



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0004886
(43) 공개일자 2017년01월11일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03B 37/012 (2006.01) C03B 19/14 (2006.01)
C03B 20/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C03B 37/01242 (2013.01)
C03B 19/1469 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-0082881
- (22) 출원일자 2016년06월30일
심사청구일자 없음
- (30) 우선권주장
15175343.1 2015년07월03일
유럽특허청(EPO)(EP)

- (71) 출원인
신에쯔 세끼에이 가부시키키가이샤
일본 160-0023 도쿄 신주꾸-구 니시신주꾸 1쵸메 22-2
헤레우스 크바르츠글라스 게엠베하 & 컴파니 케이지
독일, 63450 하나우, 크바르츠슈트라쎄 8
- (72) 발명자
간츠 올리버
독일 63486 브루히뢰벨 핑슈트바이트슈트라쎄 1
하인 하랄트
독일 63796 칼 프리텐스슈트라쎄 24
- (74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 12 항

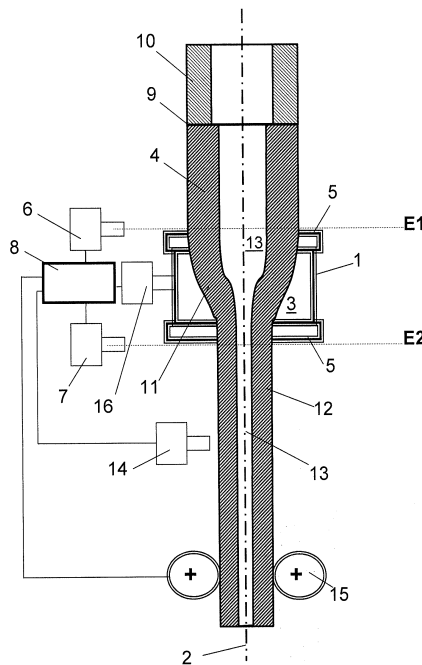
(54) 발명의 명칭 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법

(57) 요약

석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법은, 외부 직경 C_a , 내부 직경 C_i 및 내부 보어를 가지는 석영 유리의 중공 실린더를 가열 구역에 연속적으로 공급하는 것, 상기 가열 구역에서 상기 중공 실린더를 구역별로 연화시키는 것, 및 외부 직경 T_a 및 내부 직경 T_i 을 가지는 관형 스트랜드를 연화된 부분으로부터 인출하는 것을 포함한다.

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



관형 스트랜드를 소정 길이로 절단함으로써 소망하는 길이의 기재 튜브들이 얻어진다. 기재 튜브들은 광섬유용의 프리폼의 제조에서 반제품으로서 역할한다. 공구없이 초기의 중공 실린더를 성형하는 것은 관형 스트랜드의 공칭 반경방향 치수 및 회전 대칭의 준수와 관련한 문제를 불러일으킨다. 직경 변화뿐만 아니라 난형도 및 벽 일면성은 특히 높은 변형도에서 주목된다. 높은 치수 안정성 및 표면 품질을 갖는 기재 튜브의 저렴한 제조를 보장하기 위해, 본 발명은 공지된 방법의 수정을 제안하며, 여기서 중공 실린더 및 관형 스트랜드에 대해 이하의 것이 적용될 수 있다: $C_a > 180 \text{ mm}$, $C_r > 3$, $C_r = C_a/C_i$, $T_r < 1.6$, $T_r = T_a/T_i$ 및 $C_i/T_i < 2.5$. 여기서 내부 보어에서의 블로우 압력은 4 내지 10 mbar 의 범위의 값으로 조정된다.

(52) CPC특허분류

C03B 20/00 (2013.01)

C03B 37/01208 (2013.01)

Y02P 40/50 (2015.11)

명세서

청구범위

청구항 1

석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법으로서,

외부 직경 C_a , 내부 직경 C_i 및 내부 보어를 가지는 석영 유리의 중공 실린더를 가열 구역 (3) 에 연속적으로 공급하는 것,

상기 가열 구역 (3) 에서 상기 중공 실린더를 구역별로 연화시키는 것, 및

외부 직경 T_a 및 내부 직경 T_i 을 가지는 관형 스트랜드 (12) 를 연화된 부분으로부터 인출하는 것을 포함하고,

상기 내부 보어 (13) 에서 4 내지 10 mbar 의 범위로 설정된 블로우 압력이 생성되고,

중공 실린더 (4) 및 관형 스트랜드 (12) 에 대해 이하의 것

$$C_a > 180 \text{ mm},$$

$$C_r = C_a/C_i \text{ 일 때, } C_r > 3$$

$$T_r = T_a/T_i \text{ 일 때, } T_r < 1.6 \text{ 및}$$

$$C_i/T_i < 2.5$$

이 적용될 수 있는, 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 블로우 압력이 6 내지 8 mbar 의 범위로 설정되고,

상기 중공 실린더에 대해 이하의 것

$$C_a < 300 \text{ mm} \text{ 및}$$

$$C_i/T_i < 2$$

이 적용될 수 있는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 관형 스트랜드에 대해 이하의 것

$$28 < T_a < 50 \text{ 및}$$

$$T_r < 1.3$$

이 적용될 수 있는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중의 어느 한 항에 있어서,

중공 실린더 및 관형 스트랜드에 대해 이하의 것

$3.5 < C_r < 4.5$ 및

$C_r > T_r + 2.4$

이 적용될 수 있는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 중공 실린더는 거칠기 값 $R_z > 1 \mu\text{m}$ 로 정의되는 표면 거칠기를 갖는 내벽을 구비한 내부 보어를 갖는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 중공 실린더는 거칠기 값 $R_z > 4 \mu\text{m}$ 로 정의되는 표면 거칠기를 갖는 외벽을 구비하는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중의 어느 한 항에 있어서,

내벽에 의해 경계지어지고 가열 공간 체적 V_{Heiz} 을 한정하는 원형 가열 공간 (3) 을 포함하는 가열 튜브 (1) 가 사용되고, 상기 가열 공간 체적내에서 중공 실린더 (4), 드로잉 밸브 (11) 및 관형 스트랜드 (12) 가 실린더 공간 체적 V_c 를 점유하고, $V_{\text{Heiz}} > 2.5 \times V_c$ 인 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 중공 실린더 (4) 와 상기 가열 구역의 내벽 사이에 15 mm 내지 25 mm 범위의 평균 갭 폭을 갖는 환형 갭이 유지되는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 9

제 1 항 내지 제 8 항 중의 어느 한 항에 있어서,

가열 튜브 (1) 는 150 mm 내지 200 mm 사이의 길이 L 을 갖는 것을 특징으로하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 관형 스트랜드의 상기 외부 직경 T_a 는 28 mm 내지 35 mm 이하의 범위의 값으로 설정되고, 스루풋 체적은 10 내지 20 kg/h 의 범위의 값으로 설정되는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 11

제 1 항 내지 제 10 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 관형 스트랜드의 상기 외부 직경 T_a 는 35 mm 내지 50 mm 의 범위의 값으로 설정되고, 스루풋 체적은 20 내지 30 kg/h 의 범위의 값으로 설정되는 것을 특징으로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

청구항 12

제 1 항 내지 제 11 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 관형 스트랜드는 150 미만의, 바람직하게는 50 내지 130 사이의 범위의 신장 비율로 인출되는 것을 특징으

로 하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 외부 직경 C_a , 내부 직경 C_i 및 내부 보어를 가지는 석영 유리의 중공 실린더를 가열 구역에 연속적으로 공급하는 것, 상기 가열 구역에서 상기 중공 실린더를 구역별로 연화시키는 것, 및 외부 직경 T_a 및 내부 직경 T_i 을 가지는 관형 스트랜드를 연화된 부분으로부터 인출하는 것을 포함하는 석영 유리의 기재 튜브의 제조 방법에 관한 것이다.

[0002] 관형 스트랜드를 소정 길이로 절단함으로써 소망하는 길이의 기재 튜브들이 얻어진다. 기재 튜브들은 광섬유용의 프리폼의 제조에서 반제품으로서 역할한다. 여기서, 기재 튜브의 내벽에는 기상 (gas phase) 으로부터 추가의 유리 층들이 디포짓팅된다.

배경 기술

[0003] 기재 튜브를 제조하기 위한 일반적인 수직 드로잉 방법이 WO 2004/083141 A 로부터 알려져 있다. 합성 석영 유리의 중공 실린더는 실린더의 길이방향 축선의 수직 배향의 위로부터 흑연의 환형 가열 요소를 갖는 노에 공급된다. 중공 실린더는 150 mm 의 외부 직경 C_a 및 70 mm 의 내부 직경 C_i 을 갖는다. 따라서 직경 비율 $C_r = C_a/C_i$ 은 약 2.14 이다. 노가 약 2,300°C 의 목표 온도까지 가열된 이후, 중공 실린더는 11 mm/min 의 하강 속도로 노에 연속적으로 이동되며 그럼으로써 구역마다 연화된다. 동시에 22 mm 의 내부 직경 T_i 및 28 mm 의 외부 직경 T_a 을 가지는 관형 스트랜드가 640 mm/min 의 속도로 인출 디바이스에 의해 인출된다. 따라서 관형 스트랜드에서의 직경 비율 $T_r = T_a/T_i$ 은 약 1.27 이다.

[0004] 드로잉 프로세스 중에, 인출된 관형 스트랜드의 외부 직경 및 벽 두께는 프로세스 제어에 의해 일정하게 유지된다. 중공 실린더의 내부 보어내의 내부 압력은 제어 변수로서의 역할을 한다. 상기 압력은 중공 실린더의 내부 보어내에 질소 스트림을 도입함으로써 생성되고 유지된다. 사용된 질소는 내부 벽의 석영 유리에 대한 히드록실기 (OH 기) 의 혼입을 방지하기 위해 먼저 건조된다. 약 1.5 mbar 의 블로우 압력이 얻어지도록 질소 유량이 구성된다 (약 30 l/min). 인출된 관형 스트랜드의 하부 단부는 질소의 스트림의 방해받지 않는 유출 및 그로 인한 가스 유동에 의한 인출된 석영 유리 튜브의 내벽의 냉각을 회피하기 위해 플러그에 의해 부분적으로 폐쇄된다. 0.06 μ m 의 평균 표면 거칠기 R_a 에 의해 구별되는 평활한 내부 벽이 얻어진다.

[0005] 그럼으로써 생성된 유리 튜브는 적절한 세그먼트들로 절단되고 MCVD 법에 의한 내벽에서의 SiO_2 층들의 디포짓팅을 위해 기재 튜브로서 사용된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 기재 튜브의 내벽은, 광섬유의 코어에 속하거나 또는 섬유 코어에 인접하는 다른 후속의 부가된 유리와의 접촉 표면을 형성한다. 따라서, 기재 튜브의 내벽은 원칙적으로 결함 및 불순물이 없어야 한다.

[0007] WO 2004/083141 A1 에서 제안된 바와 같은 질소 스트림의 건조는 내벽의 석영 유리에 대한 히드록실기의 혼입을 제한하는 효과적인 대책을 나타내지만, 어쨌든 비용 집약적인 기재 튜브 제조를 더욱 비싸게 만든다.

[0008] 또한, 표면 층 상에 또는 내에 포함된 불순물을 제거하기 위해, 예를 들어 기계적 밀링에 의해 또는 에칭에 의해 끝에서 기재 튜브의 내벽을 제거하는 것이 제안되고 있다. 그러나 이러한 절차들은 복잡하고 느리며, 불순물 및 표면 결함에 대한 추가의 공급원을 형성한다.

[0009] 기재 튜브를 제조하는 공지의 신장 방법은 일반적으로 임의의 공기없이 수직 드로잉하는 방법이다. 성형 공구는 외벽의 형성이나 내벽의 형성에도 이용되지 않는다. 그 이유는 기계적 접촉에 의해 형성된 드로잉 스트릭 (streaks) 또는 성형 공구로부터 방출된 입자들 및 증기가 다르게는 기재 튜브의 외부 실린더 표면들을 손상시킬 수 있기 때문이다.

[0010] 그러나, 공구없이 초기 중공 실린더를 성형하는 것은 튜브 스트랜드의 공칭 반경방향 치수 및 회전 대칭의 준수와 관련한 문제를 수반한다. 구체적으로, 높은 프리퀀시 직경 변화뿐만 아니라 반경방향 단면 프로파일에 있어서의 난형도 및 벽 일면성 (one-sidedness) 이 주목된다; 즉 전문가들 사이에서 "사이드링 (siding)" 이라고 또한 불리우는 튜브 벽 두께의 반경방향의 불규칙한 프로파일들. 이러한 문제들은 중공 실린더로부터 튜브로의 성형 프로세스가 더 강할 수록 더욱 두드러진다. 이의 척도는 소위 "신장 비율" 또는 "드로우 비율" 이다. 이는 인출된 관형 스트랜드와 스타트 실린더의 길이들의 비율을 지정한다.

[0011] 높은 드로우 비율로 신장 프로세스들에서 치수 안정성을 향상시키기 위해, 다양한 대책들이 제안되고 있다; 예를 들어 스타트 실린더를 그의 길이방향 실린더 축선을 중심으로 회전시키는 것, 짧거나 긴 가열 구역들의 사용 또는 가열 구역과 중공 실린더 사이의 갭 폭을 최적화하는 것. 그러나, 공구를 사용하지 않고 신장에 의해 기재 튜브들을 생산하는데 이들 대책들을 재현가능하게 전달하는 것은 어려운 것으로 밝혀졌다.

[0012] 따라서, 높은 치수 안정성 및 표면 품질의 기재 튜브들의 비용 효율적인 생산을 위한 신장 프로세스를 제공하는 것이 본 발명의 목적이다.

과제의 해결 수단

[0013] 전술한 타입의 방법으로부터 출발하여, 상기 목적은, 내부 보어에서 4 내지 10 mbar 의 범위로 설정된 블로우 압력이 생성되고, 중공 실린더 및 관형 스트랜드에 대해 이하의 것

[0014] $C_a > 180 \text{ mm}$,

[0015] $C_r > 3$, $C_r = C_a/C_i$,

[0016] $T_r < 1.6$, $T_r = T_a/T_i$ 및

[0017] $C_i/T_i < 2.5$

[0018] 이 적용될 수 있는 본 발명에 따라 달성된다.

[0019] 먼저, 몇몇 용어들을 이하에서 설명하고, 이어서, 구체적으로, 본 발명에 따른 방법의 대책의 효과를 상세히 설명한다:

[0020] "블로우 압력" 은 그 외측에 지배적인 압력에 비해 중공 실린더의 내부 보어에 지배적인 과압을 나타낸다. 내부 보어의 외측에 지배적인 압력은 가장 간단한 경우에 대기압이다. 블로우 압력은 중공 실린더의 내부 보어 안으로 압력 가스, 예를 들어 질소를 도입함으로써 생성되고 유지된다. 블로우 압력 레벨은 인출된 관형 스트랜드의 벽 두께에 영향을 미친다.

[0021] "드로잉 벌브 (drawing bulb)" 는 가열 구역에서 연화된 중공-실린더 유리 매스로부터 인출된 관형 스트랜드와 중공 실린더 사이의 신장 프로세스에서 형성된 천이 영역이다. 드로잉 벌브내에서, 관형 스트랜드와 중공 실린더의 내부 보어 사이에서 연속적인 채널을 추가로 포함하도록 중공 실린더의 내부 보어는 완전히 붕괴되지 않는다.

[0022] "스타트 실린더" 는 신장 프로세스가 행해지는 석영 유리의 중공 실린더를 나타낸다. "내부 표면" 은 드로잉 벌브를 포함하여, 인출된 튜브와 중공 실린더의 내벽의 자유 표면이며, 내벽은 내부 보어를 한정한다.

[0023] 신장 프로세스에서 스타트 실린더의 내부 보어는 형태에 있어서 상당한 변화를 겪는데, 이는 여기서 또한 "성형 프로세스" 로 불리운다. 내부 보어는 더 좁아지고 더 길어진다. 이는 내부 표면의 크기에 상이한 영향을 미친다. 내부 보어의 수축은 감소를 초래하고, 신장은 내부 표면에 있어서 증가를 초래한다. 본 발명에 따른 방법에서, 새로운 내벽 표면은 항상 끝에 형성된다. 드로우 비율에 부가하여, 관형 스트랜드와 중공 실린더의 공칭 내부 표면의 비율로서 표현되는 내부 표면의 새로운 형성의 정도는 성형 프로세스의 강도/정도의 또 다른 척도이다.

[0024] 인출된 관형 스트랜드의 내벽의 품질은 성형 프로세스의 강도에 의존하는 것으로 밝혀졌다. 집중적인 성형 프로세스는 더 양호하고 더 평활한 내부 표면을 생성시키는 경향이 있다. 다른 한편으로, 공구없는 신장 프로세스에서의 높은 성형 정도에서는, 치수 안정성 및 회전 대칭이 인출된 관형 스트랜드에 있어서 열화할 위험이 있다. 특히 유리 매스의 높은 온도와 조합하여 관형 스트랜드가 길이방향 축선을 따라 구부러지는 경향이 있는 것으로 밝혀졌다.

- [0025] 따라서, 약 30 내지 40 mm 범위의 기재 튜브의 전형적인 외부 직경으로부터 시작하여, 가능한 많이 신장 프로세스에서의 경계 조건들, 즉 높은 치수 안정성을 충족시키고 또한 인출된 관형 스트랜드의 내부 표면의 높은 품질이 동시에 얻어지도록 그 반경방향 크기가 정해진 스타트 실린더를 제공하기 위한 시도가 있어 왔다. 여기서 블로우 압력이 중요한 역할을 하고 있음이 밝혀졌다. 블로우 압력의 추가 적응에 의해, 청구항 1 에 설명된 기술적 교시가 산출된다.
- [0026] 높은 성형 정도를 달성하기 위해, 적어도 180 mm 의 외부 직경 C_a 를 갖는 두꺼운 벽의 중공 실린더가 스타트 실린더로서 사용된다. 중공 실린더의 큰 벽 두께는, 외부 직경 (C_a) / 내부 직경 (C_i) 의 직경 비율 (C_r) 이 3 보다 크다 ($C_r > 3$) 는 점에서 그 자체로 나타난다.
- [0027] 비교적 얇은 벽의 관형 스트랜드 및 그에 따라 얇은 벽의 기재 튜브는 성형 프로세스에서 두꺼운 벽의 스타트 실린더로부터 얻어진다. 관형 스트랜드의 작은 벽 두께는, 외부 직경 (T_a) / 내부 직경 (T_i) 의 직경 비율 (T_r) 이 1.6 보다 작다 ($T_r < 1.6$) 는 점에서 그 자체로 나타난다.
- [0028] 이 성형 프로세스는 큰 신장 비율을 필요로 하고, 인출된 관형 스트랜드의 평활한 내벽에 의해 동반되는 새로운 표면을 생성한다.
- [0029] 내부 표면의 새로운 형성은 그 길이방향 축선의 방향에서의 스타트 실린더의 스트레칭에 주로 기인한다. 그러나, 중공 실린더의 내부 보어를 붕괴시키는 상당한 반경방향 변형을 가능한 많이 회피하기 위해 (변형은 휨, 뒤틀림 및 표면 결함을 쉽게 초래함), 관형 스트랜드와 중공 실린더의 내부 보어의 직경은 팩터 2.5 보다 크지 않도록 서로 다르게 의도된다 ($C_i/T_i < 2.5$). 이 대책은 인출된 관형 스트랜드의 회전 대칭 및 치수 안정성을 보장한다.
- [0030] 블로우 압력은 4 내지 10 mbar 의 범위로 설정된다. 이는 비교적 높은 압력이다. 이는 드로잉 밸브의 부위에서 스타트 실린더의 빠른 성형을 가져와, 새롭게 생성된 내부 표면이 높은 성형 온도 및 압력 가스에 노출되는 동안의 프로세스 기간을 감소시킨다. 그럼으로써 유리에 대한 불순물의 도입이 최소화되어서, 블로우 압력의 생성을 위한 특별히 처리된 그리고 값비싼 가스의 사용이 생략될 수 있다. 이는, 특히, 두꺼운 벽의 중공 실린더의 성형 (이와 같은 성형은 길다) 에 있어서의 표면 품질에 대해 주목할만한 긍정적인 효과를 갖는다.
- [0031] 그럼으로써 두꺼운 벽의 스타트 실린더를 이용한 본 발명의 신장 프로세스는 C_r 및 T_r , 내부 직경 비율 C_i/T_i 및 블로우 압력과 관련하여 상기 경계조건들에 주의함으로써 높은 치수 안정성 및 표면 품질과 함께 기재 튜브의 비용 효율적인 제조를 허용한다.
- [0032] 스타트 실린더가 더 두꺼운 벽일 수록 그리고 환형 겹과 중공 실린더의 내부 직경들 간의 차이가 더 클수록, 성형 프로세스는 더 집약적이고, 드로잉 밸브에서의 고온 석영 유리의 체류 시간은 더 길어지고, 따라서 연화된 석영 유리에 불순물이 도입될 위험이 더 커진다.
- [0033] 그러므로, 바람직한 절차에서는, 블로우 압력이 6 내지 8 mbar 의 범위로 설정되고, 중공 실린더에 대해 이하의 것
- [0034] $C_a < 300$ mm 및
- [0035] $C_i/T_i < 2$
- [0036] 이 적용될 수 있도록 의도된다.
- [0037] 기재 튜브들은 비교적 작은 벽 두께 및 적어도 20 mm 의 큰 내부 직경에 의해 일반적으로 구별된다. 본 발명에 따른 방법은 관형 스트랜드에 대해 이하의 것
- [0038] $28 < T_a < 50$ 및
- [0039] $T_r < 1.3$
- [0040] 이 적용될 수 있는 기재 튜브의 제조에 특히 적합하다.
- [0041] 높은 성형 속도를 달성하기 위해, 제조될 기재 튜브와 비교하여 외부 직경/내부 직경의 직경 비율이 큰 두꺼운

벽의 중공 실린더가 사용된다. 이러한 관점에서, 중공 실린더 및 관형 스트랜드에 대해 이하의 것

- [0042] $3.5 < C_r < 4.5$ 및
- [0043] $C_r > T_r + 2.4$
- [0044] 이 적용될 수 있을 때에 유용한 것으로 밝혀졌다.
- [0045] 기계적 처리 (특히 드릴링, 호닝 및 그라인딩) 에 의해, 석영 유리 블랭크는 정확히 원형인 단면과 작은 치수 편차를 갖는 직선형 실린더로 처리될 수 있다. 따라서, 규정된 그리고 재현가능한 초기 상태로 신장 프로세스를 보장하기 위해, 중공 실린더의 외부 실린더 표면은 그 최종 치수가 기계적 처리에 의해 통상 주어진다. 그럼으로써 생성된 구조 및 표면 균열은 그라인딩, 호닝 및 폴리싱 단계들에 의해 연속적으로 감소될 수 있는데, 이 다음에는 통상은 최종 에칭 처리가 이어진다. 처리 노력들은 처리된 외부 실린더 표면의 표면 거칠기에 의해 흔히 특징지어지는 달성가능한 표면 품질을 한정한다.
- [0046] 본 발명에 따른 방법에서의 높은 성형 정도 때문에, 중공 실린더의 내벽을 평활하게 하기 위한 처리 노력들이 비교적 적더라도, 인출된 관형 스트랜드에는 충분히 평활한 내부 표면이 또한 제공되는 것으로 밝혀졌다. 따라서, 특히 바람직한 절차에서는, 중공 실린더가 거칠기 값 $R_z > 1 \mu\text{m}$ 로 정의되는 표면 거칠기를 갖는 내벽을 구비한 내부 보어를 갖도록 의도된다.
- [0047] DIN EN ISO 4287 에 따른 거칠기 파라미터 R_z 은 "평균 거칠기 깊이" 로 불리운다. R_z 은 개별 측정 섹션내에서 가장 깊은 프로파일 밸리의 깊이 및 가장 높은 프로파일 팁의 높이로부터 얻어진 합이다. R_z 은 5 개의 개별 측정 섹션들의 결과를 평균하여 통상 얻어진다. 따라서, 그라인딩 및 호닝을 이용한 표면 처리에 의해 $1 \mu\text{m}$ 이상의 "평균 거칠기 깊이" R_z 이 얻어질 수 있다. 여기서 폴리싱 단계는 생략된다. 이러한 기계적 처리에 후속하는 선택적인 에칭 처리는 R_z 의 추가적인 증가를 통상 이끈다. 그러므로 조건 $R_z > 1$ 은, 중공 실린더의 내부 표면의 상태가 기계적 처리에 의해 단독으로 달성되었는지 또는 기계적 처리와 에칭 처리에 의해 달성되었는지에 관계없이, 신장 프로세스 이전의 중공 실린더의 내부 표면의 상태를 말한다.
- [0048] 본 발명에 따른 방법은 중공 실린더의 내벽의 비교적 낮은 표면 품질을 허용하며, 그럼으로써, 내벽의 덜 복잡한 기계적 처리로 인해 비교적 낮은 비용으로 제조될 수 있는 중공 실린더의 사용을 허용한다.
- [0049] 중공 실린더의 외부 표면의 품질과 관련한 요건들은 심지어 어느 정도 더 낮다. 바람직하게는 중공 실린더에는 거칠기 값 $R_z > 4 \mu\text{m}$ 로 정의되는 표면 거칠기를 갖는 외벽이 제공된다. 마찬가지로, 신장 프로세스 이전의 외부 표면의 상태에 대한 $R_z > 4 \mu\text{m}$ 는 외벽이 기계적 처리에 의해 단독으로 그 상태로 되었는지 또는 기계적 처리 및 에칭 처리에 의해 그 상태로 되었는지에 대한 질문과는 독립적이다.
- [0050] 본 발명에 따른 방법에서 관형 스트랜드의 내벽의 품질은 성형 프로세스의 성형 속도 및 정도를 규정하는 지오메트리 파라미터들 및 진술한 블로우 압력에 의해 주로 결정된다. 구체적으로 성형 속도와 관련하여, 가열 구역의 형태 및 크기가 소정의 역할을 한다. 이와 관련하여, 내벽에 의해 경계지어지고 가열 공간 체적 V_{Heiz} 을 한정하는 원형 내부 공간을 포함하는 가열 구역이 사용되고, 상기 가열 공간 체적내에서 중공 실린더, 드로잉 밸브 및 관형 스트랜드가 실린더 공간 체적 V_c 를 점유하고, $V_{\text{Heiz}} > 2.5 \times V_c$ 인 때에 유리한 것으로 밝혀졌다.
- [0051] 가열 공간 체적 V_{Heiz} 은 최대 온도와 관련한 가열 요소의 내부 공간에 의해 규정된다. 복수의 중첩된 가열 요소들을 갖는 가열 장치에 있어서, 최고 온도를 갖는 가열 요소는 가열 공간 체적 V_{Heiz} 을 규정하는 것이다. 실린더 공간 체적 V_c 은 내부 보어의 체적에 관계없이 가열 공간 체적내에 위치하는 중공 실린더, 드로잉 밸브 및 가능하게는 관형 스트랜드의 공간 체적 부분들의 합으로서 얻어진다. 그럼으로써 실린더 공간 체적 V_c 은 가열 구역내에서 중공 실린더/드로잉 밸브/관형 스트랜드의 매스 주위의 외부 엔벨로프를 규정하는 체적에 상당하다. 실린더 공간 체적이 가열 공간 체적보다 적어도 팩터 2.5 만큼 작기 때문에, 이는 드로잉 밸브에 있어서 가열 요소에서의 온도 분포의 비교적 확산 이미징을 유발한다. 심지어 높은 성형 정도에서 관형 스트랜드의 높은 치수 안정성과의 적합성이 촉진된다.
- [0052] 이와 관련하여, 중공 실린더와 가열 구역의 내벽 사이에 15 mm 내지 25 mm 범위의 평균 갭 폭을 갖는 환형 갭이

유지되는 때에 유리한 것으로 또한 밝혀졌다.

- [0053] 중공 실린더와 가열 구역의 내벽 사이의 갭이 좁을 수록, 중공 실린더에서 이미징된 가열 요소의 온도 분포가 더 정확하다. 15 mm 미만의 갭 폭에서는, 비교적 작은 드로잉 밸브 체적을 갖는 비교적 작은 드로잉 밸브가 얻어진다. 그러나, 본 발명에 따른 방법에서 체적에 있어서의 비교적 큰 변화로 인해, 특히 가열 구역이 150 내지 200 mm 의 길이 L 을 갖는 때에, 15 mm 내지 25 mm 범위의 상기 갭 폭의 결과로서 얻어지는 바와 같이, 더 큰 드로잉 밸브 체적이 요망된다.
- [0054] 성형 정도 및 성형 속도는 스루풋에 있어서 또한 관형 스트랜드 및 스타트 실린더의 지오메트리 데이터와 관련하여 그 자체로 나타난다. 높은 스루풋 체적은 높은 성형 정도에 의해 수반된다. 이와 관련하여, 관형 스트랜드의 외부 직경 T_a 가 28 mm 내지 35 mm 이하의 범위의 값으로 설정되는 때에 스루풋 체적이 15 내지 25 kg/h 의 범위의 값을 취하도록 하는 절차가 바람직하다.
- [0055] 대안예로서, 관형 스트랜드의 외부 직경 T_a 가 35 내지 50 mm 의 범위의 값일 때에 바람직하게는 스루풋 체적은 20 내지 30 kg/h 의 범위의 값으로 설정된다.
- [0056] 본 발명에 따른 방법에서, 성형 정도는 중공 실린더로부터 튜브까지 내부 표면의 증가에 의해 상당히 결정된다. 여기에서, 신장 비율은 중요한 역할을 한다. 관형 스트랜드는 바람직하게는 150 미만의, 특히 바람직하게는 50 내지 130 범위의 신장 비율로 인출된다.
- [0057] 이하, 실시형태 및 도면을 참조하여 본 발명을 상세히 설명한다.

도면의 간단한 설명

- [0058] 도 1 은 본 발명에 따른 방법을 수행하는 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
도 2 는 테스트 파라미터들 및 결과의 테이블을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0059] 도 1 에 따른 장치는 공구의 사용없이 중공 실린더 (4) 의 신장을 제공한다. 이는 수평 단면에 있어서 원형인 가열 공간 (3) 을 에워싸는 흑연의 수직 배향 가열 튜브 (1) 로 본질적으로 이루어지는 저항 타입 가열 노를 포함한다. 가열 튜브 (1) 는 240 mm 의 내부 직경, 260 mm 의 외부 직경, 및 180 mm 의 길이를 갖는 환형 요소로 이루어진다. 이는 낮은 함량의 회분을 갖는 흑연으로 이루어진다. 흑연의 가열 튜브 (1) 는 가열 구역을 적절히 에워싼다. 이는, 55 mm 의 폭을 갖고 흑연 튜브로 이루어지며 또한 250 mm 의 내부 직경과 280 mm 의 외부 직경을 갖는 연장 피스들 (5) 에 의해 양측에서 연장된다. 중공 실린더의 외부 표면으로부터의 약간 큰 거리 및 약간 큰 벽 두께로 인해, 중공 실린더 (4) 에 작용하는 온도는 연장 피스들 (5) 의 부위에서 가열 구역의 부위의 최대 온도보다 50°C 이상 더 낮다. 따라서 가열 구역 (Vc) 의 내부 체적은 약 8140 mm³ 이다.
- [0060] 상부 검출 평면 E1 의 레벨에는 (상부 연장 피스 (5) 의 상부 에지에는), 중공 실린더 (1) 의 표면 온도를 검출하는 고온계 (6) 가 배치된다. 하부 검출 평면 E2 의 레벨에는 (하부 연장 피스 (5) 의 하부 에지에는), 신장된 관형 스트랜드 (12) 의 표면 온도를 검출하는 또 다른 고온계 (7) 가 배치된다. 고온계들 (6 및 7) 의 온도 측정값들 및 고온계 (16) 에 의해 측정된 가열 튜브 (1) 의 온도는 각각 컴퓨터 (8) 에 공급된다.
- [0061] 중공 실린더 (4) 의 상부 단부는 웰드 (9) 를 통해 석영 유리 홀딩 튜브 (10) 에 연결되며 이에 의해 수평 및 수직 방향으로 이동할 수 있다.
- [0062] 중공 실린더 (4) 는 그 길이방향 축선이 가열 튜브 (1) 의 중앙 축선 (2) 에 대해 가능한한 동축으로 연장하도록 배향된다. 이는 위로부터 일정한 공급 속도로 (그 하부 단부를 시작으로) 가열 공간 (3) 에 공급되고 거기서 연화된다. 관형 스트랜드 (12) 는 연화된 영역으로부터 하방으로 수직으로 인출되어 드로잉 밸브 (11) 를 형성한다. 여기서 관형 스트랜드 (12) 는 컴퓨터 (8) 에 또한 연결된 벽두께 측정 장치 (14) 를 따라 안내되어서, 인출된 관형 스트랜드 (12) 의 벽두께가 드로잉 프로세스에서 기록되어 컴퓨터 (8) 의 도움으로 평가될 수 있다. 관형 스트랜드 (12) 및 중공 실린더 (4) 의 연속적인 내부 보어는 도면부호 13 을 갖는다. 튜브 인출 속도는 인출 장치에 의해 검출되고 컴퓨터 (8) 에 의해 조정된다.
- [0063] 이하, 석영 유리 튜브를 제조하기 위한 본 발명의 수직 드로잉 방법을 수행하기 위한 실시형태를 도 1 의 장치를 참조하여 보다 상세히 설명한다.

- [0064] 중공 실린더들의 제조
- [0065] 표준 OVD (Outside Vapor Deposition: 외부 기상 증착) 방법의 도움으로, SiO₂ 수트 (soot) 입자가 그 길이방향 축선을 중심으로 회전하는 캐리어 상에서 증착 버너를 왕복시킴으로써 층층이 증착된다. 증착 프로세스의 완료 및 캐리어의 제거 이후에, 제조 프로세스에 의해 도입된 히드록실기의 제거를 위한 탈수 처리를 거치게 되는 SiO₂ 수트의 다공성 튜브가 얻어진다. 여기서 수트 튜브는 탈수 노에 수직 배향으로 도입되고 염소-함유 분위에서 850°C 내지 1000°C 범위의 온도로 초기에 처리된다. 6 시간의 처리 기간후에, 수트 재료에서 100 wt. ppm 미만의 히드록실기 농도가 얻어진다.
- [0066] 이러한 방식으로 처리된 수트 튜브는 내부 보어의 붕괴없이 유리화 (vitrification) 노에서 약 1350°C 범위의 온도로 유리화된다. 이러한 방식으로 제조된 합성 석영 유리의 관형 석영 유리 블랭크의 두 개의 단부 부분들은 절단되고, #80 슛돌이 구비된 주변 그라인더에 의해 외부 벽이 거칠게 그라인딩되고, 그럼으로써 소정의 외부 목표 직경이 주로 얻어진다. 그리고 나서 튜브의 외부 표면은 NC 주변 그라인더에 의해 미세하게 그라인딩된다. 그럼으로써 얻어진 튜브의 내부 보어는 #80 호닝 스톤을 구비한 호닝 머신에 의해 전체적으로 호닝되고, 평활화의 정도는 연속적으로 리파이닝되고, #800 호닝 스톤에 의해 최종 처리가 행해진다. 이어서, 중공 실린더는 30% 하이드로플루오릭-산 에칭 용액에서 간단히 에칭된다. 평균 표면 거칠기 R_z 는 내벽의 부위에서 5.5 μm 이고 외벽의 부위에서 100 μm 이다.
- [0067] 그럼으로써 상이한 반경방향 치수들을 갖는 중공 실린더들이 합성 석영 유리로부터 제조되었다. 치수들은 표 1 에 나열되어 있다.
- [0068] 기재 튜브들의 제조
- [0069] 신장 프로세스의 도움으로 기재 튜브들을 제조하기 위해 중공 실린더들이 사용되었으며, 이에 대해서는 예를 참조하여 후술한다.
- [0070] 수직하게 배향된 가열 튜브 (1) 에서, 200 mm 의 외부 직경 및 50 mm 의 내부 직경을 가진 석영 유리 중공 실린더 (4) 는 그의 길이방향 축선이 가열 튜브 (1) 의 중앙 축선 (2) 에 대해 동축으로 연장하도록 조정된다. 이어서, 가열 튜브 (1) 의 중앙 축선 (2) 에 위치한 석영 유리의 중공 실린더 (4) 는 20 kg/h 의 매스 스루풋이 얻어지도록 가열 튜브 (1) 안으로 주어진 공급 속도로 방출된다. 가열 구역에서, 중공 실린더 (4) 는 2,200 °C 초과로 온도로 가열된다. 석영 유리의 관형 스트랜드 (12) 는 40 mm 의 공칭 외부 직경 및 36 mm 의 내부 직경으로 제어된 드로우 속도로 전개 드로잉 벌브 (11) 로부터 인출된다 (벽 두께: 2 mm). 중공 실린더 (4), 드로잉 벌브 (11) 및 관형 스트랜드 (12) 는 가열 공간 체적 V_{Heiz} (약 8,100 mm³) 을 갖는 가열 구역 (3) 내에서 약 2700 mm³ 의 총 실린더 공간 체적을 차지한다.
- [0071] 드로잉 프로세스 동안 퍼징 가스 라인 (도면에는 미도시) 을 통해 내부 보어 (13) 안으로 질소 스트림이 도입된다. 질소 스트림은 7 mbar 의 블로우 압력이 내부 보어 (13) 에 설정되도록 치수화된다. 블로우 압력은 연속적으로 측정되고 따라서 질소 스트림의 유량은 재조정된다. 관형 스트랜드 (12) 의 하부 단부를 부분적으로 폐쇄하는 플러그를 이용함으로써, 질소 스트림의 방해받지 않는 유출이 저지될 수 있고, 유량은 약 30 l/min 으로 제한될 수 있다. 이는, 가스 유동에 의한 관형 스트랜드 (12) 의 내벽의 과도한 냉각이 회피되고 평균 거칠기 값 Rz = 0.10 μm 에 의해 구별되는 평활한 퓨즈드 표면이 얻어지는 결과를 갖는다 (표 1: 샘플 1).
- [0072] 프로세스 제어의 도움으로, 인출된 관형 스트랜드 (12) 의 외부 직경 및 벽 두께가 제어된다. 내부 보어 (13) 내의 블로우 압력은 벽 두께를 위한 제어 변수로서의 역할을 하고, 블로우 압력은 질소 스트림으로부터 주로 도출되어서, 치수 변화시에 질소 스트림의 양은 제어 유닛에 의해 조절된다.
- [0073] 표 1 에 언급된 파라미터들에 의한 추가의 드로잉 테스트들이 샘플 1 을 참조하여 전술한 절차와 유사하게, 특히 신장 프로세스전에 중공 실린더의 기계적 처리를 위해 지시된 파라미터들로 실시되었다. 20 kg/h 의 샘플 1 에서의 매스 스루풋과 대조하여, 35 mm 초과로 관형 스트랜드의 공칭 외부 직경을 가지는 샘플들에서 매스 스루풋이 40 kg/h 로 설정되었다; 샘플 9 에서는 심지어 50 kg/h 로 설정되었다.
- [0074] 튜브 굽힘의 측정
- [0075] 원하는 기재 튜브 길이의 섹션들이 각 관형 스트랜드 (12) 로부터 절단된다. 튜브 피스의 단부들은 규정된 회

전 축선을 갖는 선반에 클램핑된다. 회전 축선을 중심으로 회전하는 튜브 피스는 튜브 직경을 넘어서 확장된 레이저 빔에 의해 회전 축선에 대해 수직인 방향으로 일루미네이션된다. 레이저 빔의 셰이딩 (shading) 은, 각 원주방향 위치에 대해, 각각의 축방향 측정 지점 (M) 에서 튜브의 외부 직경 및 튜브 센터 지점 (외부 직경의 절반) 의 위치를 산출한다. 축방향 측정 지점에서의 튜브 센터 지점과 회전 축선 사이의 최대 오프셋 값 (Max(Bow)_M) 이 저장된다. 총 튜브 피스가 측정되기 까지 축방향 측정 지점은 튜브 피스의 길이방향 축선을 따라 75 mm 스텝들로 시프팅된다. 모든 측정 지점들의 최대 오프셋 값들 (Max(Bow)_M) 로부터 최대 오프셋 (Bow_{max}) 이 결정된다. 이어서, 튜브 피스 길이 (L) 를 고려하여 튜브 피스의 편향의 1 미터-표준화된 계산이 이하의 식에 기초하여 실시된다: 굽힘 [mm/mm] = Bow_{max}[mm]/L[m].

[0076] 중공 실린더 (4) 로부터 얻어진 튜브 피스들은 각각의 배치 (batch) 를 형성한다. 표 1 의 마지막 열에 나타낸 굽힘 값은 당해 배치의 중간, 즉 크기에 따라 분류된 리스트의 중간의 것의 값을 나타낸다.

[0077] 거칠기 파라미터 R_z 의 측정

[0078] 거칠기 파라미터 R_z 은 DIN EN ISO 4287 에 따른 개별 측정 섹션내의 가장 높은 프로파일 톱과 가장 깊은 프로파일 밸리의 높이 차이로서 결정된다. R_z 은 5 개의 개별 측정 섹션들의 산술 평균이다.

[0079] 측정 결과

[0080] 관형 스트랜드 세그먼트들은 MCVD 법에 의해 또는 다른 플라즈마 타입 인사이드 증착법에 기초하여 내벽에 SiO₂ 층을 증착하기 위한 기재 튜브로서 사용된다. 비교적 저렴한 제조 파라미터들에도 불구하고, 기재 튜브는, 특히 석영 유리의 두꺼운 벽의 스타트 실린더들의 사용 및 중공 실린더의 내벽 및 외벽의 덜 복잡한 기계적 마무리 때문에, 충분히 평활한 내부 표면에 의해 그리고 특히 작은 편향으로 인한 높은 치수 안정성에 의해 구별된다. 0.7 mm/m 이하의 굽힘 및 0.15 μm 이하의 R_z 값을 갖는 내부 표면의 거칠기는 허용가능한 것으로 간주된다.

[0081] 프로세스 파라미터들 및 결과에 대한 세부 사항은 표 1 에서 찾을 수 있으며, 여기서

[0082] C_a 중공 실린더의 외부 직경

[0083] C_i 중공 실린더의 내부 직경

[0084] T_a 관형 스트랜드의 공칭 외부 직경

[0085] T_i 관형 스트랜드의 공칭 내부 직경

[0086] C_R 직경 비율 C_a/C_i

[0087] T_R 직경 비율 T_a/T_i

[0088] A(C) 중공 실린더의 내부 표면

[0089] A(T) 튜브의 내부 표면

[0090] L(C) 중공 실린더의 길이

[0091] L(T) 관형 스트랜드의 길이

[0092] 이다.

[0093] 참조 샘플은, WO 2004/083141 A1 (표 1, 라인 1) 에서 알 수 있는 바와 같이, 지오메트리 및 드로우 파라미터들에 기초하여 제조되었다. 샘플 2, 4, 6, 8 및 9 는 또 다른 비교예들을 나타낸다. 본 발명의 것으로부터 벗어난 파라미터들은 표에 회색 배경을 갖는다. 알 수 있는 바와 같이, 스타트 실린더에서의 작은 직경 비율 (C_r < 3) 은 심지어 드로우 비율 (L(T)/L(C)) 이 비교적 클지라도 내부 표면들의 비율 A(T)A(C) 에 의해 나타낸

도면2

표1

샘플	C _a [mm]	C _i [mm]	T _a [mm]	T _i [mm]	C _R	T _R	내부 직경 비율 C _i /T _i	내부 표면 비율 A(T)/A(C)	द्र로우 비율 L(T)/L(C)	블로우 압력 [mbar]	거칠기 R _z [μm]	굽힘 [mm/m]
참조 : WO2004/083141 A1	150	70	28	22	2.1	1.3	3.2	18.4	59	3	0.22	1.1
1	180	55	30	26	3.3	1.2	2.1	62.0	131	7	0.10	0.2
2 비교	180	70	30	26	2.6	1.2	2.7	45.6	123	6	0.11	0.8
3	200	55	39	34	3.6	1.1	1.6	62.6	101	8	0.12	0.4
4 비교	200	70	39	34	2.9	1.1	2.1	46.7	96	7	0.16	0.4
5	220	60	40	34	3.7	1.2	1.8	57.2	101	8	0.13	0.5
6 비교	220	80	40	34	2.8	1.2	2.4	40.2	95	7	0.18	0.6
7	240	42	25	17	5.7	1.5	2.47	67.3	166	8	0.15	0.7
8 비교	240	80	25	17	3.0	1.5	4.7	32.4	152	7	0.14	1.2
9	200	50	90	47	4.0	1.9	1.1	6.0	6	5	0.25	0.3
10	290	50	33	21	5.8	1.57	2.4	52.9	126	8	0.09	0.7