

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
C03B 37/023

(45) 공고일자 2000년11월15일

(11) 등록번호 10-0271834

(24) 등록일자 2000년08월21일

(21) 출원번호	10-1994-0004620	(65) 공개번호	특1994-0021443
(22) 출원일자	1994년03월10일	(43) 공개일자	1994년10월17일
(30) 우선권 주장	8/029,750 1993년03월11일 미국(US)		
(73) 특허권자	에이티 앤드 티 코포레이션 엘리 웨이스 미국 뉴욕 10013-2412 뉴욕 애비뉴 오브 디 아메리카즈 32에이티 앤드 티 코 포레이션 알 비 레비 미국 뉴욕 10013-2412 뉴욕 애비뉴 오브 디 아메리카즈 32		
(72) 발명자	수하스 다타트레야 브한다카 미합중국 뉴저지 07974 머레이 힐 1-에이 사우스게이트 로드 68 하리쉬 씨. 찬단 미합중국 조지아 30278 스넬빌 블리스 워크 1545 데이비드 윌프리드 존슨 주니어 미합중국 뉴저지 07921 베드민스터 오크우라 레인 5 존 버네트 맥체스니 미합중국 뉴저지 08833 레바논 크레이트타운 로드 박스 187		
(74) 대리인	김영, 김창세, 장성구		

심사관 : 홍순철

**(54) 줄-겔을 사용하는, 내구성이 우수한 광섬유의 제조방법**

**요약**

줄-겔 유도된 유리를 포함하는 예비 성형물로부터 인발된 광 섬유는 마이크론 크기 정도의 작은 내화성 입자들을 함유하는 것으로 밝혀졌다. 상기 입자들은 섬유의 균열을 야기시켜 내구성 시험인 인장 강도 필요 조건에 부합하지 않는 섬유를 생성한다. 효과적인 분리방법은 겔화되지 않은 줄에서 분리되기 위해 현탁된 줄 입자들과 상이한 밀도 및/또는 크기에 의존한다. 바람직한 분리 과정은 원심분리 과정이다.

**대표도**

**도1**

**명세서**

[발명의 명칭]

줄-겔을 사용하는, 내구성이 우수한 광섬유의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

도면은 실시예에 사용된 원심 분리 장치를 도시한다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 줄-겔 생성 유리를 포함하는 예비 성형물로부터 인발된 실리카 기재 광섬유의 제조방법에 관한 것이다. 초기의 용도는 통상의 섬유 제조 공정에 의해 제조한 코아 막대를 둘러싸고 있는 줄-겔 생성 오버클래딩관(overcladding tube)으로 이루어진 복합 예비 성형물로부터 제조한 저-손실의 단일 모드 섬유 형태를 취할 것으로 생각된다.

1992년 8월 14일자로 출원된 동시계류중인 미합중국 특허원 제 07/930,125 호는 줄-겔 제조 실리카 기재 유리 물체의 사용시 경제적인 문제를 최종적으로 극복한 획기적인 기술 발전을 나타내고 있다. 한 용도에서, 수트 가공(soot processing) 또는 변형된 화학적 증착법(MCVD)에 의해 제조한 코아를 갖는 관상체(tubular bodies)는 광섬유가 인발될 수 있는 복합 예비 성형물을 구성한다. 상기 특허원은 줄에 유기 중합체를 혼입하여 건조시에 일어나는 겔화된 관상체의 균열을 피할 수 있다고 개시하고 있다. 후속 단계로 소성시 중합체를 제거하여 현재 사용하고 있는 보다 비용이 많이 드는 방법에 의해 제조한 섬유에 상응하는 품질의 최종 인발 섬유를 생산 한다.

집중적인 실험은 초기의 목적(생성된 중합체가 최신 기술의 섬유와 동일한 손실 특징을 갖는다는 주장)을 뒷받침 했다. 그러나, 또다른 문제가 확인되었다. 불연속 오염 입자에 의한 섬유 균열로 인해 수율이 감소 되었다. 1 $\mu$ m 또는 이보다 더 적은 크기일 수 있는 상기 입자들은 MCVD 또는 수트 공정동안 고유하게 방지될 수 있다.

액상으로 부터 운반된 특정 입자들은 후속 고온 가공시에(약 2200℃에서 소성하기 전 또는 소성하는 동안) 유리에 융합된다.  $Al_2O_3$ 는 상기와 같은 무해한 오염물의 한 예이며, 이들은 불연속 입자로 존재하지 않기때문에, 균열을 개시하지 않는다. 고온 가공시에 잔존할수있어서 관심의 대상이 되는 입자들을 “내화성 입자”라 부른다.

본 발명에서 청구하는 것은 그중에서도 특히  $ZrO_2$  및  $TiO_2$ 와 같은 입자들의 제거에 관한 것이다. 특별한 과정은 겔화이전에 기계적 분리에 의존하는 과정이다. 기계적 분리는 현탁액을 구성하는, 즉 수성 졸을 구성하는  $SiO_2$  입자들로 부터 원치않는 입자들을 구별하기 위해 밀도 및/또는 크기 차이를 근거로 할수 있다. 밀도에 의한 침전 및 크기에 의한 여과가 유용하다.

바람직한 분리과정은 위배되는 입자를 제거하기 위한 원심분리법에 의한 것이다. 상기 원심분리법은 밀도 및 크기 차이 둘다에 동시에 민감하다.  $ZrO_2$  및  $TiO_2$ 와같은 내화성 입자의 제거과정은 수성 현탁액중에서 주로 졸을 구성하는  $SiO_2$  입자들에 비해 밀도가 더 큰 것에 주로 의존한다. 또한 동시에 균열 핵형성 및 기포중심(bubble centers)으로 작용할수 있는  $SiO_2$  입자들의 응집물 제거는 크기가 더 큰 것을 근거로 한다.

도면은 실시예에 사용된 원심분리 장치를 도시한 것이다. “보틀형(bottle)” 원심분리장치로 일반적으로 부르는 상기 장치에서 분리된 물질은 보틀형 장치의 기부에서 케이크로 수집된다.

본출원과 동시에 출원된 미합중국 특허출원 제\_\_\_\_\_호, (Bhandarkar-2)에서는 졸-겔 제조 부분을 포함하는 예비 성형물로부터 제조된 섬유에서 내화성 입자를 제거하는 일반적인 문제를 교지하고 있다. 상기 출원에 의하면, 불연속 내화성 입자들은 여전히 다공성인 건조 겔을 가스 처리하므로써, 크기가 감소된다. 바람직한 처리 방법으로는, 산소가 없는 주위에서 예를 들면, 내화성  $ZrO_2$ 와 반응하는  $SOCl_2$ 를 사용하여 Zr을, 궁극적으로는  $ZrCl_4$ 로 제거하는 것이다.

본원과 동시에 출원된 상기 출원의 방법은 대단히 효과적이거나, 겔화시키기전에 졸로부터 보다 큰 입자들을 제거하므로써 촉진된다. 따라서, 바람직한 상업적인 사용은 2가지 과정을 병행하는 것에 의존할 것으로 생각된다. 최종적으로, 본 발명의 실시예의 특정 과정들은 졸에서 작업하며, 상기 출원의 방법은 따라서 겔화시에 오염과 관련된 문제들을 완화시킬수 없다. 최종겔로부터 입자들을 제거하는 것에 관한 동시 출원된 출원은 후속 오염에 대해 보고하고 있다.

오버클래드를 제조하기위한 졸-겔 과정은 기대를 충족시킨다. 초기에 사용된 오버클래드 관 대신에 졸-겔 클래드를 사용한 복합 예비성형물로부터 인발된 섬유는 인발된 섬유의 손실특성이 동일하다는 목표를 이룩한다. 그러나, 강도는 영향을 받는다. 실험 생산시, 초기 복합 예비성형물로부터 제조한 섬유의 100kpsi 내구성 시험에 의하면 섬유 1 메가미터 당 25개의 균열(break)이 나타났다. 그중에서, 85%는 표면 및 코어-오버클래드 계면에서 일어났으며, 단지 약 5%만이 오버클래드 내면의 입자에 기인한 것이었다. 대조적으로, 졸-겔 유도된 오버클래드를 포함하는 예비성형물로부터 인발된 섬유의 20kpsi 내구성 시험 결과, 500m 섬유에서 2개의 내부 균열이 야기되었다(통계적으로 불충분한 샘플링 이지만 과도한 균열을 필수적으로 수반한다). 상기 내부 균열은 오버클래드에서  $6\mu m$  이상의 내화성 입자들인 것으로 조사되었고, 인발시에 잔존하는 내화성 입자는 균열의 핵을 형성한다.

균열 기작에 대한 상당한 정보가 다음 문헌에 있다. [Fundamentals of Fracture Mechanics, J. F. Knott, London, Butterworths, pp. 98-105, 1973.참조]. 결함을 포함함으로써 섬유 균열을 야기시키는 관련 현상인 그리피트 균열(Griffith Cracks)은 균열-핵형성 입자들의 크기가 소정의 섬유의 횡단면의 인장 응력과 관계가 있다고 보고한다.

크기와 양 둘다에 대해 요구되는 입자의 배제는 제조 사양에 따라 변한다. 단일한  $2\mu m$  입자의 존재는 100kpsi 내구성 시험에서 균열을 야기 시킨다. 통상의 단일모드 디자인은 섬유 1000km 당 30kg의 오버클래드를 필요로한다. 1 메가미터 당 5개 이하(또는 1 메가미터당 5개의 입자)의 균열이라는 사양서의 필요 조건은 오염물이  $10^{15}$ 당 두 셋 부분으로 남도록 이를 제거하는 것과 동일하다.

오염물은 다양한 유래를 갖는다. 어디든지 존재하는  $ZrO_2$  이외에도, 똑같이 다루기힘든  $TiO_2$  및  $Cr_2O_3$ 의 내화성 입자들이  $SiO_2$ 졸 입자들의 형성 및 분산시에 도입될수 있다. 이들은 모두 충분히 내화성이어서 가공시에 잔존하며 섬유 균열을 야기시킨다.

#### [원심 분리]

문제의 확인-수성 현탁액으로 부터 입자들을 제거하는 것은 적절히 디자인한 원심분리장치에 의해 수행된다. 제거될 입자들은 2가지 유형을 갖는데, 이들 둘다는 수성 매질중에서 본질적으로 졸을 구성하는  $SiO_2$  입자들과는 상당히 차이가 있다. 상기 입자들은 밀도가 더 크거나 [예를 들면  $ZrO_2$  및  $TiO_2$ 의 경우 5.5gm/cc 및 4.5gm/cc( $SiO_2$ 의 2.2gm/cc와 비교)] 또는 크기가 더 크다[ $SiO_2$  응집물의 경우 전형적으로 1-8  $\mu m$ ( $SiO_2$ 현탁 입자들의 경우 평균 크기 0.05 $\mu m$ 와 비교)].

필수적인 원심분리 조건은 잘 알려져 있다[Encyclopedia of Chemical Technology, Kirk-Othmer, sec. ed. vol. 4, pp. 710 -758(1964) 참조]. 원심분리 형태는 연속 흐름을 제공하는 장치 뿐아니라 도면에 도시된 보틀형 원심분리기를 포함한다. 하나의 상기 장치는 흐름이 원통형 용기의 축을 따라 흐르는 “바스켓형” 또는 “관형” 원심분리기이다. 또다른 것은 흐름이 디스크 더미의 표면에 대해 평행한 “디스크형” 원심 분리기이다. 원심분리 장치는 인용문헌의 pp. 715-717에 상세히 설명되어 있다.

분리[일반적으로 스토크스 법칙(Stokes Law)(p.713)에 따라 수행]과정은 액체 매질에 대한 입자의 밀도 차이에 따라 선형으로 변하며, 입자 크기의 제곱으로 변한다.

원심 분리장에서 침전되는 입자의 경우 스토크스 법칙은 다음 식으로 표현된다.

$$V_s = \Delta \rho d^2 \omega^2 r$$

$$18 \mu$$

상기식에서,

$V_s$  = 원심 분리장에서 입자의 침전 속도이다.

$\Delta \rho = \rho_s - \rho_L$ , 입자의 질량 밀도와 둘러싸고 있는 액체 매질의 질량 밀도와의 차이이다.

$d$  = 입자의 직경이다.

$\omega$  = 입자의 각속도이다.

$r$  = 침전 속도를 측정할때 줄 내부의 평면과 회전축 사이의 반경이다.

따라서,  $ZrO_2$  (5.5gm/cc 밀도)는 통상의  $SiO_2$ 를 입자들 보다  $(5.5-1)/(2.2-1) \times (1 \text{ 내지 } 8)^2 / (0.05)^2 = 1500$  내지 90,000 배 더 빠르게 움직인다. 400개의 통상의 줄 입자들의 응집물(따라서, 단일의 줄 입자보다 약 8 배 큰 크기)들은 개별적인 입자들보다 약 50배 더 빨리 움직인다. 실시예에 보고된 바와같이, 1조의 작업 조건(3200g에서 30분간 원심분리)은 균열-핵형성  $SiO_2$  응집물과 함께 0.8 $\mu m$ 보다 큰 크기의  $ZrO_2$  입자들을 제거하는 동시에, 현탁된  $SiO_2$ 를 3.5% 미만으로 제거한다( $SiO_2$  감소는 한계 수준 또는 균열-핵형성 수준보다 상당히 낮게 된다). 침전이 방해된 경우를 위해 변형된 스토크스 식을 사용한 계산의 경우 0.2 $\mu m$ 이하의  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$  및  $Cr_2O_3$  입자들을 제거해야 한다.

다른 형태의 원심분리 장치, 예를들면 디스크형 원심 분리기 뿐만아니라 관형 원심분리기가 적절할 수 있다.

#### [실험 절차]

실험 절차는 입수할 수 있는 상업적 제품의 특징에 기초를 둔다. 상업적으로 이용가능한 물질은 수성 현탁액 형태로 0.05 $\mu m$ 의 평균 입자 크기를 갖는  $SiO_2$  입자들로 이루어진다. 균열 유도 핵으로 작용할수있는 응집물들은 0.4 $\mu m$ 으로 응집할 수 있는 400개 이상의 입자들로 이루어진다(0.05 $\mu m$  줄 입자들을 기준으로 할때). 상기 응집물의 함유량은 상기 물질에서 1.0중량% 미만의 양으로 존재하는 것으로 밝혀졌다. 부적절한 줄  $SiO_2$ 에 기인한 결점인 “불균질성”을 최소화시키는 것이 필요하다.  $SiO_2$  줄의 최소 함량은 겔화의 완료시 약 30중량%이다. 실험에 의하면 적절한 원심분리시에 최대 1%의 손실을 나타낸다. 그러므로, 원심분리전에 허용최소치는 31%이다. 보고된 실험에 사용된 전형적인 상업용 제품들은 판매되고 있는, 곤란한 점이 없는  $SiO_2$ 를 46중량% 함유했다. 보다더 희석된 줄을 사용한다면, 상기 수준은 제한될 수 있다.

본 발명의 개시사항은 줄에 고유하게 존재하는 바와같은 불균질 물질의 크기를 감소시키거나 이를 제거하는데 관한 것이다. 최종 제품인 광 섬유에 필요한 것이다. 주위 대기, 불결한 표면등으로 부터의 오염을 피하기 위해 고안된 통상적인 관행을 따라야한다. 줄-겔 공정은 수트 기재 공정 또는 MCVD 보다 상기 오염원에 대해 본질적으로 더 민감하다. 또한, 줄-겔 공정은 본 발명의 물리적 분리시 및 겔화시 두 경우 모두 용기 벽으로부터 쉽게 오염된다. 실시예에 나타난 데이터는 표면 또는 계면의 균열이 없는 섬유를 제조하기 위해, 영향을 미치는 오염물이 없는 주형을 사용하는 것을 기본으로 한다.

동시 계류중인 미합중국 특허원 제 \_\_\_\_\_ 호(S.D.Bhandarkar 2)호는 여전히 다공성인 건조된 겔로부터 입자를 가스 제거하는 과정에 관한것이다. 줄 정제를 위해 상업적으로 채택된 과정은 상기 가스 제거에 의해 보충될 수 있다.

줄-겔 관을 제조하는 효과적인 과정은 1992년 8월 14일자로 출원된 미합중국 특허원 제 07/930,125 호에 개시되어 있다. 이를 하기에 간단히 설명하고자 한다. 특정 실험에서, 내화성 입자들인  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$  및  $Cr_2O_3$ 를 줄에 첨가했다. 입자들을 제거한후 겔의 특징은 처리 전후의 불순물의 함량을 직접 분석하거나, 생성된 섬유를 인발하여 시험하므로써 알아냈다. 잔류 미립 물질의 임계량이 매우 적기 때문에, 대부분의 식별시험은 섬유 균열수에 의하는 것이었다

원심 분리는 제1도에 나타난 바와 같은 벤치 탑(bench top) 보틀형 원심분리기에서 수행했다. 직경 4cm 및 길이 10cm의 근사치수를 각각 가져 약 1ℓ의 용량을 생성하는, 규칙적으로 이격된 4개의 보틀로 이루어진다. 보틀들은 길이 30cm의 로터암(11)에 부착되어 있고, 차례로 도시하지 않은 수단에 의해 구동되는 로터(12)에 연결되어있다. 설명한 바와같이, 작업에의해 침전물(13)(“케이크”)이 생성된다. 사용된 장치는 최고 속도 3900rpm을 가져, 3200g ( $3 \times 10^6 \text{ cm/sec}^2$ )의 가속을 야기시킨다.

사용된 첫번째 실험은 1250rpm에서 1시간동안 원심 분리시키는 것이다(실시예 2). 그 이후의 실시예들은 실험 장치에서 사용할수있는 최고 속도인 3900rpm을 30분간 사용했다. 원심 분리시킨후, 상등액을 따라내어 주조에 사용된 줄을 만든다. 케이크의 분석은 섬유의 균열을 근거로하는 실험 결과와 일치했다.

실시예에서는 예비 성형물의 형성 및 인발을 위한 표준 실험을 수행하였다. 사용된 과정을 하기에 간단히 제시한다.

오버클래드관은 훈증 실리카 2500g의 수성 분산액으로 부터 제조했다. 상기 분산액은 약 50m<sup>2</sup>/g의 표면적

을 갖는 46중량%의 콜로이드 실리카를 함유했다. 입경 분포는 직경 약 50 nm에 집중되어 있으며, 5nm에서 200nm까지의 범위이다. 수(25중량%)중에 용해된 일정량의 테트라메틸암모늄 수산화물(TMAH)( $\text{SiO}_2$ 을 기준으로 2.5중량%)(모두 건조 중량으로)을 상기 분산력에 첨가했다. 이로 인해 pH가 약 12로 상승되었으며, 겔화 및 침전에 대해 졸이 안정화되었다. 20시간후, 분자량 약 50,000의 폴리에틸옥사졸린 0.21중량% 및 글리세린 0.87중량% (이들 모두  $\text{SiO}_2$ 를 기준으로 한다)를 첨가하고 졸과 혼합했다. 메틸 포르메이트( $\text{SiO}_2$ 를 기준으로 2.1중량%)를 첨가하고 즉시 졸을 주형에 부었다. 주형은 아크릴성 관 및 원통형형 스테인레스강 막대로 이루어져, 함께 외경 63.5mm × 내경 28.6mm × 길이 1m 의 치수인 관형 주조를 제공한다. 포르메이트를 첨가한 후 pH는 10분간 9.6 내지 9.7의 값으로 감소했으며, 실질적으로 완전한 겔화가 야기되었다. 10분후 겔화는 실질적으로 완료되었다.

주형으로부터 겔 관을 제거하고 3인치 이격되어 회전하는 직경 2.5인치의 롤러상에서 수평으로 건조시켰다. 헬륨계 밀폐된 박스내에서 2주간 1rpm에서 회전시켜 내경 25.1mm × 외경 55.6mm × 길이 844mm의 건조된 관(수축율 12.4%에 상응함)을 수득했다. 보고된 결과들은 실온 및 약 80%의 상대 습도에서 수득했다.

건조시킨 관을 용합된 석영 소성 슈라우드(shroud)안에 넣었다. 소성 슈라우드를 엘리베이터위에 지지시키고, 이때 엘리베이터는 12인치 길이의 노의 고온 대역을 통해 샘플을 수직으로 이동시킨다. 소성이 일어나는 동안, 소결되지 않은 관의 중심 구멍으로 11.3cm 연장된 19mm의 막대로 관상체를 지지시켰다. 노를 1000℃의 탈하이드록실화 온도로 가열하면서, 샘플을  $\text{He}$ ,  $\text{O}_2$  및  $\text{Cl}_2$ 의 유동 분위기중의 고온 대역위에 위치시켰다. 샘플을 노를 통해 서서히 하강시키면서, 상기 온도에서 노를 16시간동안 유지시켰다. 통과시킨후, 샘플이 기부에 있을때 노의 온도를 1400℃로 증가시키고, 노를 고온 대역을 통해 상승시키므로써 샘플을 고화시켰다. 고화의 결과로, 관은 27% 더 수축되었으며, 내경이 18.3mm으로 감소하여 관이 19mm 지지 막대에 용합되었다. 약 8cm 길이의 용합된 부분을 제거하면, 관 길이는 약 59cm가 된다.

MCVD에 의해 제조된 코아 막대는 굴절율,  $\Delta^+ = 0.35\%$ , (즉, 도핑되지 않은 실리카의 굴절 율보다 큼)의  $\text{GeO}_2$ -도핑된 코아, 굴절율,  $\Delta^- = 0.11\%$ 의 불소-도핑된 클래드 및 외경 16mm을 갖는다. 막대를 관에 삽입했다. 복합 예비성형물의 제작은 표면 버너가 장착된 수직 선반위에서 수행했다. 25 내지 27 inHg의 진공은 코아 막대상으로서의 졸-겔관의 붕괴를 돕는다. 조립체를 10 rpm으로 회전시키고, 1.2cm/분의 속도로 위-아래로 용합시켰다. 오버클래딩 온도는 여러 목적들, 즉 1) 졸-겔관에 남아있는 기공의 제거, 2) 코아 막대 상으로 관의 붕괴 및 3) 관-코아 막대 계면에서의 용합을 이룩하기에 충분하다. 생성된 예비성형물은 2.6mm 직경의 코아와 40 mm 의 외경을 갖는다. 그밖의 다른 상세한 제조과정은 미합중국 제 4,820,332 호의 교지에 따라 수행했다.

예비 성형물을 급속 소성(rapid fire), 즉 2200℃에서 작동하는  $\text{ZrO}_2$  유도 노를 사용하여 125 $\mu\text{m}$ 의 직경을 갖는 섬유로 인발했다. 인발 속도는 3.9m/sec 이고 인발시의 인장은 75g이었다. 자외선-경화성 아크릴레이트의 이중 코팅을 적용했다. 코팅물을 제외한 인발된 섬유는 8.2 $\mu\text{m}$ 의 코아와 125 $\mu\text{m}$ 의 외경을 갖는다.

선택한 샘플에서 측정된 바와같은 삽입 손실량은 가장 성능이 우수한, 입수가능한 상업적 섬유에 필적했으며, 예를 들면, 1.3 $\mu\text{m}$ 에서 <0.4 dB/km 및 1.55 $\mu\text{m}$ 에서 <0.22 dB/km을 갖는다.

침전 분석(침전될 제 1 “층”의 분석) 결과를 실시예에 보고하기 위해 측정법을 선택했다. 보틀로 부터 제거될때 케이크의 밑면에 대한 에너지 분산 스펙트럼 X선 분석은 약 25 $\mu\text{m}$ 의 깊이로 감지되었다. 상기 25 $\mu\text{m}$ 두께를 “층”으로 간주했다. 특정 실시예들은 원심분리 시간을 보고한다. 보고된 시간은 보고된 원심 분리 조건하에서 필수적으로 최대로 얻을 수 있는 두께의 케이크를 수득하는데 필요한 시간이다.  $\text{SiO}_2$  현탁 입자들의 수는 상당히 파열될 정도로 감소되지 않아야 하고 건조시에 겔 물체의 균열을 야기시키지 않아야 한다. 30 중량%의 졸 입자들 유지가 적절한 것으로 밝혀졌다. 침전 시간을 측정하는 실시예에서, 침전 속도는 상당한 기간 동안 실질적으로 일정하게 유지된다. 본질적으로, 원심 분리공정을 고찰해보면, 초기 침전은 고밀도 및 거대 크기의 입자들로 대부분 이루어진다. 상기 초기 기간동안 침전 속도는 변하지 않기 때문에, 보다 서서히 이동하는 입자들의 도착 시간은 초기에 우선적으로 보다 급속히 이동하는 입자들의 도착 속도를 상쇄한다고 결론 내려야 한다. 속도의 강하는 졸의 원치않은 회석을 나타낼것이다. 속도가 강하되기 전에 원심분리를 종결해야한다.

실시예들은 입자들의 분리면에서 상이하며, 사용한다면, 도면과 관련하여 기습한 보틀형 원심분리의 형태를 취한다. 실시예 1은 기선으로 작용한다. 아무것도 제거하지 않고 아무것도 첨가하지 않은채로 제조한 미가공된 졸을 사용하여 제조했다. 그밖의 다른 실시예들은 다양한 크기 및 조성의 미립자 오염물로 정교히 도핑된 졸을 사용했다.

실시예를 표로 나타낸다.

[실시에]

실시에 번호	첨가된 오염물	원심분리 시간	가속*	케이크 분석+	충침전 시간△	내구성 시험 kpsi	내부균열 수
1	없음	-	없음			20	2/0.2km
2	없음	1시간	1250g			60	4/12km
3	없음	0.5시간	3200g	TiO <sub>2</sub>	1 분		
4	5 $\mu$ mZrO <sub>2</sub>	0.5시간	3200g	95%ZrO <sub>2</sub>	2 분	100	63/2km
5	1 $\mu$ mZrO <sub>2</sub>	0.5시간	3200g	95%ZrO <sub>2</sub>	3-4 분	100	23/2km
6	0.8 $\mu$ m Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.5시간	3200g	95%Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4-5 분	100	9/0.5km
7	1 $\mu$ mTiO <sub>2</sub>	0.5시간	3200g	95%TiO <sub>2</sub>	4 분	100	0/4km

\* 나타낸 가속값은 평균값이고, 이들은 보틀내 중간 높이에서의 입자에 대한 것이다.

효과적인 레버 암은 약 15인치(암 길이 12인치 + 보틀 길이 5인치의 반)이다.

+ 케이크의 남은 부분은 모든 경우 SiO<sub>2</sub>였다.

△이후의 층은 오염물을 나타내지 않았다.

상세한 설명 및 실시에는 삽입된 코아 막대를 함유하는 소결된 졸-겔 관으로 구성된 복합 예비성형물로부터 인발된 섬유를 기본으로하는, 졸-겔 섬유제조의 상업적 개조에 관한것이다. 상기 기술은 오버클래드가 막대주위에 겔화되는 과정 뿐아니라 이미 함유하는 코아 막대주위에 관이 소결되는 것을 포함하는 대안에도 똑같이 적용할 수 있다. 상기 기술은 전부 졸-겔 유도된 예비 성형물 뿐아니라 상기 복합 예비 성형물로부터 인발된 섬유의 섬유 균열을 감소시키는데도 가치가 있다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

수중의 SiO<sub>2</sub> 현탁 입자들을 포함하는 졸을 겔 화시키고, 다공성 물체로 건조시키고, 최종적으로 소결시켜 제조된 졸-겔 물체를 포함하는 예비 성형물로 부터 섬유를 인발시키는 광 섬유의 제조 방법에 있어서, 상기 졸을 추가로 가공하여, 상기 현탁 입자들 보다 큰 밀도 및 상기 현탁 입자들 보다 큰 크기로 이루어진 그룹중에서 선택된 하나 이상의 특징에 기초하여 오염 입자들을 제거함을 특징으로 하는 광섬유의 제조 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 추가의 가공이 원심 분리를 포함하는 방법.

#### 청구항 3

제2항에 있어서, 현탁 입자들의 크기가 주로 0.005 $\mu$ m 내지 0.2 $\mu$ m 범위내에 있고, 원심분리에 의해, 생성된 섬유에 융합되지 않는 입자들을 지칭하는 내화성 입자들 또는 크기가 2 $\mu$ m이상의 현탁 입자들의 응집물 둘다를 실질적으로 분리하고, 분리된 응집물들이 400개 이상의 현탁 입자들을 함유하는 방법.

#### 청구항 4

제3항에 있어서, 내화성 입자들이 ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> 및 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 이루어진 그룹중에서 선택된 하나 이상의 조성을 포함하는 방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 졸-겔 물체가 관상이고, 예비 성형물이 상기 졸-겔 물체에 의해 둘러싸인 막대형 물체로 본질적으로 이루어진 방법.

#### 청구항 6

제5항에 있어서, 소결된 졸-겔 물체가 자립 관상체(self-supporting tubular body)이고, 상기 막대형 물체를 삽입하여 예비 성형물을 생성하는 방법.

#### 청구항 7

제6항에 있어서, 상기 막대형 물체가 변형된 화학적 증착법 및 수트(soot) 공정으로 이루어진 그룹중에서 선택된 과정에 의해 제조되고, 또한, 이러한 수트 공정이 축형 증착(Vapor Axial Deposition) 및 외측 증착(Outside Vapor Deposition)으로 이루어진 그룹중에서 선택되는 방법.

#### 청구항 8

제5항에 있어서, 상기 졸-겔 물체가, 삽입된 막대형 물체의 존재하에서 소결되는 방법.

#### 청구항 9

제1항 내지 제8항중 어느 한 항의 방법에 의해 제조된 광섬유.

도면

도면1

