

(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C03B 37/018(45) 공고일자 1987년06월30일
(11) 공고번호 87-001277

(21) 출원번호	특1985-0001986	(65) 공개번호	특1985-0006384
(22) 출원일자	1985년03월26일	(43) 공개일자	1985년10월05일

(30) 우선권주장	57273 1984년03월27일 일본(JP)
(71) 출원인	스미도모덴기 고오교오 가부시기기이사 나까하라 쓰네오 일본국 오오사까후 오오사까시 히가시구 기따하마 5죠오메 15반지

(72) 발명자	단쓰가 도시오 일본국 가나가와겐 요꼬하마시 도즈가구 다야죠 1반지 스미도모덴기 고 오교오 가부시기기이사 요꼬하마 세이사구쇼나이 요꼬다 히로시 일본국 가나가와겐 요꼬하마시 도즈가구 다야죠 1반지 스미도모덴기 고 오교오 가부시기기이사 요꼬하마 세이사구쇼나이 이시구로 요오이찌 일본국 가나가와겐 요꼬하마시 도즈가구 다야죠 1반지 스미도모덴기 고 오교오 가부시기기이사 요꼬하마 세이사구쇼나이
(74) 대리인	신종훈

심사관 : 강석주 (책자공보 제1313호)**(54) 광파이버용 프리포움의 제조방법****요약**

내용 없음.

대표도**도1****명세서**

[발명의 명칭]

광파이버용 프리포움의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 유리 미립자의 표면 온도(°C)와, 그때의 유리 원료 SiO_2 에 고용(固容)하는 GeO_2 량의 관계(률 %)를 나타내는 그래프.제2도는 비교예 1에 의한 유리 모재의 부피 밀도 분포($\delta g/cm^3$)를 표시한 그래프.제3도는 비교예 2에 의한 유리 모재의 부피 밀도 분포($\delta g/cm^3$)를 표시한 그래프.

제4도는 본 발명의 실시예 1에 있어서의 다중관 버너너에의 원료 가스의 투입 방법을 모식적으로 표시한 도면.

제5도는 실시예 1에서 얻어진 유리 모재의 부피 밀도 분포(g/cm^3)를 표시한 그래프.

제6도는 본 발명에 있어서의 유리 원료 배치가 이루어진 예를 모식적으로 표시한 예.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 광파이버용 프리포움의 제조 방법에 있어서, 유리 원료로서, 버너너 중심부에 $SiCl_4$, 그 외측에 $SiCl_4$ 보다도 반응열이 높은 Si의 수소 화합물을 흐르게 함으로서 다공질 유리 모재의 부피 밀도를 제어하여, 대형 다공질 유리 모재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

일반적으로 VAD법에 있어서, 광파이버용 프리포움을 제조하기 위해서는, 버너너로부터 연소가스, 유리원료 및 도우팬트 원료를 혼합분출하는 산수소 불꽃 속에 있어서, 상기 원료의 가수 분해 반응에 의해 발생한 유리 미립자를, 회전하는 출발 재위에 퇴적시켜, 다공질 유리 모재를 형성하고, 그후, 이 다공질 유리 모재를 전기로 등에서 가열하여 투명 유리화 하는 방법이 사용되어진다. 이 방법에

있어서, 통상 연소가스로서는 H_2 , O_2 , 도우팬트 원료로서는 $GeCl_4$, $PoCl_3$, BBr_3 등이 사용되고 있으며, 유리 원료로서는 $SiCl_4$ 가 사용되는 것이 일반적이다. 이 방법에 의하면, 상기 다공질 모재를 안정하게 제조하고, 또한 대형화하기 위해서는, 이 다공질 유리 모재의 부피 밀도 분포를 적당하게 형성할 필요가 있다. 즉, 대형 다공질 모재를 제조할 때에 문제가 되는 것은, 이 다공질 유리 모재의 외주부 부피 밀도가 작아져, 이 모재 외주부에 균열이 발생하는 것, 또는 이 다공질 유리 모재 속의 부피 밀도 분포에, 특이점이 존재함으로서, 이 모재 속에 잔유 응력이 생겨, 앞에서와 같이, 균열이 발생하거나, 안정한 성장이 이루어지지 않는다는 것 등이다.

그러나, 다공질 유리 모재 속에 형성되는 부피 밀도 분포는 불꽃 속에서 가수 분해 반응에 의해 생성되는 유리 미립자 흐름의 온도 분포 및 버너에 의해 형성되는 불꽃의 넓이에 의존하며, 이 유리 미립자 자체의 온도가 충분히 올라가 있지 않을 경우, 또는 불꽃이 유리 미립자 퇴적면 전체를 가열할 수 없을 경우에는, 다공질 유리 모재의 외주부에 부피 밀도가 낮은 입자가 퇴적함으로서, 균열의 원인이 된다.

유리 원료로서, $SiCl_4$ 만을 사용하였을 경우, 하기 (1)식에 표시한 가수 분해 반응에 의해 유리 미립자가 생성되는 것이 알려져 있다.



상기 (1)식의 반응은, 증발 반응이지만, 발열량은 24kcal/몰로 작고, 반응은 버너에 의해 형성되는 산소수 불꽃에 의한 발열에 유지되고 있다. 이 때문에, 상기 유리 미립자의 생성 속도는 불꽃으로 부터의 열전달량에 의존하고 있으며, 따라서, 생성되는 유리 미립자 흐름의 온도 분포도 산수소 불꽃에 의존하고 있다. 즉 이 입자 흐름의 온도를 충분히 올리기 위해서는, 산수소 불꽃의 넓이를 제어하여, 불꽃 중심부의 온도를 올릴 필요가 있다. 한편, 불꽃의 넓이를 억제하면 유리 미립자의 퇴적면 전체를 불꽃에 의해 가열할 수 없게 되어, 대형, 다공질 유리 모재의 균열이 원인이 된다. 위에서 설명한 바와 같이, 대형 다공질 유리 모재를 안정하게 제조하기 위해서는, 버너 불꽃의 넓이를 넓게 하고, 이 다공질 유리 모재의 퇴적면 전체를 가열할 수 있게 함과 동시에 유리 미립자의 온도를 충분히 높일 필요가 있다.

본 발명의 목적은, 상기의 대형 다공질 모재 제조상의 문제점을 해결해서, 유리 미립자 흐름의 온도를 충분히 올리면서, 한편으로는 모재가 균열이 작은 안정된 대형 다공질 제조 방법을 제공하는데 있다.

본 발명은, 상기 대형 다공질 유리 모재 제조상의 문제점을 고려하여, 유리 원료로서 $SiCl_4$ 보다도 반응성이 좋고, 반응열이 높은 Si의 수소 화합물을, $SiCl_4$ 의 외총에 흐르게 함으로서, 대형 다공질 유리 모재의 제조를 가능하게 한 것이다.

즉, 본 발명은, 유리 원료 및 연소 유리를 버너 내에서 혼합 연소시켜서, 축 방향으로 유리 미립자를 적층시키고, 그 후에 이것을 소결투명화하여, 광파이버용 프리포움을 제조하는 방법에 있어서 유리 원료로서 다중관 버너 중심부에 $SiCl_4$ 를, 그 외총에 $SiCl_4$ 보다도 반응열이 높은 Si의 수소 화합물을 흐르게 함으로서, 다공질 유리 모재 외주부의 부피 밀도를 제어하면서, 유리 미립자를 적층시키는 것을 특징으로 하는 광파이버용 프리포움의 제조 방법이다.

이하에 본 발명 방법을 화학 반응식으로 설명한다.

본 발명에서 말하는 $SiCl_4$ 보다도 반응성이 좋고 반응열이 높은 Si의 수소 화합물로서는, $SiHCl_3$, SiH_4 등이 있으며, 각각의 가수 분해 또는 연소 반응은, 하기(2), (3)식에 의해서 표현된다.



이때의 반응열은 $SiHCl_3$ 가 118kcal/몰, SiH_4 가 339kcal/몰, $SiCl_4$ 에 비해 높은 값이 되어 있으며, 이들 원료는 자신의 발열량에 의해서, 반응을 지속할 수 있다. 따라서 상기 원료를 사용할 경우, 불꽃의 열량으로 유리 미립자의 생성 반응을 유지할 필요는 없으며, 또 유리 미립자의 온도도 충분히 높일 수 있기 때문에 산수소 반응에 의해 발생하는 열량을 다공질 유리 모재의 퇴적면 가열용만으로 사용할 수 있어, 대형의 다공질 유리 모재의 제조를 용이하게 할 수 있다.

한편, 이들 발열량이 높은 유리 원료 만으로 다공질 유리 모재를 제조하였을 경우, 유리 미립자의 온도 및 불꽃 흐름의 온도가 너무 올라가, 다공질 유리 모재의 부피 밀도가 국부적으로 너무 높아져, 깨끗한 부피 밀도 분포를 형성하는 것이 곤란해진다. 또 온도가 너무 올라가면, 도우팬트 원료의 도우프 상태도 불안정해지기 때문에, 굴절을 분포의 형성에도 지장을 초래하게 된다.

예를 들면 도우팬트 원료를 $GeCl_4$ 로 하였을 경우, GeO_2 로서 유리 원료 SiO_2 속에 고용하는 양은 제1도에 표시한 바와 같은 온도 의존성을 가지며, 온도가 너무 높아지면 GeO_2 의 도우프량을 증가시키는 일이 곤란해진다.

본 발명은, 이들 발열량이 다른 원료를 배합함으로서, 불꽃 속의 온도 분포를 적당하게 제어하여, 대형의 다공질 유리 모재의 제조를 용이하게 함과 동시에, 이 유리 모재 속의 부피 밀도 분포를 깨끗한 것으로 하여, 소망의 굴절을 분포를 가지는 광파이버용 프리포움을 제조하는 것을 가능하게 하는 것이다.

이하 본 발명의 실시예에 의거해서 설명한다.

[비교예 1]

동심 다중관 버어너를 사용하여, 중심층(제1층)에는 SiCl_4 , GeCl_4 , H_2 , 및 He 을, 제2층에는 SiCl_4 , H_2 , 및 He 을, 제3층에는 H_2 , 제4층에는 Ar , 제5층에는 O_2 를 흘려서 혼합 반응시켜, 다공질 유리 모재를 제조하였다. 이때의 유량은 원료로서, SiCl_4 1.5 ℓ /분, 도우팬트 원료로서 GeCl_4 200cc/분, 연료 가스로서 H_2 22 ℓ /분, O_2 30 ℓ /분 및 2 ℓ /분, Ar 3 ℓ /분 이었다.

이 경우에 모재 직경 102mmØ 까지 성장한바, 이 모재 표면에 ≠형상의 균열이 발생하였다. 이 유리 모재에 대해서 부피 밀도 분포의 측정을 행한 바, 제2도에 표시한 바와 같이, 중심부 0.34g/cm³에 대해서 외주부에서는 0.051g/cm³으로 상당히 작은 값인 것을 알았다.

[비교예 2]

비교예 1과 마찬가지의 버어너를 사용하여, 중심층에는 SiHCl_3 , GeCl_4 , He 을 제2층에는 SiHCl_3 , H_2 를 제3층에는 H_2 , 제4층에는 Ar , 제5층에는 O_2 를 흘려 혼합 반응시켜서, 다공질 유리 모재를 제조하였다. 이때의 유량(流量)은, 원료로 SiHCl_3 1.8 ℓ /분, 도우팬트 원료로서 GeCl_4 200cc/분, 연료 가스로 H_2 13 ℓ /분, O_2 30 ℓ /분 및 He 1.6 ℓ /분, Ar 3 ℓ /분이었다. 이 경우는, 모재 중심부에 웅폭 패인 부분이 발생하였다.

이때의 부피 밀도를 측정한 바, 제3도에 표시한 바와 같이, 중심부가 극단적으로 높아, 0.469g/cm³의 부피 밀도가 되어 있는 것을 알았다.

[실시예 1]

비교예 1,2과 마찬가지의 동심 다중관 버어너를 사용하여, 제4도에 표시한 바와 같이 중심층에 SiCl_4 , GeCl_4 , H_2 , He 을 제2층에 SiHCl_3 , H_2 를, 제3층에 H_2 를, 제4층에 Ar 을, 제5층에는 O_2 를 투입해서 혼합 반응시켜, 다공질 유리 모재의 제조를 행하였다. 이때의 유량은 유리 원료로 SiCl_4 1 ℓ /분, SiHCl_3 0.8 ℓ /분, 도우팬트 원료로 GeCl_4 200cc/분, 연료 가스로는 H_2 20 ℓ /분, O_2 30 ℓ /분 및 He 1.8 ℓ /분, Ar 3 ℓ /분이었다.

이 결과 모재 직경 132mmØ의 유리 모재를 안정하게 55cm 길이를 제조할 수 있었다. 이때의 부피 밀도를 측정한 바, 제5도에 표시한 바와 같이, 중심부 0.41g/cm³로부터, 외주부 0.11g/cm³까지 깨끗한 분포가 형성되어 있는 것을 알았다.

실시예에 있어서는 SiCl_4 의 외층에 흐르는 원료로서, SiHCl_3 를 사용한 예에 대해서 설명하였으나, SiHCl_3 의 주위에, SiH_4 이어도 된다. 또 SiCl_4 보다도 반응열이 높은 수소 화합물이면 어느 것으로 해도 마찬가지의 효과를 기대할 수 있다.

또, 제6도에 표시한 바와 같이 중심층에 SiCl_4 를 흘리고, 그 외층에 SiHCl_3 , 또 그 외층에 SiH_4 를 흘리게 한 것과 같이, 중심으로부터 외층을 향해서, 발열량이 높아지도록 유리 원료를 배치해도 된다.

이상 실시예를 포함해서 설명한 바와 같이, 본 발명에 의해, 대형의 다공질 유리 모재를 안정하고 안이하게 제조할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

유리 원료 및 연소 가스를 버어너 내에서 혼합 연소시켜서, 유리 미립자를 적층시키고, 그후 이것을 소결 투명화하여, 광파이버용 프리포ーム을 제조하는 방법에 있어서, 유리 원료로서 다중한 버어너 중심부에 SiCl_4 를, 그 외층에 SiCl_4 보다도 반응열이 높은 Si의 수소 화합물을 흐르게 함으로서, 다공질 유리 모재 외주부의 부피 밀도를 제어하면서, 유리 미립자를 적층시키는 것을 특징으로 하는 광파이버용 프리포ーム의 제조방법.

청구항 2

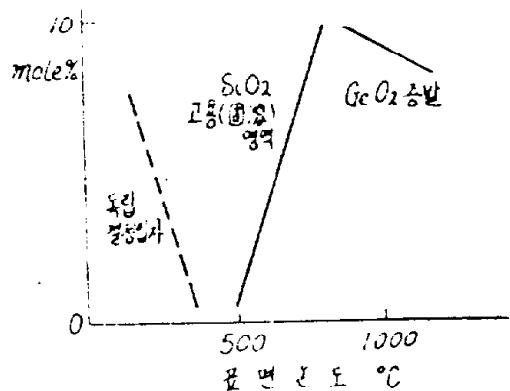
제1항에 있어서, SiCl_4 의 외층에 흐르는 Si의 수소 화합물을, SiHCl_3 또는 SiH_4 로 하는 것을 특징으로 하는 광파이버용 프리포ーム의 제조방법.

청구항 3

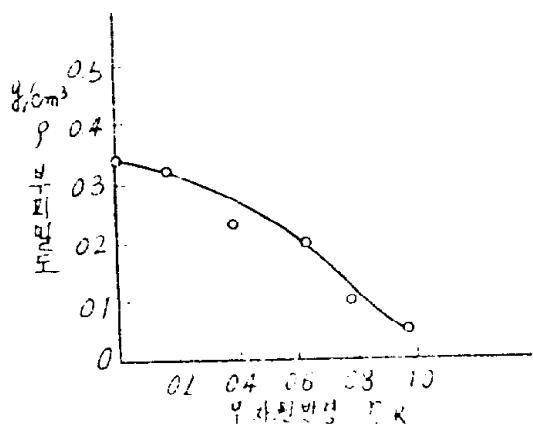
제1항에 있어서, 유리 원료로서, 버어너 중심부에 SiCl_4 , 그 외층에 SiHCl_3 , 또 그 외층에 SiH_4 를 흘리는 것을 특징으로 하는 광파이버용 프리포ーム의 제조방법.

도면

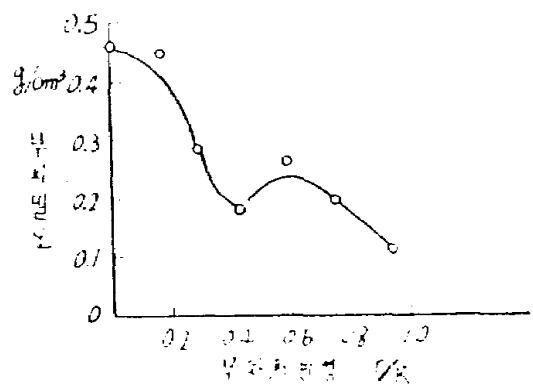
도면1



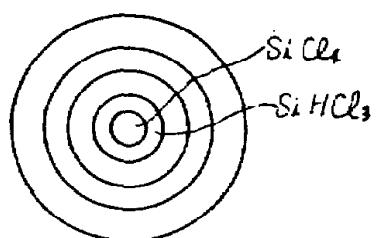
도면2



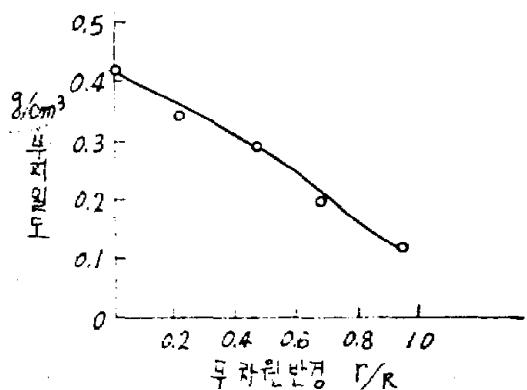
도면3



도면4



도면5



도면6

