



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2007-0108178
 (43) 공개일자 2007년11월08일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) Int. Cl.
 C03B 8/04 (2006.01) C03B 19/14 (2006.01)
 C03B 37/014(2006.01) C03B 37/018(2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2007-7018944
 (22) 출원일자 2007년08월17일
 심사청구일자 없음
 번역문제출일자 2007년08월17일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2006/303334
 국제출원일자 2006년02월17일
 (87) 국제공개번호 WO 2006/088236
 국제공개일자 2006년08월24일</p> <p>(30) 우선권주장
 JP-P-2005-00042516 2005년02월18일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
 아사히 가라스 가부시카가이샤
 일본 도쿄도 치요다쿠 유라쿠초 1-12-1</p> <p>(72) 발명자
 히노, 게이코
 일본 963-0215 후쿠시마켄 고리야마시 마찌이께다이 1-8 고리야마세이부 다이-2 고교 단찌 에이취씨 일렉트로닉스 컴퍼니리미티드 내</p> <p>(74) 대리인
 이석재, 장수길</p> |
|---|---|

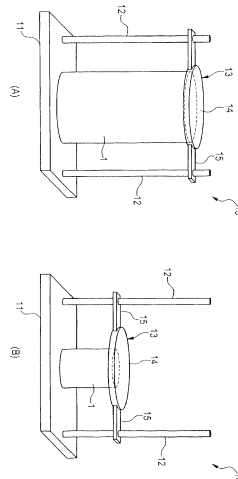
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 합성 석영 유리의 제조 방법, 합성 석영 유리 제조용 지그 및 광학 부재용 합성 석영 유리

(57) 요약

본 발명의 목적은 합성 석영 유리 중에 잔류하는 굴절률 분포를 고려한 합성 석영 유리의 제조 방법; 합성 석영 유리 제조 방법에 사용되는 지그; 및 상기 방법에 의해 제조된 광학 부재용 합성 석영 유리를 제공하는 것이다. 합성 석영 유리의 제조 방법은, 유리 원료를 화염 가수분해하여 합성된 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에서 퇴적 및 성장시켜 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재를 형성하는 공정; 상기 다공질 석영 유리 모재 (1)을 예비 소결하는 공정; 및 예비 소결된 상기 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화하는 공정을 포함하며, 상기 투명 유리화 공정에 있어서는, 다공질 석영 유리 모재의 성장축을 수직으로 한 후에 상기 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중 (13, 14)을 부하한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

유리 원료를 화염 가수분해하여 합성된 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에서 퇴적 및 성장시켜 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재를 형성하는 공정;

상기 다공질 석영 유리 모재를 예비 소결하는 공정; 및

예비 소결된 상기 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화하는 공정을 포함하는 합성 석영 유리의 제조 방법이며,

상기 투명 유리화 공정에 있어서, 다공질 석영 유리 모재의 성장축을 수직으로 한 후에 상기 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하하는 것을 특징으로 하는 합성 석영 유리의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 부하하는 하중이 0.4 내지 20.0 g/cm²인 합성 석영 유리의 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 기재된 방법으로 제조된 광학 부재용 합성 석영 유리.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 기재된 방법에서 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하하기 위해 사용되는 합성 석영 유리 제조용 지그이며,

상기 다공질 석영 유리 모재의 축을 수직으로 유지하면서 상기 다공질 석영 유리 모재가 탑재되는 베이스 테이블;

상기 베이스 테이블에 수직으로 설치된 하나 이상의 가이드 부재; 및

수직 방향으로 자유롭게 이동할 수 있고 상기 베이스 테이블과의 사이에서 상기 다공질 석영 유리 모재를 협지할 수 있도록 상기 가이드 부재에 의해 지지되는 가압 부재를 포함하고,

상기 가압 부재가 상기 다공질 석영 유리 모재에 접촉하면서 유리화 온도 이상으로 가열된 다공질 석영 유리 모재의 수축에 따라 수직으로 강하하여, 가압 부재 그 자체의 중량에 의해 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하하는 것을 특징으로 하는 합성 석영 유리 제조용 지그.

청구항 5

제4항에 있어서, 탄소 또는 SiC로 제조된 합성 석영 유리 제조용 지그.

명세서

기술 분야

<1> 본 발명은 합성 석영 유리의 제조 방법, 상기 방법에 사용되는 합성 석영 유리 제조용 지그 및 상기 방법에 의해 제조된 광학 부재용 합성 석영 유리에 관한 것이다.

배경 기술

<2> 예를 들면 거울 또는 렌즈와 같은 광학 부재용 합성 석영 유리의 제조에 사용되는 종래 공지된 방법에는, 기상 반응법에 의해 다공질 석영 유리 모재를 형성하고, 이 모재를 가열하여 투명 유리화하는 것을 포함하는 방법이 포함된다(예를 들면, 특허 문헌 1 참조).

<3> 특허 문헌 1에 개시된 합성 석영 유리의 제조 방법에서는, 규소 화합물, 예를 들면 사염화규소를 산수소염 증에 도입하여 화염 가수분해를 통해 석영 유리 미립자를 합성하고, 상기 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에 퇴적시키는 소위 VAD(vapor-phase axial deposition)법에 의해 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재를 형성한다. 상기 방법에서는, 이 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화한다.

- <4> 이와 같이 하여 얻어진 합성 석영 유리는, 방법의 특성으로 인해 히드록실기(OH기)를 전형적으로 약 100 내지 300 ppm의 양으로 함유한다. 이 OH기 농도 분포는 합성 석영 유리 중의 굴절률 분포를 일으키는 요인이 될 수 있다고 알려져 있다. 이 굴절률 분포를 감소시키는 다양한 기술이 제안되어 있다(예를 들면, 특허 문헌 2 참조).
- <5> 특허 문헌 2에 개시된 합성 석영 유리의 제조 방법에서는, 합성 석영 유리를 연화점 이상의 온도로 가열하여 자중 변형을 발생시키는 조작을 반복하여 행하고, 조작마다 자중 변형 방향을 변경하여 합성 석영 유리 중의 굴절률 분포를 감소시킨다.
- <6> 특허 문헌 1: JP-A-62-72536
- <7> 특허 문헌 2: JP-A-64-28240
- <8> 그러나, 예를 들면 특허 문헌 2에 개시된 합성 석영 유리의 제조 방법에 의해서도, 합성 석영 유리 중의 굴절률 분포를 완전히 제거하는 것은 곤란하다. 합성 석영 유리 중에 잔류하는 굴절률 분포에 대한 추가적인 대책이 필요하였다.

발명의 상세한 설명

- <9> 본 발명은 상기한 상황을 감안하여 이루어진 것이다.
- <10> 본 발명의 목적은 합성 석영 유리 중에 잔류하는 굴절률 분포를 고려한 합성 석영 유리의 제조 방법을 제공하는 것이다.
- <11> 다른 목적은 상기 방법에 사용되는 합성 석영 유리 제조용 지그를 제공하는 것이다.
- <12> 또 다른 목적은 상기 방법에 의해 제조된 광학 부재용 합성 석영 유리를 제공하는 것이다.
- <13> 이들 목적을 달성하기 위해, 본 발명의 합성 석영 유리의 제조 방법은, 유리 원료를 화염 가수분해하여 합성된 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에서 퇴적 및 성장시켜 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재를 형성하는 공정; 상기 다공질 석영 유리 모재를 예비 소결하는 공정; 및 예비 소결된 상기 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화하는 공정을 포함하며, 상기 투명 유리화 공정에 있어서는, 다공질 석영 유리 모재의 성장축을 수직으로 한 후에 상기 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 바람직하게는 0.4 내지 20.0 g/cm²인 하중을 부하한다.
- <14> 상기한 방법에서와 같이 유리 원료를 화염 가수분해하여 합성된 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에 퇴적시켜 형성되는 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재에서, 성장축에 수직인 단면은 축 근방의 OH기 농도가 비교적 높아서 분포가 실질적으로 회전 대칭인 불룩형 OH기 농도 분포 곡선을 가진다. 또한, 이 다공질 석영 유리 모재로 형성된 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포가 회전 대칭성을 유지한다. 회전 대칭성을 고려하여 광학 부재를 설계/제조함으로써, 합성 석영 유리로 제조되는 광학 부재의 광학 성질을 향상시킬 수 있다.
- <15> 따라서, 상기한 합성 석영 유리의 제조 방법에서 다공질 석영 유리 모재를 투명 유리화할 때, 다공질 석영 유리 모재의 성장축을 수직으로 한 후에 상기 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하한다. 그 이유는 하기와 같다. 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하면 부피 수축을 초래하지만, 다공질 석영 유리 모재의 축을 수직으로 유지함으로써 반경 방향의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 또한, 이 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하함으로써, 축 방향의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다(환언하면, 축 방향의 부피 수축이 불균일하게 발생하여 모재 굴곡과 같은 문제를 일으키는 현상이 방지된다). 이에 따라, 이 다공질 석영 유리 모재로 형성된 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포가 회전 대칭성을 유지할 수 있다.
- <16> 본 발명의 합성 석영 유리 제조용 지그는, 상기한 합성 석영 유리의 제조 방법에서 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하하기 위해 사용되며, 바람직하게는 탄소 또는 SiC로 제조된 합성 석영 유리 제조용 지그이다. 이 지그는 상기 다공질 석영 유리 모재의 축을 수직으로 유지하면서 상기 다공질 석영 유리 모재가 탑재되는 베이스 테이블; 상기 베이스 테이블에 수직으로 설치된 하나 이상의 가이드 부재; 및 수직 방향으로 자유롭게 이동할 수 있고 상기 베이스 테이블과의 사이에서 상기 다공질 석영 유리 모재를 협지할 수 있도록 상기 가이드 부재에 의해 지지되는 가압 부재를 포함하고, 상기 가압 부재는 상기 다공질 석영 유리 모재에 접촉하면서 유리화 온도 이상으로 가열된 다공질 석영 유리 모재의 수축에 따라 수직으로 강하하여, 가압 부재 그

자체의 중량에 의해 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하한다.

- <17> 상기한 합성 석영 유리 제조용 지그에 따르면, 다공질 석영 유리 모재의 수축을 방해하지 않고도 간단한 구조에 의해 다공질 석영 유리 모재에 최적의 하중을 부하할 수 있다.
- <18> 따라서, 다공질 석영 유리 모재의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 또한, 이 다공질 석영 유리 모재로 형성된 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포의 회전 대칭성을 유지할 수 있다.
- <19> 본 발명의 합성 석영 유리의 제조 방법 및 합성 석영 유리 제조용 지그에 따르면, 합성 석영 유리가 굴절률 분포의 회전 대칭성을 유지할 수 있어서, 그 회전 대칭성을 고려하여 이 합성 석영 유리로 제조되는 광학 부재는 향상된 광학 성질을 가질 수 있다.

실시예

- <42> 본 발명의 효과를 확인하기 위해, 유리를 하기 방식으로 제조하여 검사하였다. 실시예의 합성 석영 유리는, 투명 유리화에 있어서 모재의 축을 수직으로 유지한 후에 상기 모재에 수직으로 하중을 부하하는 상기한 합성 석영 유리의 제조 방법에 따라 제조하였다. 비교예의 합성 석영 유리는, 투명 유리화에 있어서 모재의 축을 수평으로 유지한 후에 상기 모재에 하중을 부하하지 않는 상기한 합성 석영 유리의 제조 방법에 따라 제조하였다. 이들 유리를 축에 수직인 단면 중의 굴절률 분포에 대해 검사하였다.
- <43> 실시예 및 비교예 각각에서, 다공질 석영 유리 모재를 대기 중에서 1,350 ℃로 4 시간 동안 가열함으로써 예비 소결하였다. 다음으로, 예비 소결된 상기 다공질 석영 유리 모재를 1,250 ℃에서 48 시간 동안 유지시키고, 이어서 1,450 ℃로 가열한 다음, 2 시간 동안 유지시켰다. 그 후, 히터의 스위치를 켜다. 이에 따라, 유리화가 행해졌다.
- <44> 실시예 및 비교예에서의 굴절률 분포의 검사 결과를 도 2 및 3에 각각 나타내었다. 비교예의 합성 석영 유리 중의 굴절률 분포를 나타내는 도 3에서의 등치선은 실시예의 합성 석영 유리 중의 굴절률 분포를 나타내는 도 2에서의 등치선보다 편평하였다. 비교예의 합성 석영 유리에 비해, 실시예의 합성 석영 유리는 굴절률 분포의 대칭성이 유지되어 있기 때문에, 광학 부재로서 사용하기에 적합한 재료가 되었다.
- <45> 이상, 상세히 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 합성 석영 유리의 제조 방법은 하기 효과를 달성한다. 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열함으로써 부피 수축이 발생할 때, 다공질 석영 유리 모재의 축을 수직으로 유지함으로써 반경 방향의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 또한, 이 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하함으로써, 축 방향의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 이에 따라, 이 다공질 석영 유리 모재로 형성된 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포가 회전 대칭성을 유지할 수 있다.
- <46> 본 발명의 합성 석영 유리 제조용 지그 (10)에 따르면, 다공질 석영 유리 모재의 수축을 방해하지 않고도 간단한 구조에 의해 다공질 석영 유리 모재에 최적의 하중을 부하할 수 있다. 따라서, 다공질 석영 유리 모재의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 또한, 이 다공질 석영 유리 모재로 형성된 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포의 회전 대칭성을 유지할 수 있다.
- <47> 또한, 그 회전 대칭성을 고려하여 광학 부재를 설계/제조함으로써, 합성 석영 유리로 제조되는 광학 부재의 광학 성질을 향상시킬 수 있다.
- <48> 본 발명을 그 구체적인 실시 양태를 참고하여 상세하게 설명했지만, 당업자라면 그 취지 및 범위를 벗어나지 않는 한 다양한 변화 및 변형이 가능함을 명백히 알고 있을 것이다.
- <49> 본 출원은 일본 특허 출원 제2005-042516호 및 제2005-363768호를 기초로 하며, 그 내용은 본원에 참조로서 포함된다.

도면의 간단한 설명

- <20> 도 1(A) 및 (B)는 본 발명에 따른 합성 석영 유리 제조용 지그의 한 실시 형태를 나타내는 사시도이다.
- <21> 도 2는 모재의 축을 수직으로 유지한 후에 그 위에 수직으로 하중을 부하하면서 상기 모재를 투명 유리화함으로써 얻어진 합성 석영 유리의, 축에 수직인 단면 중의 굴절률 분포를 나타낸다.
- <22> 도 3은 모재의 축을 수평으로 유지한 후에 그 위에 하중을 부하하지 않으면서 상기 모재를 투명 유리화함으로써

얻어진 합성 석영 유리의, 축에 수직인 단면 중의 굴절률 분포를 나타낸다.

- <23> 도면에 사용된 참조 번호는 각각 하기를 의미한다.
- <24> 1: 다공질 석영 유리 모재
- <25> 10: 합성 석영 유리 제조용 지그
- <26> 11: 베이스 테이블
- <27> 12: 가이드 부재
- <28> 13: 가압 부재
- <29> <발명을 실시하기 위한 최선의 형태>
- <30> 이하, 본 발명의 합성 석영 유리의 제조 방법 및 합성 석영 유리 제조용 지그의 한 실시 형태를 상세히 설명한다. 도 1은 본 발명에 따른 합성 석영 유리 제조용 지그의 한 실시 형태를 나타내는 사시도이다.
- <31> 이 실시 형태는 유리 원료를 화염 가수분해하여 석영 유리 미립자를 합성하는 공정, 상기 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에서 퇴적/성장시켜 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재를 형성하는 공정, 얻어진 다공질 석영 유리 모재를 예비 소결하는 공정, 예비 소결된 상기 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화함으로써 합성 석영 유리를 얻는 공정을 포함한다. 다공질 석영 유리 모재를 투명 유리화할 때, 상기 다공질 석영 유리 모재의 축을 수직으로 유지한 후에 이 다공질 석영 유리 모재에 수직으로 하중을 부하한다. 이에 따라, 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포가 회전 대칭성을 유지한다.
- <32> 유리 원료는 가스화될 수 있는 한 특별히 제한되지 않는다. 그러나, 염화물, 예를 들면 SiCl_4 , SiHCl_3 , SiH_2Cl_2 및 $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$, 불화물, 예를 들면 SiF_4 , SiHF_3 및 SiH_2F_2 , 브롬화물, 예를 들면 SiBr_4 및 SiHBr_3 , 및 요오드화물, 예를 들면 SiI_4 와 같은 할로겐화 규소 화합물이 작업성 및 비용의 면에서 바람직하다.
- <33> 다공질 석영 유리 모재는 이들 유리 원료 중 임의의 것을 산수소염 중에 도입하여 가수분해하고, 이와 같이 하여 합성된 석영 유리 미립자를 회전하는 기재 상에 퇴적시킴으로써 형성된다. 석영 유리 미립자를 기재 상에 퇴적시키는 방법의 예에는 (1) 기재로서의 유리 심축의 축 방향으로 전후 이동하는 버너의 화염 중에서 유리 심축을 회전시키면서, 상기 유리 심축의 외부 표면에 석영 유리 미립자를 퇴적시키는 소위 OVD법; (2) 기재로서의 유리관의 축 방향으로 전후 이동하는 버너의 화염 중에서 유리관을 회전시키면서, 상기 유리관의 내부 표면에 석영 유리 미립자를 퇴적시키는 소위 MCVD법; 및 (3) 회전하는 유리 심축을 축 방향으로 인상하면서, 퇴적물이 빙주상으로서 상기 유리 심축의 선단으로부터 축 방향으로 성장하도록 상기 유리 심축에 석영 유리 미립자를 퇴적시키는 소위 VAD법이 포함된다. 기재의 회전 속도는 석영 유리 미립자의 퇴적 속도에 따라 상이하지만, 전형적으로 0.1 내지 10 rpm의 범위이다.
- <34> 이와 같이 하여 형성된 실질적으로 원주형인 다공질 석영 유리 모재에서, 축에 수직인 단면은 축 근방의 OH기 농도가 비교적 높아서 분포가 실질적으로 회전 대칭인 볼록형 OH기 농도 분포 곡선을 가진다.
- <35> 얻어진 다공질 석영 유리 모재는 비교적 취약하기 때문에, 예비 소결하여 취급하기에 충분한 강성을 부여한다. 예비 소결은 전형적으로 대기 중에서 1,350 °C 정도로 수 시간 가열함으로써 행해진다.
- <36> 이어서, 예비 소결된 다공질 석영 유리 모재를 유리화 온도 이상으로 가열하여 투명 유리화한다. 이 투명 유리화는 다공질 석영 유리 모재를 1,400 내지 1,550 °C에서 1 시간 이상 가열함으로써 행할 수 있다. 이 조작에서, 다공질 석영 유리 모재는 그 성장축을 수직으로 유지한 후에 그 위에 수직으로 하중을 부하하면서 가열된다.
- <37> 구체적으로는, 도 1(A)에 도시한 바와 같이, 예비 소결된 다공질 석영 유리 모재 (1)의 축을 수직으로 유지하면서 상기 다공질 석영 유리 모재 (1)이 탑재되는 베이스 테이블 (11); 상기 베이스 테이블 (11)에 수직으로 설치된 가이드 부재 (12); 및 수직 방향으로 자유롭게 이동할 수 있고 상기 베이스 테이블 (11)과의 사이에서 상기 다공질 석영 유리 모재 (1)을 협지할 수 있도록 상기 가이드 부재 (12)에 의해 지지되는 가압 부재 (13)을 포함하는 지그 (10)이 사용된다. 지그 (10)은 예를 들면 카본 또는 SiC와 같은 내열성을 갖는 재료로 제조된다.
- <38> 가이드 부재 (12)는 베이스 테이블 (11)에 탑재된 다공질 석영 유리 모재 (1)의 양 옆에 위치하도록 수직으로

설치된 한 쌍의 원주형 막대이다. 가압 부재 (13)은 축을 수직으로 하여 베이스 테이블 (11)에 탑재된 다공질 석영 유리 모재 (1)의 축 방향 선단 면에 접촉하는 실질적으로 원반형인 접촉부 (14); 및 가이드 부재 (12)가 삽입되는 삽입 구멍을 갖는 피가이드부 (15)를 포함한다.

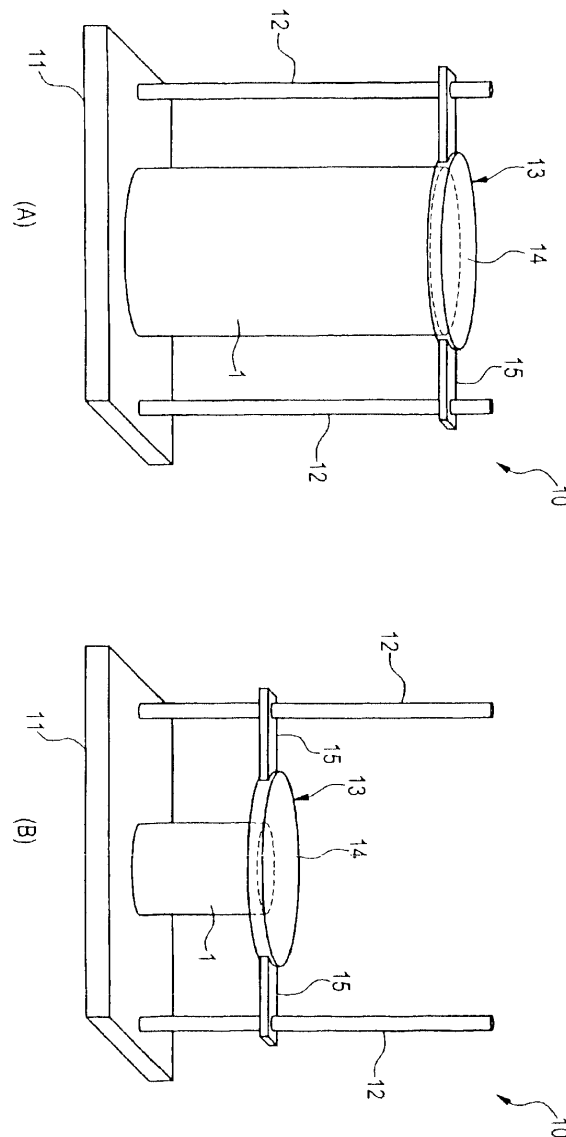
<39> 가이드 부재 (12)는 피가이드부 (15)의 삽입 구멍에 삽입되고, 피가이드부 (15)는 가이드 부재 (12)를 따라 미끄러져 움직인다. 이에 따라, 가압 부재 (13)이 수직 방향으로 자유롭게 이동할 수 있는 상태가 된다. 도 1(B)에 도시한 바와 같이, 다공질 석영 유리 모재 (1)이 유리화 온도 이상으로 가열되어 부피 수축됨에 따라, 가압 부재 (13)이 수직으로 강하한다. 따라서, 가압 부재 (13)의 자중에 의해 다공질 석영 유리 모재 (1)에 수직으로 하중이 부하된다.

<40> 다공질 석영 유리 모재 (1)에 부하되는 하중은 0.4 내지 20.0 g/cm²가 바람직하다. 하중을 상기 범위 내로 조정함으로써, 하중이 다공질 석영 유리 모재 중에 왜곡을 발생시키는 것을 막으면서, 다공질 석영 유리 모재 (1)의 부피 수축을 균일하게 진행시킬 수 있다. 또한, 기체를 투명 유리화함으로써 얻어진 합성 석영 유리에서도, OH기 농도 분포 및 이에 기인하는 굴절률 분포가 회전 대칭성을 유지할 수 있다.

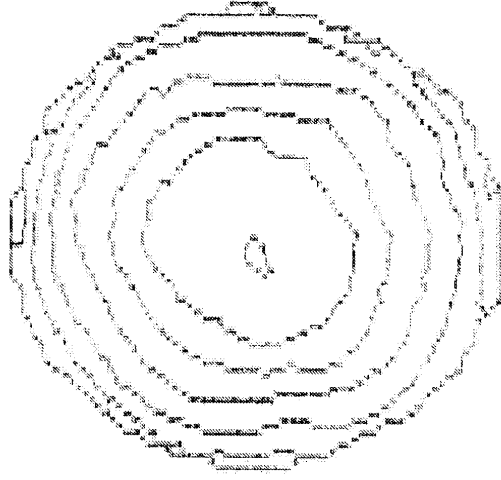
<41> 다공질 석영 유리 모재 (1)의 부피 수축에 따라 강하하는 가압 부재 (13)이 기울어지는 것을 막을 목적으로, 피가이드부 (15)에 형성되는 삽입 구멍은 가이드 부재 (12)에 따른 길이 치수가 비교적 긴 것이 바람직하다.

도면

도면1



도면2



도면3

