不能作为光纤预制品使用。同时,在一部分装置中的粉末堆积体破碎。可以认为,这是因为在转换前后,氢的实际流量突然发生变化,致使密度发生急剧地变化而造成的。

[0066] 在各 OVD 装置也不进行 MFC 的控制值的变更的状态下,进行了氢的转换。结果,所制造的多孔质母材的密度减少了 1.5% 左右。其结果,外径变大,致使其粗细达到在以后工序无法进入加热炉的程度,因此,出现了不能进行透明玻璃化的情况。

[0067] 以上,用实施形态说明了本发明的(一)方面,不过,本发明的技术的范围不受上述实施形态记载的范围所限定。对上述实施形态可以加以多种多样的变形和改良。从专利权利要求的范围的记载可以明确,这样的变形和改良也包含在本发明的技术范围中。

[0068] 请注意的,是,权利要求书、说明书和在附图中表示的装置、系统、程序、和在方法中的操作、次序、步骤,和阶段等的各处理的实行顺序,只要没有特别注明“比...先”、“在...之前”等,或者只要不是后边的处理必须使用前面的处理的输出,就可以以任意的顺序实施。有关权利要求的范围、说明书和附图中的操作流程,为了说明上的方便,使用了“首先”、“其次”等字样加以说明,但即使这样也不意味着以这个程序实施是必须的条件。

[0069] 从上述说明可以明确,根据本发明的(一)实施形态,即使将氢的供给切换到将备用的液体氢汽化后的氢的时候,也可通过将即将转换之前的氢流量乘以预先设定的校正系数,调整氢的流量,得以将氢的实际流量保持固定,能使用 VAD 法制造的石英玻璃制光纤备用品的光学特性稳定。同时,通过 OVD 法制造的石英玻璃的也能抵御起因于密度的变化的不良品发生。因此,本发明的(一)实施形态,以高收获率得到了光学特性稳定的光纤用母材,为生产率的提高做出贡献。

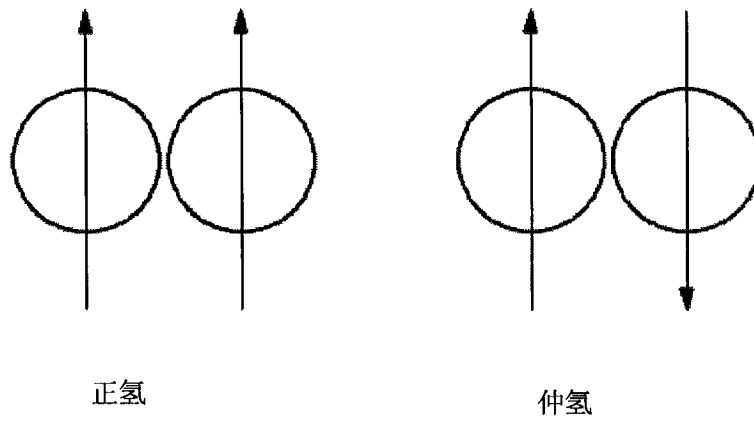


图 1

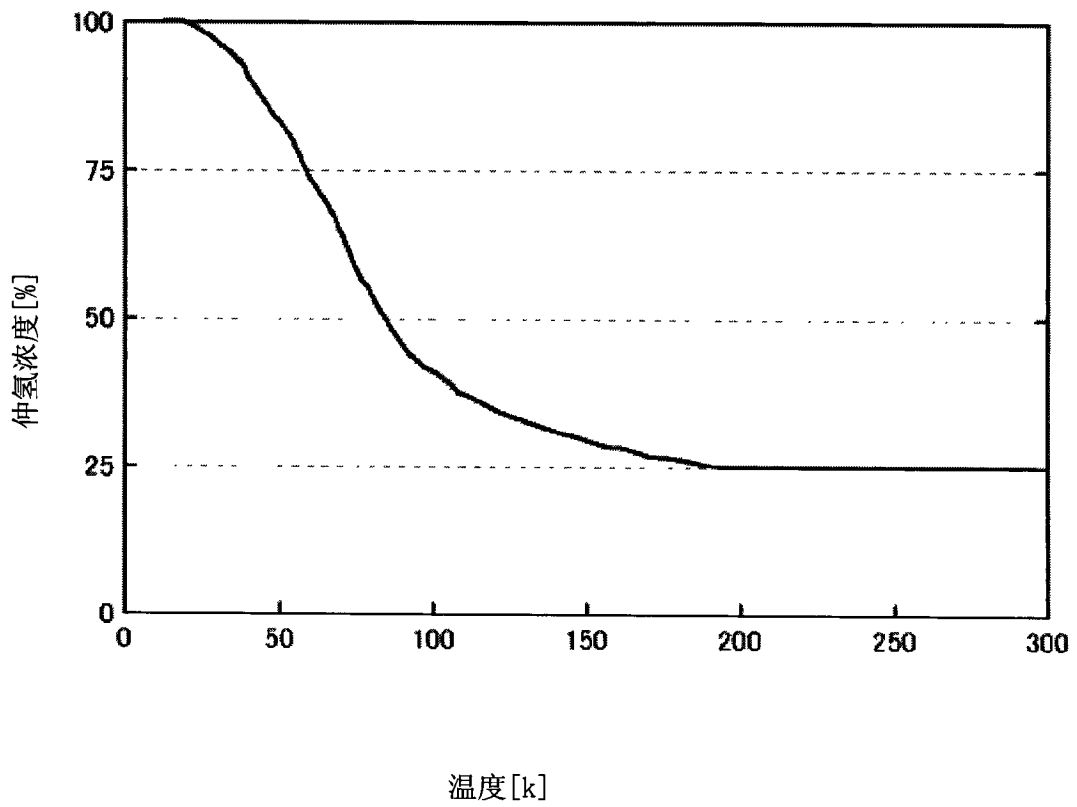


图 2

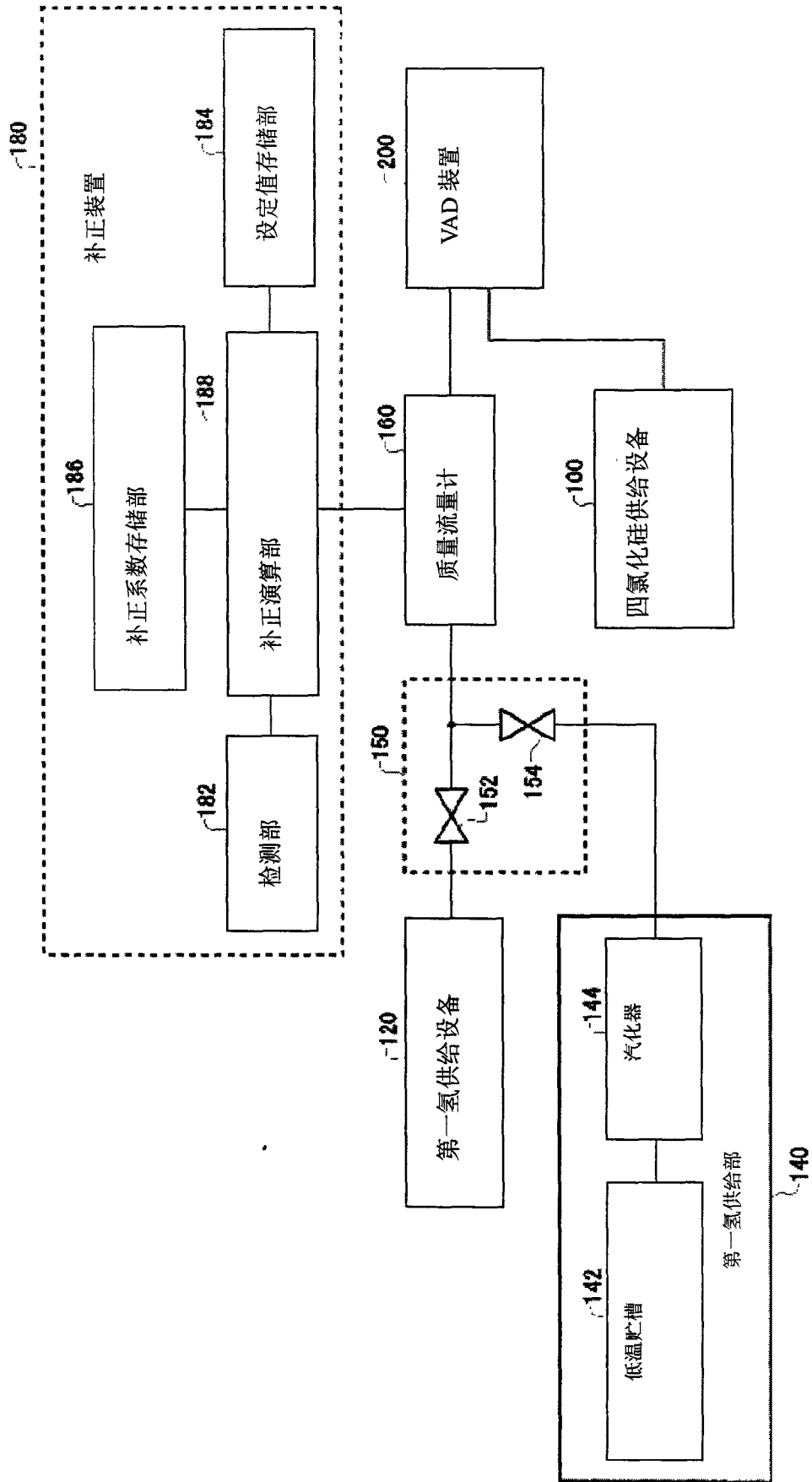


图 3

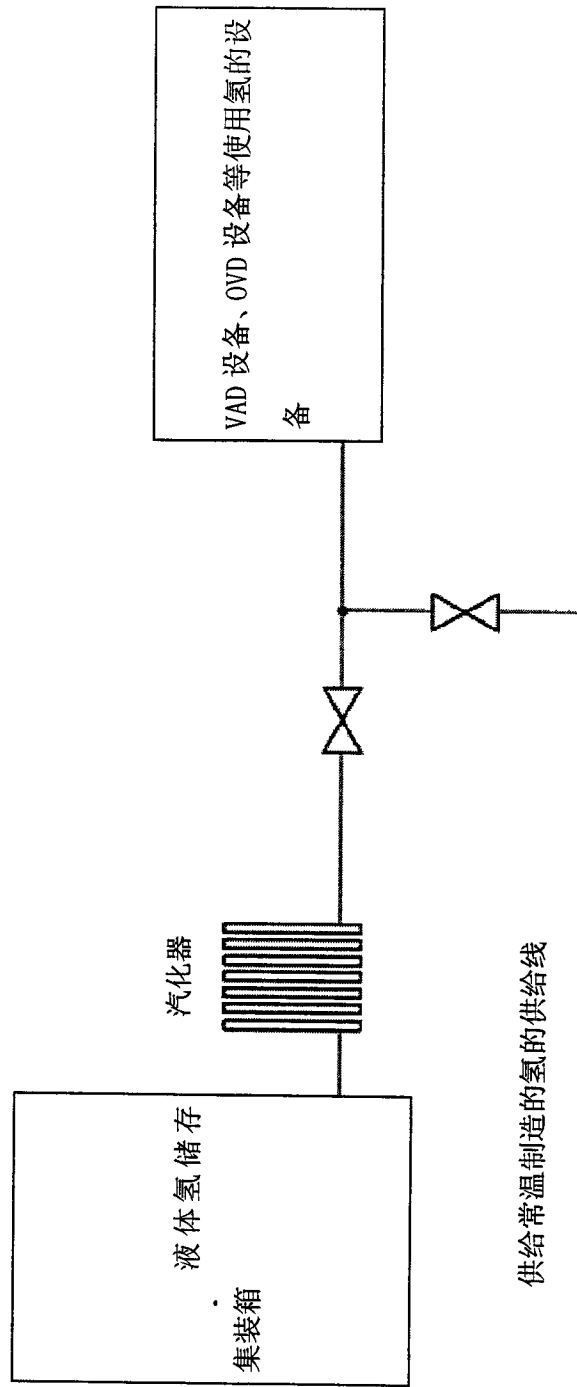


图 4

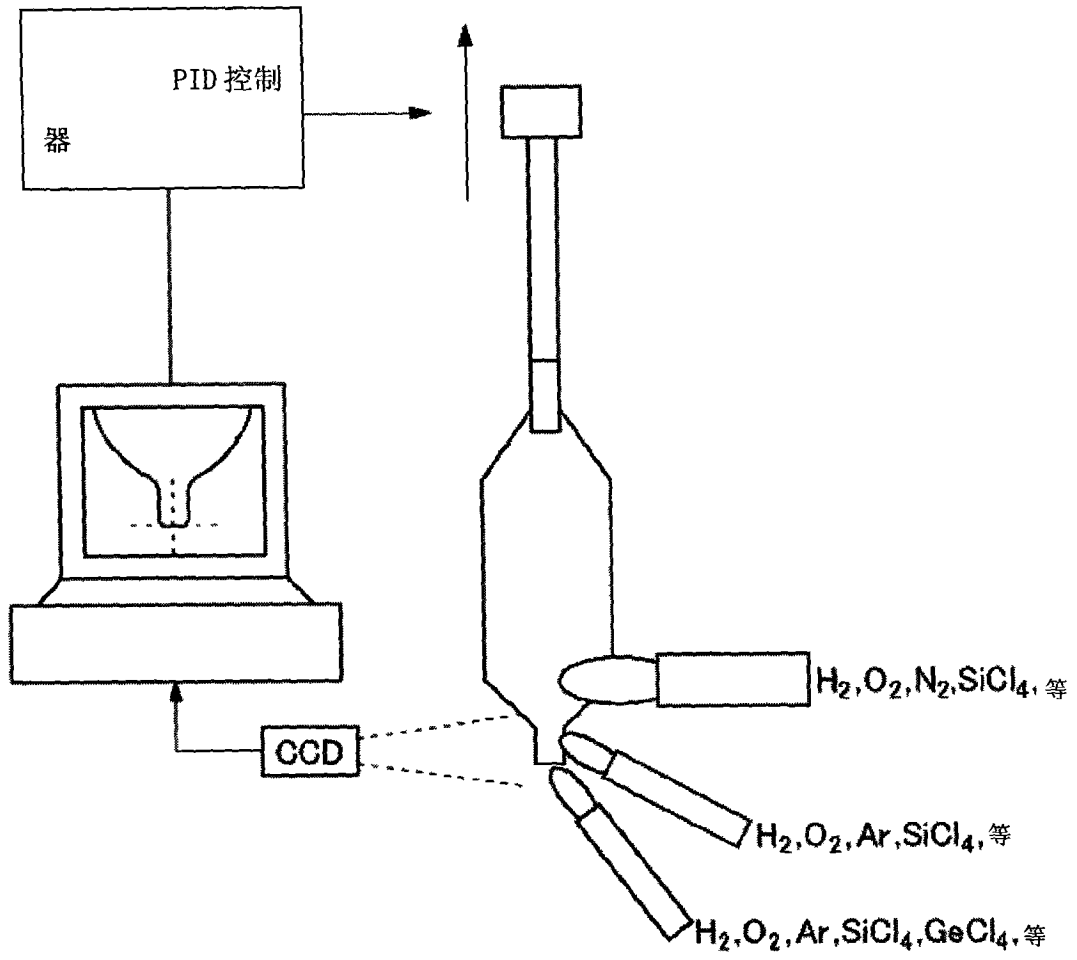


图 5

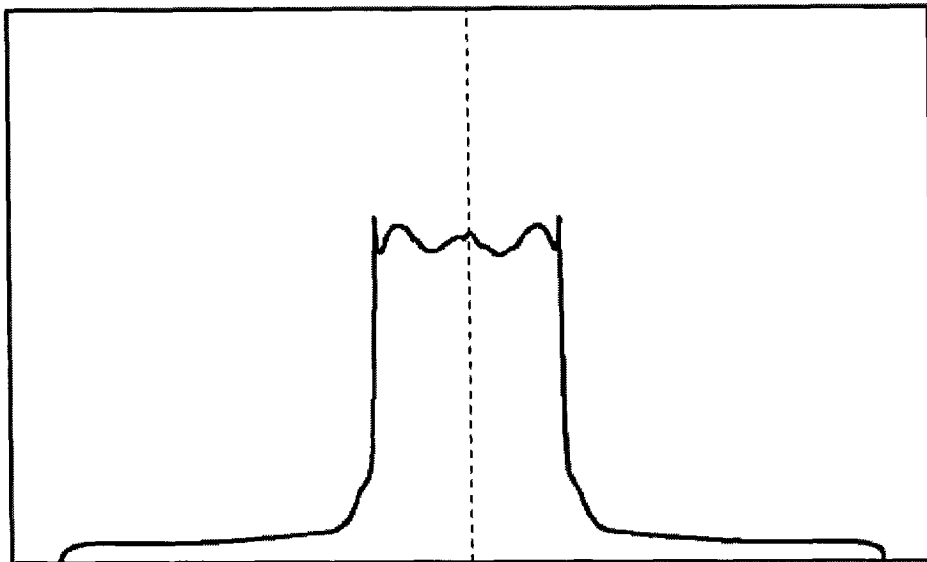


图 6

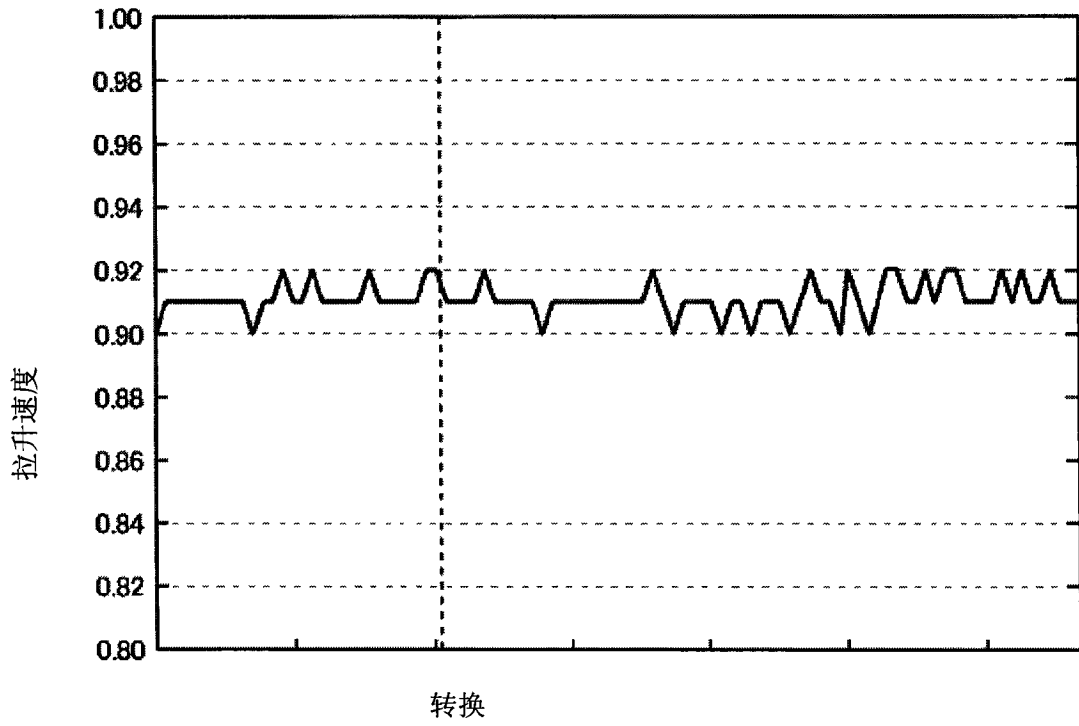


图 7A

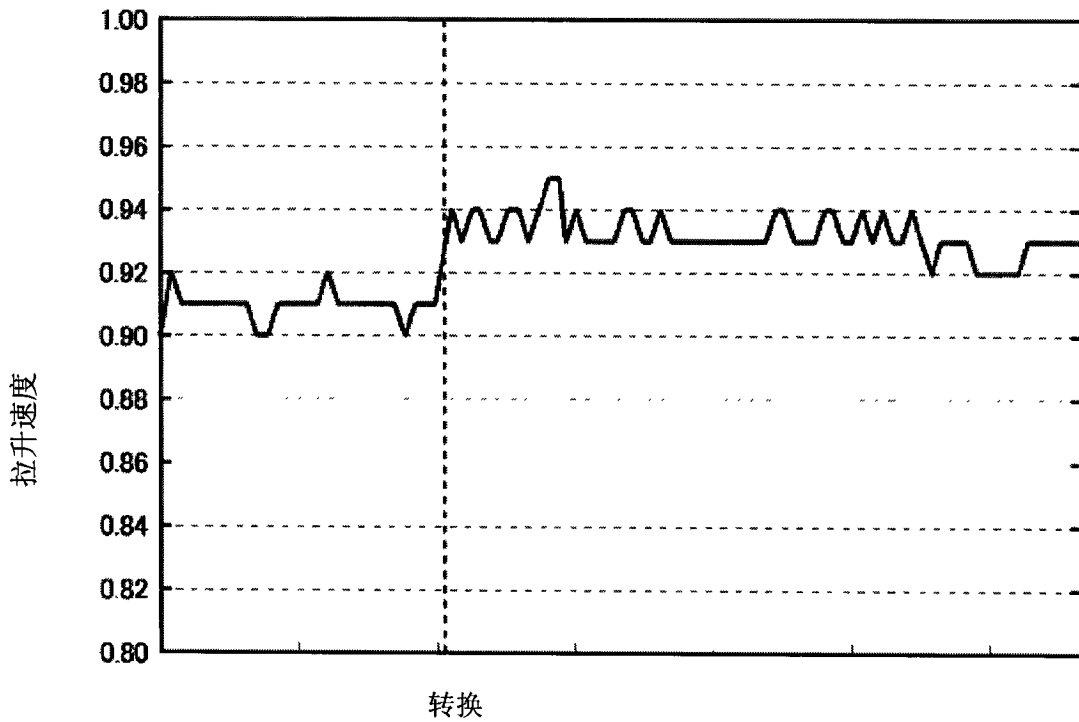


图 7B

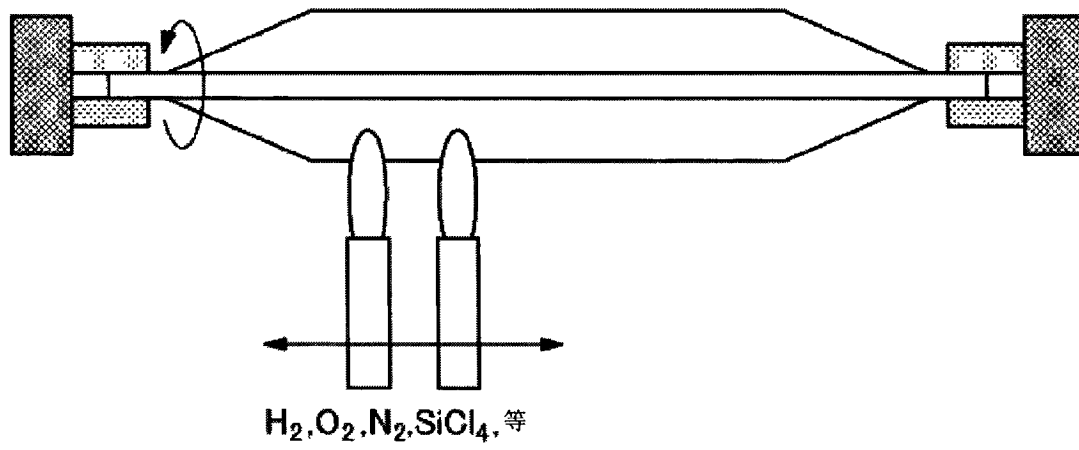


图 8