

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
10. Mai 2001 (10.05.2001)

PCT

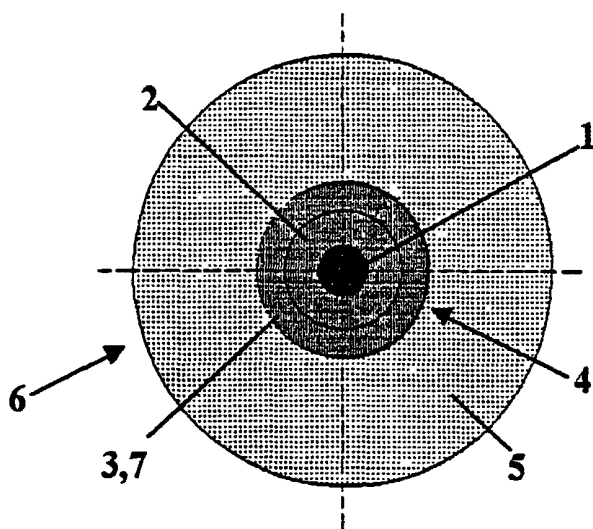
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 01/32572 A1**

- (51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: C03B 37/012 (71) Anmelder (nur für JP, KR): SHIN-ETSU QUARTZ PRODUCTS CO., LTD. [JP/JP]; 22-2, Nishi-Shinjuku 1-chome, Shinjuku-ku, Tokyo (JP).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/10665 (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FABIAN, Heinz [DE/DE]; Westring 29, 63762 Grossostheim (DE).
- (22) Internationales Anmeldedatum: 30. Oktober 2000 (30.10.2000) (74) Anwalt: STAUDT, Armin; Patentanwälte Grimm & Staudt, Edith-Stein-Strasse 22, 63075 Offenbach am Main (DE).
- (25) Einreichungssprache: Deutsch (81) Bestimmungsstaaten (national): BR, CA, CN, JP, KR, RU, US, ZA.
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch (84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- (30) Angaben zur Priorität: 199 52 821.7 2. November 1999 (02.11.1999) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): HERAEUS QUARZGLAS GMBH & CO. KG [DE/DE]; Quarzstrasse, 63450 Hanau (DE).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING A QUARTZ GLASS BLANK FOR OPTICAL WAVEGUIDES AND QUARTZ GLASS BLANK PRODUCED ACCORDING TO THIS METHOD

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER QUARZGLAS-VORFORM FÜR LICHTLEITFASERN SOWIE NACH DEM VERFAHREN HERGESTELLTE QUARZGLAS-VORFORM



(57) Abstract: According to a known method for producing a quartz glass blank for optical waveguides, a core rod with a quartz glass core with a first refractive index and a jacket which radially delimits the core and which has at least one inner jacket layer consisting of a quartz glass with a second refractive index is produced, said inner jacket layer bordering the core. The core rod is coated with a coating tube consisting of porous quartz glass, said coating tube being sintered and hereby shrunk onto the core rod. The aim of the invention is to develop an economical and reproducible method for producing a quartz glass blank for optical waveguides with low optical damping, based on this known method, and to provide a corresponding blank. To this end, the invention provides that the core (1) and the inner jacket layer (2; 3; 7) are produced according to the OVD, MCVD, PCVD or VAD method and that the core rod (4) is coated with a coating tube (5) produced according to the OVD method.

(57) Zusammenfassung: Bei einem bekannten Verfahren zur Herstellung einer Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern

wird ein Kernstab, der einen Kern aus Quarzglas mit einem ersten Brechungsindex und einen den Kern radial begrenzenden Mantel, der mindestens eine an den Kern angrenzende, innere Mantelschicht aus Quarzglas mit einem zweiten Brechungsindex aufweist, bereitgestellt und mit einem Überfangrohr aus porösem Quarzglas überfangen, indem das Überfangrohr gesintert wird und dabei auf den Kernstab aufschumpft. Um hiervon ausgehend ein kostengünstiges und reproduzierbares Verfahren für die Herstellung einer Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern mit geringer optischer Dämpfung anzugeben und eine entsprechende Vorform bereitzustellen, wird erfindungsgemäss vorgeschlagen, dass der Kern (1) und die innere Mantelschicht (2; 3; 7) nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt werden, und dass der Kernstab (4) von einem nach dem OVD-Verfahren hergestellten Überfangrohr (5) überfangen wird.

WO 01/32572 A1



**Veröffentlicht:**

— Mit internationalem Recherchenbericht.

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

### Verfahren zur Herstellung einer Quarzglas-Vorform

#### 5 für Lichtleitfasern sowie nach dem Verfahren hergestellte Quarzglas-Vorform

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern durch Bereitstellen eines Kernstabs, der einen Kern aus Quarzglas mit einem ersten Brechungsindex und einen den Kern radial  
10 begrenzenden Mantel, der mindestens eine an den Kern angrenzende, innere Mantelschicht aus Quarzglas mit einem zweiten Brechungsindex aufweist, umfasst, und Überfangen des Kernstabs mit einem Überfangrohr.

Weiterhin betrifft die vorliegende Erfindung eine nach dem Verfahren hergestellte Quarzglas-Vorform, umfassend einen Kernstab, der einen Kern aus Quarzglas mit  
15 einem ersten Brechungsindex und einen den Kern radial umgebenden Mantel, der mindestens eine an den Kern angrenzende, innere Mantelschicht aus Quarzglas mit einem zweiten Brechungsindex aufweist, und mit einer den Kernstab umhüllenden zweiten Mantelschicht.

Der Einsatz von Lichtleitfasern zur Datenübertragung hat in den letzten 20 Jahren an  
20 wirtschaftlicher Bedeutung gewonnen. Nachdem die Lichtleitfasern zunächst hinsichtlich ihrer optischen Dämpfung und der Faserfestigkeit verbessert wurden, ist nunmehr die Kostensenkung zentrales Thema. Mögliche Ansatzpunkte hierfür sind die Erhöhung der Übertragungskapazität pro Lichtleitfaser und die Senkung der Herstellkosten der Lichtleitfasern.

25 Die Herstellung von Lichtleitfaservorformen für kommerzielle Anwendungen erfolgt im wesentlichen nach den bekannten OVD- (Outside-Vapor-Deposition), MCVD- (Modified-Chemical-Vapor-Deposition, PCVD- (Plasma-Induced-Chemical-Vapor-Deposition) und VAD-(Vapor-Axial-Deposition) -Verfahren. Bei diesen Verfahren wird

zunächst ein Kernstab hergestellt, der im wesentlichen den Kern und den Mantel der späteren Lichtleitfaser bildet. Der Mantel der Lichtleitfaser wird im folgenden als „optisches Cladding“ bezeichnet. Typische Durchmesser-Verhältnisse von Kernstab- zu Kerndurchmesser liegen zwischen 2 und 6. Dieses Durchmesser-Verhältnis ist als sogenanntes „ $d_M/d_K$ -Verhältnis“ bekannt, wobei  $d_M$  der Durchmesser des Kernstabs ist und  $d_K$  der Durchmesser des Kerns. Da kommerziell verwendete Monomode-Lichtleitfasern typische Kerndurchmesser von ca. 8  $\mu\text{m}$  bis 9  $\mu\text{m}$  und einen Faserdurchmesser von 125  $\mu\text{m}$  aufweisen, muss weiteres Quarzglas auf den Kernstab aufgebracht werden, um diese geometrischen Verhältnisse zu erreichen.

5  
10 Dieses weitere Quarzglas, das den Kernstab ummantelt, wird auch als „Jacketmaterial“ bezeichnet. Die Qualität des Jacketmaterials ist für die mechanische Festigkeit der Lichtleitfaser von Bedeutung, während sein Einfluss auf die optischen Eigenschaften bisher nur eine untergeordnete Rolle spielt.

Bei einem typischen  $d_M/d_K$ -Verhältnis von 4 trägt der Kernstab lediglich knapp 10 % zum gesamten Faserquerschnitt bei. Die restlichen 90 % werden durch das Jacketmaterial bereitgestellt. Im Hinblick auf die Kostenoptimierung der Vorformherstellung sind daher die Kosten für die Herstellung und das Aufbringen des Jacketmaterials von zentraler Bedeutung.

15

Ein Verfahren und eine Vorform der eingangs angegebenen Gattung sind aus der DE-A 39 11 745 bekannt. Darin wird für die Herstellung eines Kernstabs vorgeschlagen, auf einen Kernglas-Stab aus Quarzglas mit einer Deckschicht aus pulverkeramischem Material zu versehen, indem ein Rohr aus dem pulverkeramischem Material geformt und dieses in einem kombinierten Dotier- und Sinterprozess in einer einen Dotierstoff enthaltenden Gasphase auf den Kernglas-Stab aufgeschrumpft wird. Durch wiederholtes Anwenden dieses Verfahrens können vielschichtige Strukturen aus Gläsern mit unterschiedlichem optischem Verhalten hergestellt werden.

20  
25

Im Zusammenhang mit der Herstellung des Kernstabes hat es sich gezeigt, dass die Grenzfläche zwischen dem Mantelrohr und dem Kernglas-Stab auch bei großer Sorgfalt nicht frei von Störstellen ist, die beim anschließenden Verschmelzen zu

30

Defekten führen können. Gerade an der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel wirken sich diese Defekte besonders nachteilig aus. Darüber hinaus besteht aufgrund der hohen Temperatur beim Verschmelzen von Kernglas-Stab und der pulverkeramischen Decksicht porösem Mantelrohr die Gefahr, dass sich der dünne Kernglas-Stab verbiegt. Darüber hinaus weist die Herstellung der aus pulverkeramischem Material geformten Deckschicht Nachteile hinsichtlich der Herstellungskosten für die Quarzglas-Vorform auf und erweist sich als wenig reproduzierbar.

Ein ähnliches Verfahren ist auch aus der US-A 4,675,040 bekannt. Bei dem darin beschriebenen Verfahren zur Herstellung einer Quarzglas-Vorform für sogenannte Monomode-Fasern wird in einem ersten Verfahrensschritt ein Kernstab hergestellt, indem ein Kernglas-Stab aus Quarzglas mit einem Mantelrohr umhüllt und verschmolzen wird. Der Kernglas-Stab besteht aus undotiertem, synthetischem Quarzglas, während das Mantelrohr als sogenannter „SiO<sub>2</sub>-Sootkörper“ vorliegt, der durch Flammenhydrolyse von SiCl<sub>4</sub> und schichtweisem Abscheiden von SiO<sub>2</sub>-Partikeln auf einem Substrat erhalten wird. Vor dem Verschmelzen wird die Oberfläche des Kernglas-Stabs poliert und zur Reduzierung des OH-Gehalts in einer Plasmaflamme erhitzt. Das poröse Mantelrohr wird zur Absenkung des Brechungsindex mit Fluor dotiert und anschließend bei einer Temperatur von 1650 °C gesintert und dabei auf den Kernglas-Stab unter Bildung eines Kernstabes mit einem Außendurchmesser von 64 mm aufschumpft. Der Kern des so hergestellten Kernstabes weist einen Durchmesser von 8 mm auf, und ist von einem Mantel („optisches Cladding“) mit kleinerem Brechungsindex umhüllt, wobei die Differenz der Brechungsindizes als  $\Delta = 0,30$  angegeben wird ( $\Delta = (n_1 - n_2) / n_1 \times 100$ , mit  $n_1 = 1,4585$ ).

In einem zweiten Verfahrensschritt wird der Kernstab von einem Überfangrohr („jacket“) aus undotiertem Quarzglas überfangen, indem das Überfangrohr auf den Kernstab aufkollabiert wird. Der Verbund aus Kernstab und Überfangrohr bildet eine Quarzglas-Vorform, aus der anschließend eine Monomode-Faser gezogen wird.

Das Jacketmaterial wird bei dem bekannten Verfahren in Form eines Überfangrohres aus Quarzglas bereitgestellt. Im Fall von synthetischem Quarzglas erfolgt die Herstellung des Überfangrohres üblicherweise dadurch, dass eine

Siliziumverbindung, wie zum Beispiel  $\text{SiCl}_4$ , unter Bildung von  $\text{SiO}_2$ -Partikeln oxidiert oder hydrolysiert wird und die  $\text{SiO}_2$ -Partikel schichtweise auf einem Trägerstab abgeschieden werden, dieser anschließend entfernt und das so erhaltene Rohr aus porösem Sootmaterial dichtgesintert wird. Die Herstellung derartiger Überfangrohre umfasst eine Vielzahl von Verfahrensschritten.

Im Zusammenhang mit der Herstellung des Kernstabes hat es sich gezeigt, dass die Grenzfläche zwischen dem Mantelrohr und dem Kernglas-Stab auch bei großer Sorgfalt nicht frei von Störstellen ist, die beim anschließenden Verschmelzen zu Defekten führen können. Gerade an der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel wirken sich diese Defekte besonders nachteilig aus. Darüber hinaus besteht aufgrund der hohen Temperatur beim Verschmelzen von Kernglas-Stab und porösem Mantelrohr die Gefahr, dass sich der dünne Kernglas-Stab verbiegt. Diese Gefahr wird noch verstärkt, wenn das Kernglas zusätzlich einen die Viskosität von Quarzglas senkenden Dotierstoff – wie Germaniumoxid – enthält. Aus einer Verbiegung des Kernglas-Stabs kann eine Durchbiegung der Vorform oder eine Exzentrizität des Faserkerns in der Lichtleitfaser resultieren.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein kostengünstiges und reproduzierbares Verfahren für die Herstellung einer Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern mit geringer optischer Dämpfung anzugeben und eine entsprechende Vorform bereitzustellen.

Hinsichtlich des Verfahrens wird diese Aufgabe ausgehend von dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass der Kern und die innere Mantelschicht nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt werden, und dass der Kernstab von einem nach dem OVD-Verfahren hergestellten Überfangrohr überfangen wird.

In einem ersten Verfahrensschritt wird ein Kernstab hergestellt, der in einem zweiten Verfahrensschritt von einem Überfangrohr in Form eines porösen  $\text{SiO}_2$ -Zylinders überfangen wird. Der Kernstab liefert das Quarzglas für den Faserkern und mindestens eines Teils des optischen Claddings der späteren Lichtleitfaser.

- Dabei ist es wesentlich, dass ein Kernstab bereitgestellt wird, bei dem mindestens der Kern und die den Kern radial begrenzende, innere Mantelschicht nach dem OVD, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt werden. Denn nur bei Einsatz eines so hergestellten Kernstabs lassen sich die beim gattungsgemäßen Verfahren mit der Kernstab-Herstellung einhergehenden Probleme hinsichtlich der Kristallbildung an der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel und der Durchbiegung des Kernglasstabs vermeiden. Um ein reproduzierbares Ergebnis zu erzielen, ist es weiterhin wesentlich, dass ein nach dem OVD-Verfahren hergestelltes Überfangrohr eingesetzt wird, um den Kernstab zu überfangen.
- 5
- 10 Der Kernstab umfasst den Kern, der radial von der inneren Mantelschicht begrenzt wird. Zusätzlich zu der inneren Mantelschicht kann der Kernstab eine oder mehrere weitere Mantelschichten aufweisen, die die erste Mantelschicht umhüllen. Dieses Mantelmaterial kann ebenfalls nach einem der oben genannten Verfahren (OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD) oder mittels der sogenannten Stab-in-Rohr-Technik
- 15 aufgebracht werden.

Erfindungsgemäß wird das Überfangrohr in Form eines porösen  $\text{SiO}_2$ -Zylinders mit axialer Öffnung bereitgestellt. Das poröse Überfangrohr lässt sich einfach und kostengünstig dadurch erzeugen, dass eine Siliziumverbindung unter Bildung von  $\text{SiO}_2$ -Partikeln oxidiert oder hydrolysiert wird, und die  $\text{SiO}_2$ -Partikel schichtweise auf einem Trägerstab abgeschieden werden, und dieser anschließend entfernt wird. Das so erzeugte Überfangrohr zeichnet sich durch eine exakte, durch den Außendurchmesser des Trägerstabs vorgegebene Innenbohrung aus und ist daher zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens unmittelbar geeignet. Es entfallen daher die beim bekannten Verfahren zur Herstellung des „Jacket-Rohres“ aus Quarzglas zusätzlich erforderlichen Verfahrensschritte, die insbesondere die Nacharbeitung der Innenbohrung nach dem Kollabieren und die Einstellung der Sollgeometrie umfassen. Dementsprechend sind beim erfindungsgemäßen Verfahren die Herstellungskosten für das sogenannte „Jacket-Material“ der Vorform im Vergleich zum bisherigen Verfahren geringer. Da das „Jacket-Material“ den weitaus größten Teil des Vorform-Volumens ausmacht, wirken sich die Einsparungen deutlich auf die Herstellungskosten für die Vorform aus.

20

25

30

- Zur Herstellung der Vorform wird der Kernstab in die axiale Öffnung des porösen Überfangrohres eingeführt, das anschließend gesintert wird, dabei auf den Kernstab aufschumpft und mit diesem verschmilzt. An der Grenzfläche zwischen Kernstab und Überfangrohr eventuell entstehende Störstellen liegen in der späteren
- 5 Lichtleitfaser am Rande oder außerhalb des lichtführenden Bereiches und wirken sich daher nicht auf die Transmission der Lichtleitfaser aus.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht somit die kostengünstige Herstellung einer Quarzglas-Vorform, die hohen Anforderungen an ihre optischen Eigenschaften genügt.

- 10 Es hat sich als günstig erwiesen, ein Überfangrohr einzusetzen, das eine Dichte im Bereich zwischen  $0,4$  und  $0,7 \text{ g/cm}^3$  aufweist. Durch eine hohe Dichte des Überfangrohres wird das Aufsintern auf den Kernstab erleichtert. Im Hinblick hierauf hat sich eine Dichte von des Überfangrohres von mindestens  $0,5 \text{ g/cm}^3$  besonders bewährt. Die Obergrenze des angegebenen Dichtebereichs ergibt sich durch das
- 15 Erfordernis einer ausreichenden Reaktivität und Durchlässigkeit des porösen Überfangrohres, die nach dem Abscheidevorgang eine effektive Reinigung in einer Gasatmosphäre ermöglicht. Die Dichte wird als Mittelwert mehrerer Messungen mittels Quecksilber- porosimetrie ermittelt.

- In einer bevorzugten Verfahrensweise wird die Differenz zwischen erstem und
- 20 zweitem Brechungsindex auf mindestens  $0,003$  eingestellt. Die Brechzahldifferenz beeinflusst die Lichtführung im Kern. Je größer die Brechzahldifferenz ist, um so besser erfolgt die Lichtführung im Kern und um so geringer ist der Einfluss des Mantels („optisches Cladding“) und insbesondere der Grenzfläche zwischen Kernstab und Überfangrohr. Eine große Brechzahldifferenz zwischen Kern und innerer
- 25 Mantelschicht von  $0,003$  und mehr erlaubt es, diese Grenzfläche (Kernstab/ Überfangrohr) nahe an den lichtführenden Bereich der Lichtleitfaser zu bringen und damit den Volumenanteil des „optischen Claddings“ zu Gunsten des wesentlich kostengünstigeren „Jacket-Materials“ des Überfangrohres zu verringern.

- In dieser Hinsicht hat es sich auch als günstig erwiesen, einen Kernstab einzusetzen,
- 30 bei dem das Verhältnis von Kernstab-Außendurchmesser und Kern-Durchmesser



- drei oder kleiner ist ( $d_M/d_K$ -Verhältnis  $\leq 3$ ). Erfindungsgemäß beträgt die Wandstärke des Mantels somit maximal das Doppelte des Kerndurchmessers. Der Kerndurchmesser einer Lichtleitfaser ist im allgemeinen durch deren Einsatzzweck fest vorgegeben. Bei einer Monomode-Faser beträgt er beispielsweise etwa 8  $\mu\text{m}$ .
- 5 Der restliche radiale Faserquerschnitt wird vom „optischen Cladding“ und vom „Jacketmaterial“ gebildet. Eine Verkleinerung des  $d_M/d_K$ -Verhältnisses wirkt somit ebenfalls in dem Sinne, dass der Volumenanteil des „optischen Claddings“ zu Gunsten des erfindungsgemäß wesentlich kostengünstiger herstellbaren „Jacket-Materials“ des Überfangrohres verringert wird.
- 10 Im Hinblick auf eine Kostensenkung wird vorzugsweise ein Überfangrohr mit einem Innendurchmesser von mindestens 30 mm eingesetzt. Der Kernstab wird mit einem dementsprechend angepassten, großen Außendurchmesser ausgebildet, so dass eine großvolumige und damit – bezogen auf die Länge der daraus zu ziehenden Lichtleitfaser - kostengünstige Vorform hergestellt werden kann. Die Wandstärke des
- 15 Überfangrohres, die den Außendurchmesser der Vorform und die Wandstärke des „Jacket-Materials“ der Lichtleitfaser festlegt, liegt im allgemeinen zwischen 60 mm und 500 mm (bei einer mittleren Dichte (gemessen über den radialen Querschnitt) im Bereich von 0,4  $\text{g/cm}^3$  bis 0,7  $\text{g/cm}^3$ ). Mit einer Wandstärke von mindestens 60 mm wird sichergestellt, dass der poröse Quarzglaskörper eine ausreichende
- 20 mechanische Festigkeit aufweist. Wandstärken oberhalb von 500 mm erschweren das Aufsintern durch eventuell ausdiffundierende Gase und verlängern die Diffusionswege bei einer Gasphasen-Behandlung des Überfangrohres.

In einer ersten bevorzugten Verfahrensvariante wird der Kernstab aus dem Kern und der inneren Mantelschicht gebildet. Verfahrensschritte zur Bildung von zusätzlichen

25 Mantelschichten zwischen dem Kern und dem Überfangrohr werden so vermeiden.

In einer alternativen, jedoch gleichermaßen geeigneten Verfahrensvariante wird der Kernstab vor dem Überfangen mit einem Hüllrohr aus Quarzglas überfangen. In diesem Fall umfasst der Kernstab außer dem Kern und der inneren Mantelschicht mindestens eine weitere Mantelschicht, die durch das Hüllrohr bereitgestellt wird. Das

30 Hüllrohr besteht aus undotiertem Quarzglas oder aus einem Dotierstoff enthaltendem

Quarzglas. Es kann zum Brechzahlprofil der Vorform und insbesondere zum „optischen Cladding“ der Lichtleitfaser beitragen. Das Hüllrohr wird nach einem kostengünstigen Verfahren hergestellt und ersetzt teilweise das teurere Mantel-Material. Der Abstand zwischen dem Kern der Vorform und der Grenzfläche zum porösen Überfangrohr wird auf diese Weise kostengünstig vergrößert. Um Verunreinigungen des Kernstabes zu vermeiden, besteht das Hüllrohr vorzugsweise aus synthetischen Quarzglas.

Als besonders günstig hat sich eine Verfahrensweise erwiesen, bei der das Überfangrohr einer Chlorbehandlung durch Erhitzen in chlorhaltiger Atmosphäre bei einer Temperatur oberhalb von 700 °C unterzogen wird. Durch die Chlorbehandlung werden Verunreinigungen entfernt und der OH-Gehalt des SiO<sub>2</sub>-Zylinders gesenkt. Für die Chlorbehandlung sind Chlor und bei der Behandlungstemperatur hygroskopisch wirkende Chlorverbindungen geeignet.

Vorzugsweise werden für die Chlorbehandlung der Außendurchmesser des Kernstabes und der Innendurchmesser des Überfangrohres so gewählt, dass während der Chlorbehandlung zwischen dem Überfangrohr und dem darin eingesetzten Kernstab ein Ringspalt verbleibt. Durch die Chlorbehandlung nach dem Einführen des Kernstabs und vor dem Sintern des Überfangrohres wird sowohl die Oberfläche des Kernstabs und der Ringspalt zwischen Kernstab und Überfangrohr gereinigt. Darüber hinaus gewährleistet der Ringspalt, dass die chlorhaltige Atmosphäre auf das Überfangrohr sowohl von dessen Innenwandung aus, als auch von der Außenwandung aus einwirken kann, so dass die Diffusionswege halbiert und damit die Behandlungsdauern verkürzt werden. Die Weite des Ringspalt beträgt mindestens 3 mm.

Durch eine Fluordotierung wird eine Brechzahlabsenkung von Quarzglas bewirkt. Es hat sich bewährt, das Überfangrohr vor dem Sintern und nach der Chlorbehandlung mit Fluor zu dotieren. Dadurch wird gleichzeitig Chlor aus dem porösen Quarzglas ausgetrieben.

Es wird eine Verfahrensweise bevorzugt, bei der ein Überfangrohr eingesetzt wird, dessen Wandstärke ein Übermaß aufweist derart, dass nach dem Aufschrumpfen

des Überfangrohres die Quarzglas-Vorform einen Durchmesser aufweist, der größer ist als ein für die Vorform vorgegebener Soll-Durchmesser. Die Wandstärke des Überfangrohres ist größer als diejenige Wandstärke, die zur Herstellung der Vorform mit ihrem Soll-Durchmesser ausreichen würde. Dadurch wird gewährleistet, dass der

5 Vorformdurchmesser bis auf das Sollmaß nachbearbeitet werden kann, für den Fall, dass unbearbeitete Vorformgeometrien dies erfordern sollten. Gegebenenfalls erfolgt die Nachbearbeitung kostengünstig durch mechanische Bearbeitung, wie durch Schleifen.

Hinsichtlich der Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern wird die oben angegebene

10 Aufgabe ausgehend von der gattungsgemäßen Vorform erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass der Kern und die innere Mantelschicht nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt sind, und dass mindestens ein Teil der zweiten Mantelschicht aus einem aus porösem Quarzglas gesinterten und beim Sintern auf den Kernstab aufgeschrumpften und nach dem OVD-Verfahren hergestellten

15 Überfangrohr aus porösem Quarzglas gebildet ist

Bei der erfindungsgemäßen Vorform liefert der Kernstab das Quarzglas für den Faserkern und mindestens einen Teil des optischen Claddings der späteren Lichtleitfaser. Wesentlich ist, dass mindestens der Kern und die innere Mantelschicht nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt sind.

20 Der Kernstab ist von einer zweiten Mantelschicht umgeben, von der mindestens ein Teil aus einem aus porösem Quarzglas gesinterten und beim Sintern auf den Kernstab aufgeschrumpften Überfangrohr hergestellt ist. Um ein reproduzierbares Ergebnis zu erzielen, ist es wesentlich, dass mindestens ein Teil der zweiten Mantelschicht von einem nach dem OVD-Verfahren hergestellten Überfangrohr

25 gebildet wird.

Hinsichtlich der Herstellung des porösen Überfangrohres und der Vorform und der Vorteile dieser Verfahrensweise im Hinblick auf die Herstellungskosten der Vorform wird auf die obigen Ausführungen zum erfindungsgemäßen Verfahren verwiesen.

Bevorzugt wird die Quarzglas-Vorform zur Herstellung von Monomode-Fasern

eingesetzt.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels und einer Zeichnung näher erläutert. In der Zeichnung zeigen im einzelnen

- Figur 1** einen radialen Querschnitt einer typischen Vorform gemäß der Erfindung in schematischer Darstellung,
- Figur 2** ein erstes Ausführungsbeispiel für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand eines Flussdiagramms, und
- Figur 3** ein zweites Ausführungsbeispiel für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens anhand eines Flussdiagramms.

- 10 In der Darstellung gemäß Figur 1 bezeichnet Bezugsziffer 6 eine Vorform aus Quarzglas. Die Vorform 6 umfasst einen Kern 1, eine den Kern 1 umgebende innere Mantelschicht 2, ein Hüllrohr 3 (bzw. ein Substratrohr 7 – siehe Beschreibung der Figur 3 nachfolgend). Kern 1 und innere Mantelschicht 2 sind entweder nach dem OVD-Verfahren hergestellt (siehe Beispiel 1) oder nach dem MCVD-Verfahren (siehe
- 15 Beispiel 2). Der Kern-Mantelstab 1,2 bildet zusammen mit dem Hüllrohr 3 einen Kernstab 4. Auf den Kernstab 4 ist ein Überfangrohr 5 aus gesintertem, porösem Quarzglas aufgeschumpft.

- Mantelschicht 2 und Hüllrohr 3 (bzw. Substratrohr 7) bilden bei einer aus der Vorform 6 zu ziehenden Lichtleitfaser den wesentlichen Teil des „optischen Claddings“. Der
- 20 Außendurchmesser des Hüllrohres 3 (bzw. des Substratrohres 7) beträgt weniger als das Dreifache des Durchmesser des Kerns 1.

- Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele für das erfindungsgemäße Verfahren anhand der Figuren 2 und 3 näher erläutert. Soweit im folgenden Bezugsziffern genannt werden, bezeichnen diese Bestandteile der Vorform, wie sie in Figur 1
- 25 dargestellt sind.

#### Beispiel 1:

Gemäß Figur 2 wird zunächst ein aus Kern 1 und Mantelschicht 2 bestehender Kern-

- Mantelstab 1, 2 durch Außenabscheidung nach dem OVD-Verfahren hergestellt. Der Kern 1 besteht aus mit Germaniumdioxid dotiertem Quarzglas mit einem Durchmesser von 12 mm, während die Mantelschicht 2, die an den Kern 1 unmittelbar angrenzt, aus undotiertem Quarzglas mit einem Außendurchmesser von
- 5 18 mm gebildet ist. Hieraus ergibt sich für den Kern-Mantelstab 1,2 ein  $d_M/d_K$ -Verhältnis von 1,5. Der Brechungsindex des Kernglases (Quarzglas des Kerns) ist um 0,005 höher als der Brechungsindex des ihn umgebenden Mantelglases (Quarzglas der inneren Mantelschicht). Der mittlere OH-Gehalt im Kern 1 (über den radialen Querschnitt gemessen) liegt unterhalb von 30 Gew.-ppb.
- 10 Der Kern-Mantelstab 1,2 wird anschließend mit einem Hüllrohr 3 aus undotiertem, synthetischem Quarzglas unter Bildung eines Kernstabs 4 mit einem Außendurchmesser von 30 mm umhüllt. Hieraus ergibt sich für den Kernstab 4 ein  $d_M/d_K$ -Verhältnis von 2,5
- Anschließend wird ein Überfangrohr 5 in Form eines undotierten, porösen
- 15 Quarzglaskörpers („Sootkörper“) nach dem OVD-Verfahren erzeugt, indem  $\text{SiO}_2$ -Partikel auf einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Rohr, das einen Außendurchmesser von 38 mm hat, abgeschieden werden. Im Anschluss an den Abscheideprozess wird das  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Rohr entfernt. Das Überfangrohr 5 weist eine mittlere Dichte von etwa  $0,5 \text{ g/cm}^3$  auf.
- Um die Anzahl an Störstellen an der Grenzfläche zwischen Überfangrohr 5 und
- 20 Kernstab 4 möglichst gering zu halten, wird der Kernstab 4 flammenpoliert. Anschließend wird der Kernstab 4 in die Bohrung des Überfangrohres 5 eingeführt und durch Haltevorrichtungen darin unter Bildung eines Ringspaltes mit einer Weite von etwa 4 mm zentriert. Die Haltevorrichtungen gewährleisten, dass Kernstab 4 und Überfangrohr 5 konzentrisch zusammenschmelzen. Im Anschluss wird die
- 25 Anordnung aus Überfangrohr 5 und Kernstab 4 in einem Ofen auf  $1000^\circ\text{C}$  aufgeheizt und ca. 60 min auf dieser Temperatur gehalten. Die Ofenatmosphäre besteht dabei aus einem Helium-Chlor-Gemisch, wodurch das Überfangrohr 5 dehydratisiert und zusätzlich die Oberfläche des Kernstabes 4 gereinigt wird. Abschließend wird das Überfangrohr 5 bei ca.  $1400^\circ\text{C}$  gesintert, indem die Anordnung aus Überfangrohr 5
- 30 und Kernstab 4 einer Heizzone zugeführt und von der Unterseite beginnend

zonenweise erweicht wird, wobei das Überfangrohr 5 dichtsintert und auf den Kernstab 4 aufschmilzt.

Die so hergestellte Quarzglas-Vorform 6 erhält ihre vorgegebenen Endabmessungen durch Abschleifen. Danach beträgt ihr Durchmesser ca. 170 mm. Die Grenzfläche  
5 zwischen dem Kernstab 4 und dem Überfangrohr 5 weist aufgrund der Chlorbehandlung keine Blasen oder andere Fehler auf. Aufgrund der hohen geometrischen Präzision von Kernstab 4 und Überfangrohr 5 und der zentrischen Halterung beim Sinterprozess zeichnen sich die aus der Vorform 6 gezogenen Lichtleitfasern durch eine Kernexzentrizität von weniger als 0,35  $\mu\text{m}$  aus.

10 Beispiel 2:

Nachfolgend wird ein weiteres Ausführungsbeispiel für das erfindungsgemäße Verfahren anhand Figur 3 beschrieben. In einem ersten Verfahrensschritt wird ein sogenanntes Substratrohr 7 bereitgestellt. Das Substratrohr 7 besteht aus mit Fluor dotiertem Quarzglas, das nach dem OVD-Verfahren hergestellt wird. Das  
15 Substratrohr 7 hat einen Innendurchmesser von 20 mm und eine Wandstärke von 3 mm. Der Fluorgehalt des Quarzglases liegt bei 2500 Gew.-ppm.

Auf der Innenwandung der Bohrung des Substratrohres 7 wird nach dem MCVD-Verfahren durch Innenabscheidung eine innere Mantelschicht 2 aus fluordotiertem Quarzglas erzeugt. Der Fluorgehalt der Mantelschicht 2 wird auf etwa 2500 Gew.-  
20 ppm eingestellt. Auf die Mantelschicht 2 wird eine Schicht aus germaniumhaltigen Quarzglas abgeschieden. Der Germaniumgehalt dieser Schicht beträgt 4,5 Gew.-%. Das so innenbeschichtete Substratrohr 7 wird anschließend unter Bildung eines Kernstabes 4 kollabiert. Die germaniumhaltige Schicht bildet dabei den Kern 1 mit einem Durchmesser von 7 mm. Die Wandstärke der Mantelschicht 2 beträgt 3 mm im  
25 Kernstab 4 und der Durchmesser des Substratrohres 7 beträgt 19 mm. Das  $d_M/d_K$ -Verhältnis liegt somit bei 2,7.

Der Unterschied der Brechungsindices von Kern 1 und Mantelschicht 2 beträgt ca. 0,005. Der mittlere OH-Gehalt im Kernstab 4 (über den radialen Querschnitt gemessen) liegt unterhalb von 30 Gew.-ppb. Die Oberfläche des Kernstabes 4 wird

mittels Knallgasbrenner flammenpoliert.

In einem weiteren Verfahrensschritt wird ein Überfangrohr 5 in Form eines undotierten, porösen Quarzglaskörpers („Sootkörper“) nach dem OVD-Verfahren erzeugt, indem  $\text{SiO}_2$ -Partikel auf einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Rohr, das einen Außendurchmesser  
5 von 38 mm hat, abgeschieden werden. Im Anschluss an den Abscheideprozess wird das  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Rohr entfernt. Das Überfangrohr 5 weist eine mittlere Dichte von etwa  $0,5 \text{ g/cm}^3$  auf.

Anschließend wird der Kernstab 4 in die Bohrung des Überfangrohres 5 eingeführt und durch Haltevorrichtungen darin unter Bildung eines Ringspaltes mit einer Weite  
10 von 4 mm zentriert. Die Haltevorrichtungen gewährleisten, dass Kernstab 4 und Überfangrohr 5 konzentrisch zusammenschmelzen. Im Anschluss wird die Anordnung aus Überfangrohr 5 und Kernstab 4 in einem Ofen auf  $1000^\circ\text{C}$  aufgeheizt und ca. 60 min auf dieser Temperatur gehalten. Die Ofenatmosphäre besteht dabei aus einem Helium-Chlor-Gemisch, wodurch das Überfangrohr 5 dehydratisiert und  
15 zusätzlich die Oberfläche des Kernstabes 4 gereinigt wird. Zum Zweck einer Fluordotierung des porösen Überfangrohres wird der Chlorgasstrom für eine Dauer von weiteren 60 min durch einen fluorhaltigen Gasstrom ersetzt.

Anschließend wird das Überfangrohr 5 bei  $1400^\circ\text{C}$  gesintert, indem die Anordnung aus Überfangrohr 5 und Kernstab 4 einer Heizzone zugeführt und von der Unterseite  
20 beginnend zonenweise erweicht wird. Das Quarzglas des Überfangrohres 5 sintert dabei und schrumpft unter Bildung der Quarzglas-Vorform 6 auf den Kernstab 4 auf.

Die so hergestellte Vorform 6 ist aufgrund ihres radialen Brechzahlprofils zur Herstellung von Lichtleitfasern des Typs „depressed-clad“ geeignet. Sie erhält ihre vorgegebenen Endabmessungen durch Abschleifen der Zylindermantelfläche.  
25 Danach beträgt ihr Durchmesser ca. 100 mm. Die Grenzfläche zwischen dem Kernstab 4 und dem Überfangrohr 5 weist aufgrund der Chlorbehandlung keine Blasen oder andere optische Fehler auf. Aufgrund der hohen geometrischen Präzision des Kernstabes 4 und des Überfangrohres 5 und der zentrischen Halterung beim Sinterprozess zeichnen sich die aus der Vorform 6 gezogenen Lichtleitfasern  
30 eine Kernexzentrizität von weniger als  $0,35 \mu\text{m}$  aus.

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung einer Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern durch Bereitstellen eines Kernstabs, der einen Kern aus Quarzglas mit einem ersten Brechungsindex und einen den Kern radial begrenzenden Mantel, der  
5 mindestens eine an den Kern angrenzende, innere Mantelschicht aus Quarzglas mit einem zweiten Brechungsindex aufweist, umfasst, und Überfangen des Kernstabs mit einem Überfangrohr aus porösem Quarzglas, indem das Überfangrohr gesintert wird und dabei auf den Kernstab  
10 aufschumpft, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern (1) und die innere Mantelschicht (2; 3; 7) nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt werden, und dass der Kernstab (4) von einem nach dem OVD-Verfahren hergestellten Überfangrohr (5) überfangen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Überfangrohr (5) eine Dichte im Bereich zwischen  $0,4$  und  $0,7 \text{ g/cm}^3$  aufweist.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Dichte des Überfangrohrs (5) mindestens  $0,5 \text{ g/cm}^3$  beträgt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Differenz zwischen erstem und zweitem Brechungsindex mindestens  $0,003$  beträgt.
- 20 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Kernstab (4) eingesetzt wird, bei dem das Verhältnis von Kernstab-Außendurchmesser und Kern-Durchmesser drei oder kleiner ist.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Überfangrohr (5) mit einem Innendurchmesser von  
25 mindestens  $30 \text{ mm}$  eingesetzt wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Kernstab (4) aus dem Kern und der inneren Mantelschicht (2; 3; 7) gebildet wird.



8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Kernstab vor dem Überfangen mit einem Hüllrohr aus Quarzglas umhüllt wird.
- 5 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Überfangrohr (5) einer Chlorbehandlung durch Erhitzen in chlorhaltiger Atmosphäre bei einer Temperatur oberhalb von 700 °C unterzogen wird.
- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Außendurchmesser des Kernstabes (4) und der Innendurchmesser des Überfangrohres (5) so gewählt sind, dass während der Chlorbehandlung zwischen dem Überfangrohr (5) und dem darin eingesetzten Kernstab (4) ein Ringspalt verbleibt.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Überfangrohr (5) mit Fluor zu dotiert wird.
- 15 12. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10 und 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Fluordotierung vor dem Sintern und nach der Chlorbehandlung erfolgt.
- 20 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Überfangrohr (5) eingesetzt wird, dessen Wandstärke ein Übermaß aufweist derart, dass nach dem Aufschumpfen des Überfangrohres (5) eine Quarzglas-Vorform erhalten wird, die einen Durchmesser aufweist, der größer ist als ein für die Vorform (6) vorgegebener Soll-Durchmesser.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Soll-Durchmesser der Vorform (6) durch mechanische Bearbeitung eingestellt wird.
- 25 15. Quarzglas-Vorform für Lichtleitfasern, hergestellt nach einem der Ansprüche 1 bis 14, umfassend einen Kernstab, der einen Kern aus Quarzglas mit einem ersten Brechungsindex und einen den Kern radial umgebenden Mantel, der mindestens eine an den Kern angrenzende, innere Mantelschicht aus

5 Quarzglas mit einem zweiten Brechungsindex aufweist, und mit einer den Kernstab umhüllenden zweiten Mantelschicht, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern (1) und die innere Mantelschicht (2; 3; 7) nach dem OVD-, MCVD-, PCVD- oder VAD-Verfahren hergestellt sind, und dass mindestens ein Teil der zweiten Mantelschicht aus einem aus porösem Quarzglas gesinterten und beim Sintern auf den Kernstab (4) aufgeschrumpften und nach dem OVD-Verfahren hergestellten Überfangrohr (5) aus porösem Quarzglas gebildet ist.

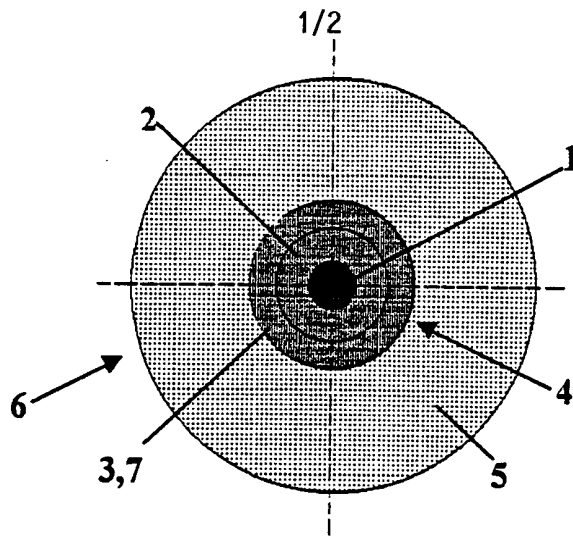


Fig. 1

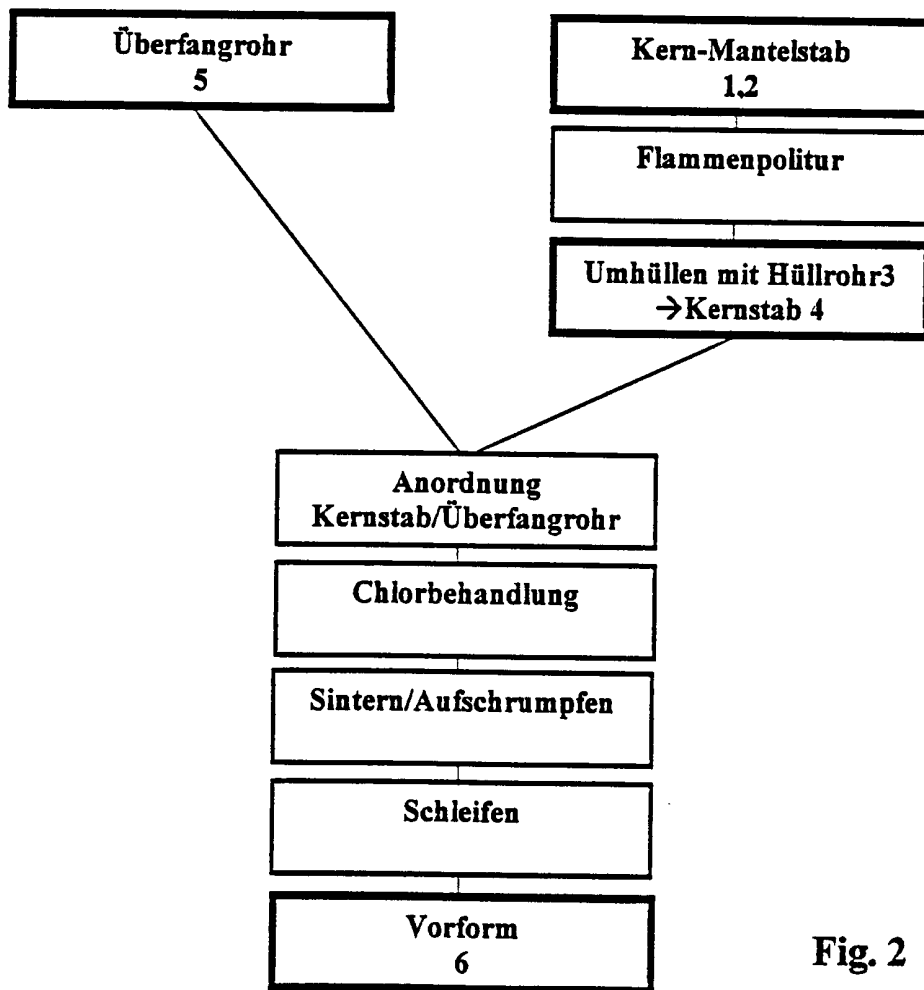


Fig. 2

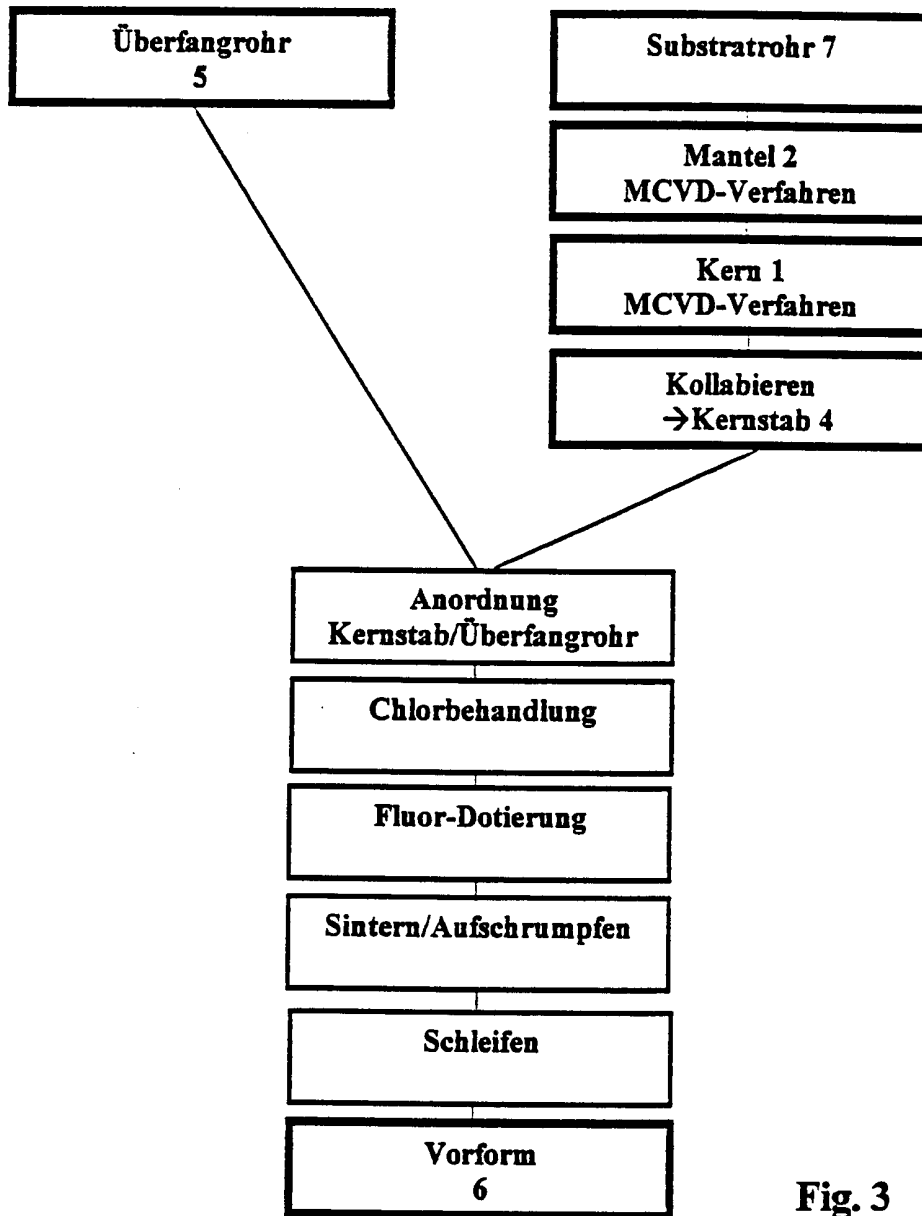


Fig. 3

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter.    nal Application No

PCT/EP 00/10665

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

IPC 7    C03B37/012

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7    C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 775 401 A (FLEMING D A ET AL) 4 October 1988 (1988-10-04) column 5, line 46 - line 66 ---	1, 15
X	US 4 737 179 A (TANAKA G ET AL) 12 April 1988 (1988-04-12) claims 1,3; examples 1-3 ---	1, 15
X	US 3 932 162 A (BLANKENSHIP M G) 13 January 1976 (1976-01-13) column 8, line 6 - line 20; claim 1 ---	1, 15
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 77, 14 February 1990 (1990-02-14) & JP 01 294548 A (NIPPONT&T CORP), 28 November 1989 (1989-11-28)	15
Y	abstract ---	1
-/--		

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

31 January 2001

Date of mailing of the international search report

06/02/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stroud, J

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 00/10665

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 598 349 A (SHIN ETSU QUARTZ PROD CO LTD) 25 May 1994 (1994-05-25) claims 9,13,22 ---	1
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 133, 2 April 1991 (1991-04-02) & JP 03 016930 A (FUJIKURA LTD), 24 January 1991 (1991-01-24) abstract ---	15
A	abstract ---	1
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 113, no. 6, 6 August 1990 (1990-08-06) Columbus, Ohio, US; abstract no. 45175d, XP000188426 abstract & JP 01 294548 A (NT&T CORP) 28 November 1989 (1989-11-28) ---	15
A	abstract ---	1
A	GB 2 109 367 A (PIRELLI GENERAL PLC) 2 June 1983 (1983-06-02) the whole document ---	1,15
A	EP 0 176 263 A (NORTHERN TELECOM LTD) 2 April 1986 (1986-04-02) the whole document ---	1,15
A	EP 0 392 599 A (PHILIPS PATENTVERWALTUNG GMBH) 17 October 1990 (1990-10-17) cited in the application the whole document ---	1,15
A	US 4 675 040 A (TANAKA G ET AL) 23 June 1987 (1987-06-23) cited in the application the whole document -----	1,15

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/10665

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4775401 A	04-10-1988	AU 582508 B	23-03-1989
		AU 1776588 A	22-12-1988
		CA 1318130 A	25-05-1993
		CN 1030221 A	11-01-1989
		DE 3864100 A	12-09-1991
		DK 333588 A	31-03-1989
		EP 0300610 A	25-01-1989
		JP 1018928 A	23-01-1989
		JP 2690106 B	10-12-1997
US 4737179 A	12-04-1988	JP 2015091 C	02-02-1996
		JP 7053591 B	07-06-1995
		JP 62123035 A	04-06-1987
US 3932162 A	13-01-1976	AT 382361 B	25-02-1987
		AT 463175 A	15-12-1980
		CA 1061565 A	04-09-1979
		DE 2523401 A	08-01-1976
		FR 2275786 A	16-01-1976
		GB 1466496 A	09-03-1977
		IT 1039119 B	10-12-1979
		JP 1208562 C	29-05-1984
		JP 51014336 A	04-02-1976
		JP 58043336 B	26-09-1983
		NL 7507399 A	23-12-1975
		SE 407566 B	02-04-1979
		SE 7507035 A	23-12-1975
JP 01294548 A	28-11-1989	JP 2653828 B	17-09-1997
EP 0598349 A	25-05-1994	CN 1089580 A, B	20-07-1994
		DE 69319999 D	03-09-1998
		DE 69319999 T	18-03-1999
		DK 598349 T	26-04-1999
		WO 9411317 A	26-05-1994
		ES 2120467 T	01-11-1998
		FI 935138 A	20-05-1994
		JP 3061714 B	10-07-2000
		JP 7109141 A	25-04-1995
		JP 2000203860 A	25-07-2000
		KR 133027 B	14-04-1998
		RU 2096355 C	20-11-1997
		US 5837334 A	17-11-1998
		US 5785729 A	28-07-1998
		JP 7109135 A	25-04-1995
		JP 2980501 B	22-11-1999
JP 7109136 A	25-04-1995		
JP 03016930 A	24-01-1991	NONE	
JP 01294548 A	28-11-1989	JP 2653828 B	17-09-1997
GB 2109367 A	02-06-1983	NONE	
EP 0176263 A	02-04-1986	CA 1236695 A	17-05-1988
		DE 3581250 D	14-02-1991
		JP 61072646 A	14-04-1986
		US 4648891 A	10-03-1987

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/10665

Patent document cited in search report	A	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0392599	A	17-10-1990	DE 3911745 A JP 2293340 A US 5090980 A	25-10-1990 04-12-1990 25-02-1992
US 4675040	A	23-06-1987	JP 1743855 C JP 4025210 B JP 60226422 A AU 570791 B AU 4138385 A DE 3583814 A EP 0159046 A KR 8901121 B	15-03-1993 30-04-1992 11-11-1985 24-03-1988 24-10-1985 26-09-1991 23-10-1985 24-04-1989



INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/10665

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C03B37/012

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 C03B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 4 775 401 A (FLEMING D A ET AL) 4. Oktober 1988 (1988-10-04) Spalte 5, Zeile 46 - Zeile 66 ---	1, 15
X	US 4 737 179 A (TANAKA G ET AL) 12. April 1988 (1988-04-12) Ansprüche 1,3; Beispiele 1-3 ---	1, 15
X	US 3 932 162 A (BLANKENSHIP M G) 13. Januar 1976 (1976-01-13) Spalte 8, Zeile 6 - Zeile 20; Anspruch 1 ---	1, 15
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 77, 14. Februar 1990 (1990-02-14) & JP 01 294548 A (NIPPONT&T CORP), 28. November 1989 (1989-11-28)	15
Y	Zusammenfassung ---	1

-/--

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- ° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- \*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- \*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- \*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- \*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- \*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- \*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- \*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- \*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- \*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

31. Januar 2001

06/02/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Stroud, J

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/10665

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	EP 0 598 349 A (SHIN ETSU QUARTZ PROD CO LTD) 25. Mai 1994 (1994-05-25) Ansprüche 9,13,22 ---	1
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 133, 2. April 1991 (1991-04-02) & JP 03 016930 A (FUJIKURA LTD), 24. Januar 1991 (1991-01-24) Zusammenfassung ---	15
A	---	1
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 113, no. 6, 6. August 1990 (1990-08-06) Columbus, Ohio, US; abstract no. 45175d, XP000188426 Zusammenfassung & JP 01 294548 A (NT&T CORP) 28. November 1989 (1989-11-28) ---	15
A	---	1
A	GB 2 109 367 A (PIRELLI GENERAL PLC) 2. Juni 1983 (1983-06-02) das ganze Dokument ---	1,15
A	---	1,15
A	EP 0 176 263 A (NORTHERN TELECOM LTD) 2. April 1986 (1986-04-02) das ganze Dokument ---	1,15
A	---	1,15
A	EP 0 392 599 A (PHILIPS PATENTVERWALTUNG GMBH) 17. Oktober 1990 (1990-10-17) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument ---	1,15
A	---	1,15
A	US 4 675 040 A (TANAKA G ET AL) 23. Juni 1987 (1987-06-23) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument -----	1,15

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichung, .. die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/10665

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4775401 A	04-10-1988	AU 582508 B	23-03-1989
		AU 1776588 A	22-12-1988
		CA 1318130 A	25-05-1993
		CN 1030221 A	11-01-1989
		DE 3864100 A	12-09-1991
		DK 333588 A	31-03-1989
		EP 0300610 A	25-01-1989
		JP 1018928 A	23-01-1989
		JP 2690106 B	10-12-1997
US 4737179 A	12-04-1988	JP 2015091 C	02-02-1996
		JP 7053591 B	07-06-1995
		JP 62123035 A	04-06-1987
US 3932162 A	13-01-1976	AT 382361 B	25-02-1987
		AT 463175 A	15-12-1980
		CA 1061565 A	04-09-1979
		DE 2523401 A	08-01-1976
		FR 2275786 A	16-01-1976
		GB 1466496 A	09-03-1977
		IT 1039119 B	10-12-1979
		JP 1208562 C	29-05-1984
		JP 51014336 A	04-02-1976
		JP 58043336 B	26-09-1983
		NL 7507399 A	23-12-1975
		SE 407566 B	02-04-1979
		SE 7507035 A	23-12-1975
		JP 01294548 A	28-11-1989
EP 0598349 A	25-05-1994	CN 1089580 A, B	20-07-1994
		DE 69319999 D	03-09-1998
		DE 69319999 T	18-03-1999
		DK 598349 T	26-04-1999
		WO 9411317 A	26-05-1994
		ES 2120467 T	01-11-1998
		FI 935138 A	20-05-1994
		JP 3061714 B	10-07-2000
		JP 7109141 A	25-04-1995
		JP 2000203860 A	25-07-2000
		KR 133027 B	14-04-1998
		RU 2096355 C	20-11-1997
		US 5837334 A	17-11-1998
		US 5785729 A	28-07-1998
		JP 7109135 A	25-04-1995
		JP 2980501 B	22-11-1999
JP 7109136 A	25-04-1995		
JP 03016930 A	24-01-1991	KEINE	
JP 01294548 A	28-11-1989	JP 2653828 B	17-09-1997
GB 2109367 A	02-06-1983	KEINE	
EP 0176263 A	02-04-1986	CA 1236695 A	17-05-1988
		DE 3581250 D	14-02-1991
		JP 61072646 A	14-04-1986
		US 4648891 A	10-03-1987

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/10665

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0392599 A	17-10-1990	DE 3911745 A	25-10-1990
		JP 2293340 A	04-12-1990
		US 5090980 A	25-02-1992
-----			
US 4675040 A	23-06-1987	JP 1743855 C	15-03-1993
		JP 4025210 B	30-04-1992
		JP 60226422 A	11-11-1985
		AU 570791 B	24-03-1988
		AU 4138385 A	24-10-1985
		DE 3583814 A	26-09-1991
		EP 0159046 A	23-10-1985
		KR 8901121 B	24-04-1989
-----			