

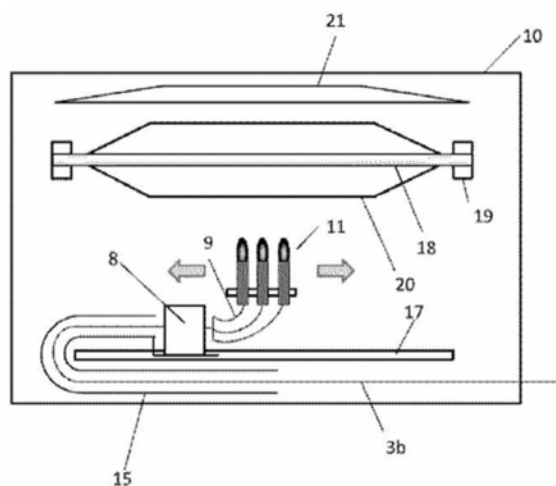


(43)申请公布日 2019.10.18

C03B 37/014(2006.01)

权利要求书2页 说明书6页 附图3页

本发明提供一种光纤用多孔质玻璃母材的制造装置及制造方法,使用液体状态的有机硅化合物原料作为硅化合物原料,防止因在通向燃烧器的配管中的由加热不均所致的局部性液化或聚合物的生成导致的配管堵塞,可在起始材料上稳定地沉积SiO₂微粒子。所述制造方法包括如下步骤:将液体状态的有机硅化合物原料与载气供给至气化器;在该气化器中将液体状态的有机硅化合物原料与载气混合并气化而转换为原料混合气体;将该原料混合气体与可燃性气体供给至燃烧器使之燃烧,并使所生成的SiO₂微粒子从燃烧器喷出;及通过该气化器与燃烧器同步并一体地相对于起始材料的长度方向平行地反复移动,将从燃烧器喷出的SiO₂微粒子沉积在起始材料上。



1. 一种光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,其是在起始材料上沉积玻璃微粒子制造多孔质玻璃母材的方法,包含:

将液体状态的有机硅化合物原料与载气供给至气化器的步骤;

在所述气化器中将所述液体状态的有机硅化合物原料与所述载气混合并气化而转换为原料混合气体的步骤;

将所述原料混合气体与可燃性气体供给至燃烧器使之燃烧,并使所生成的 SiO_2 微粒子从所述燃烧器喷出的步骤;

通过所述气化器与所述燃烧器同步并一体地相对于所述起始材料的长度方向平行地反复移动,将从所述燃烧器喷出的所述 SiO_2 微粒子沉积在所述起始材料上的步骤。

2. 根据权利要求1所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,所述有机硅化合物原料为具有纯度99质量%以上的八甲基环四硅氧烷。

3. 根据权利要求1所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,使用氮气、氩气、氦气等惰性气体作为所述载气来制成所述原料混合气体。

4. 根据权利要求3所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,还包括在所述原料混合气体中混合氧气并供给至所述燃烧器。

5. 根据权利要求1所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,使用氧气或氧气与惰性气体的混合气体作为所述载气。

6. 根据权利要求1所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,将从所述气化器对所述燃烧器供给原料气体的原料气体用配管收纳在具有可挠性的可动电缆保护材;在所述沉积步骤中,通过导引机构导引而移动所述燃烧器。

7. 根据权利要求1至6中任一项所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法,其特征在于,还包含将从所述气化器对所述燃烧器供给原料气体的原料气体用配管进行加热的步骤。

8. 一种光纤用多孔质玻璃母材的制造装置,其特征在于,其是制造多孔质玻璃母材的制造装置,具备:

燃烧器,其一边沿起始材料的长度方向平行移动,一边使 SiO_2 微粒子沉积在所述起始材料上;

气化器,其将液体状态的有机硅化合物原料转换为气体状态并供给至燃烧器;及

原料液用配管,其对所述气化器供给所述有机硅化合物原料;且

所述气化器设置为可与燃烧器一体地移动。

9. 根据权利要求8所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造装置,其特征在于,所述原料液用配管具有追随于所述燃烧器而移动的可动性。

10. 根据权利要求8所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造装置,其特征在于,所述制造装置还具备:

导引机构,其导引所述燃烧器的移动;

原料气体用配管,其从所述气化器将原料气体供给至所述燃烧器;及

可动电缆保护材,其具有收纳所述原料气体用配管的可挠性。

11. 根据权利要求8至10中任一项所述的光纤用多孔质玻璃母材的制造装置,其特征在于,所述制造装置还具备:

原料气体用配管,其从所述气化器将原料气体供给至所述燃烧器;及
加热器,其对所述原料气体用配管进行加热。

光纤用多孔质玻璃母材的制造装置及制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及通过外部气相沉积法(OVD法(Outside vapor deposition method))在起始芯母材上沉积包覆部的光纤用多孔质玻璃母材的制造装置及制造方法。

背景技术

[0002] 光纤用预型体例如是在利用VAD法(Vapor phase axial deposition method,气相轴向沉积法)等制造的芯母材上,利用OVD法等外部气相沉积SiO₂微粒子并进行烧结而制造成的。为了将SiO₂微粒子外部气相沉积在芯母材上,先前广泛使用四氯化硅(SiCl₄)作为硅化合物原料。

[0003] SiCl₄通过火焰水解反应,基于下述[化学方程式1]式生成SiO₂微粒子。

[0004] [化学方程式1]

[0005] $\text{SiCl}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{HCl}$

[0006] 作为该反应的副产物而生成的盐酸,当水分混入时呈现金属腐蚀性,因此需要注意制造装置材料或排气温度管理。进而,当设置从排气中回收处理盐酸的设备时会导致成本提高。

[0007] 虽然广泛使用四氯化硅(SiCl₄)作为硅化合物原料,但有时会使用分子内并不含Cl(氯)的无卤素型有机硅化合物作为SiO₂微粒子的起始原料。对此可列举作为能以工业规模使用的高纯度的有机硅化合物的八甲基环四硅氧烷(OMCTS)。

[0008] OMCTS通过火焰水解反应,基于下述[化学方程式2]式生成SiO₂微粒子。

[0009] [化学方程式2]

[0010] $[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]_4 + 16\text{O}_2 \rightarrow 4\text{SiO}_2 + 8\text{CO}_2 + 12\text{H}_2\text{O}$

[0011] 如此,当使用由OMCTS代表的无卤素型有机硅化合物作为供给至燃烧器的硅化合物原料时,并不会排出盐酸。因此,制造装置材料或排气的处理自由度提高。此外,无需设置盐酸回收处理设备,可期待抑制成本。

发明内容

[0012] [发明所要解决的问题]

[0013] 当将OMCTS所代表的有机硅化合物原料以液体状态供给至燃烧器时,由于在燃烧器中不规则地气化并燃烧,所以SiO₂微粒子的喷出量不稳定,或火焰温度发生变化导致SiO₂微粒子的沉积量或沉积体的密度不稳定。

[0014] 另一方面,在将气化的有机硅化合物原料供给至燃烧器的情况下,有时会在通向燃烧器的配管中再液化。为了防止到达燃烧器前的再液化,有对原料气体用配管进行加热的方法,该情况下,由于燃烧器沿着供沉积SiO₂微粒子的起始材料的长度方向往返移动,因此必须对应于起始材料的长度来加长原料气体用配管,有时在配管中产生加热不均导致在低温部局部性地液化,或在高温部局部性地生成原料聚合物而堵塞配管。

[0015] 本发明所要解决的问题在于提供光纤用多孔质玻璃母材的制造装置及制造方法,

使用液体状态的有机硅化合物原料作为硅化合物原料,防止因在通向燃烧器的配管中的由加热不均所致的局部性液化或聚合物的生成导致配管堵塞,可进行向起始材料上稳定地沉积SiO₂微粒子。

[0016] [解决问题的技术手段]

[0017] 本发明的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法解决所述问题,即其特征在于,其是在起始材料上沉积玻璃微粒子制造多孔质玻璃母材的方法,包含:将液体状态的有机硅化合物原料与载气供给至气化器的步骤;在该气化器中将液体状态的有机硅化合物原料与载气混合并气化而转换为原料混合气体的步骤;将该原料混合气体与可燃性气体供给至燃烧器使之燃烧,并使生成的SiO₂微粒子从燃烧器喷出的步骤;及通过该气化器与燃烧器同步并一体地相对于起始材料的长度方向平行地反复移动,将从燃烧器喷出的SiO₂微粒子沉积在起始材料上的步骤。

[0018] 另外,优选地,所述有机硅化合物原料使用具有纯度99质量%以上的八甲基环四硅氧烷(OMCTS)。也可使用氮气、氩气、氦气等惰性气体作为所述载气来制成原料混合气体,进一步地,还在该原料混合气体中混合氧气并供给至所述燃烧器。此外,也可使用氧气或氧气与惰性气体的混合气体作为所述载气。

[0019] 本发明的光纤用多孔质玻璃母材的制造装置的特征在于,其是制造多孔质玻璃母材的装置,具备:燃烧器,其一边沿起始材料的长度方向平行移动,一边使SiO₂微粒子沉积在该起始材料上;气化器,其将液体状态的有机硅化合物原料转换为气体状态并供给至燃烧器;及原料液用配管,其将所述有机硅化合物原料供给至该气化器;且该气化器设置为可与燃烧器一体地移动。

[0020] 另外,所述原料液用配管优选具有追随于燃烧器移动的可动性。

[0021] [发明的效果]

[0022] 根据本发明,尤其通过使有机硅化合物原料气化的气化器与燃烧器同步并一体地移动,将原料以气体状态稳定供给至燃烧器,SiO₂微粒子的喷出量或火焰的温度稳定。进而,可不管燃烧器的移动区间的长度如何,均使从气化器到达至燃烧器的原料气体用配管的长度固定,与起始材料的长度方向的长度相比可缩短原料气体用配管的长度,发挥易于均匀地加热原料气体用配管等极其优异的效果。

附图说明

[0023] 图1是向作为本发明的实施方式列举的多孔质玻璃母材制造装置供给原料气体等的供给流程图。

[0024] 图2是作为本发明的实施方式列举的将氧气在气化器的下游与原料气体混合的气化器周围的供给流程图。

[0025] 图3是表示作为本发明的实施方式列举的多孔质玻璃母材的制造装置的概略图。

[0026] 图4是表示作为比较例列举的气化器的设置位置的概略图。

[0027] 图5是表示作为本发明的实施方式列举的气化器的设置位置的概略图。

[0028] [附图标记说明]

[0029] 101 液体状态的有机硅化合物(原料液)

[0030] 102 载气

[0031]	103	原料气体与载气的混合气体
[0032]	104	氧气
[0033]	1	液体原料储箱
[0034]	2	送液泵
[0035]	3	原料液用配管
[0036]	3a	循环配管
[0037]	3b	原料液供给配管
[0038]	4	阀门
[0039]	5	液体质量流量控制器
[0040]	6	气体质量流量控制器
[0041]	7	载气用配管
[0042]	8	气化器
[0043]	9	原料气体用配管
[0044]	10	多孔质玻璃母材制造装置
[0045]	11	燃烧器
[0046]	12	热交换器
[0047]	13	氧气用配管
[0048]	14	热交换器
[0049]	15	可动电缆保护材
[0050]	17	导引机构
[0051]	18	起始芯母材
[0052]	19	旋转机构
[0053]	20	灰粒沉积体
[0054]	21	排气滤罩

具体实施方式

[0055] 以下,使用附图对本发明的多孔质玻璃母材的制造装置及制造方法更详细地进行说明,但本发明并不限于这些,能够有各种各样的实施方式。

[0056] 图1是表示对本发明的多孔质玻璃母材制造装置供给原料等的供给流程的一例的图。

[0057] 液体状态的有机硅化合物(原料液)101从液体原料储箱1输送。将原料液101从液体原料储箱1输送的送液法,例如可使用送液泵2或气体压送等。图1中,图示使用送液泵2的情况。原料液用配管3分为向液体原料储箱1返回的循环配管3a、与经由阀门4通向多孔质玻璃母材制造装置10的原料液供给配管3b。在原料液供给配管3b侧,设置有对原料液101精密地进行流量控制的液体质量流量控制器5。

[0058] 此外,原料液用配管3优选加热至原料液101不凝固的程度。使原料液101气化的气化器8设置在多孔质玻璃母材制造装置10的内部。对气化器8也供给载气102,载气102在气化器8内与原料液101混合而制成原料气体103并通过原料气体用配管9供给至燃烧器11。在载气用配管7的中途设置有气体质量流量控制器6。

[0059] 原料液101通过液体质量流量控制器5,一边根据沉积状态在从10g/min至100g/min改变供给流量,一边供给。

[0060] 载气102可使用氮气、氩气、氦气等惰性气体、或氧气、或氧气与惰性气体的混合气体。为了高效地在气化器8内使原料液101气化,载气102也可根据其供给流量进行预加热。

[0061] 通过使用氮气、氩气、氦气等惰性气体作为载气102,可安全地移送原料。另一方面,不期望太多地增加与反应无关的惰性气体的比例。在载气102使用氮气等惰性气体的情况下,载气102的供给流量优选抑制在30SLM以下。

[0062] 在使用氧气、或氧气与惰性气体的混合气体作为载气102的情况下,通过预先在气化器中与原料预混合而促进完全燃烧。

[0063] 另外,作为氧气的供给量,优选不产生逆火的程度。

[0064] 原料液101在气化器8内与载气102混合并气化。在使用OMCTS作为有机硅化合物原料的情况下,从将原料液101高效地气化,且防止原料物质的聚合的观点考虑,气化器8内的温度优选设定为150~250℃。气化的原料气体与载气的混合气体103通过原料气体用配管9供给至燃烧器11。原料气体用配管9为了防止原料气体的再液化,优选加热至根据原料气体的分压计算出的液化温度以上。具体而言,在OMCTS的分压为1.00atm时,液化温度为175℃,在OMCTS的分压为0.30atm时,液化温度为134℃。原料气体用配管9的加热例如可使用电加热器。

[0065] 为了促进原料完全燃烧,如上所述,原料气体在气化器8中与氧气等载气混合,以预混合状态供给至燃烧器11。当原料的燃烧反应不充分时,杂质凝胶或杂质微粒子等附着于燃烧器11,或碳附着于灰粒,或灰粒产生缺陷。由此,通过使用氧气作为载气102,预先将原料与氧气进行预混合并供给至燃烧器11而提高原料的反应性。如此,可使用氧气作为载气102,在气化器8内将原料与氧气混合,也可使用氮气等惰性气体作为载气102,在气化器8的下游与原料混合。

[0066] 图2是表示本发明的气化器周围的供给流程的一例的图,且为如下例,即,载气102使用氮气等惰性气体,将氧气104在气化器8的下游与原料气体混合并供给至燃烧器11。

[0067] 氧气104通过氧气用配管13在气化器8的下游与原料气体混合。另外,为了防止原料再液化,优选以预加热至根据原料气体的分压计算出的液化温度以上的状态供给氧气。氧气104的加热可使用小型的热交换器14等。为了在气化器8内高效地使原料液101气化,载气102也可根据其供给流量使用小型的热交换器12等进行预加热。作为氧气104的供给流量,优选以氧气104/原料液101的摩尔比(标准状态)计为8以下。

[0068] 本发明的光纤用多孔质玻璃母材的制造方法中,可使用排列着多个喷嘴的多喷嘴燃烧器、或以同心多层状配置喷嘴的多层管燃烧器等作为燃烧器11。

[0069] 供给至燃烧器11的气体,除与载气102等预混合的原料气体之外,还可列举密封气体、燃烧用可燃性气体、燃烧用氧气气体等。作为燃烧用可燃性气体,例如可使用氢气、或甲烷、乙烷、丙烷等。

[0070] 作为有机硅化合物原料,例如可列举八甲基环四硅氧烷(OMCTS)、六甲基二硅氧烷、六甲基环三硅氧烷、十甲基环五硅氧烷、十二甲基环六硅氧烷、三甲氧基甲基硅烷、四乙氧基硅烷等。这些的沸点为300℃以下,气化的原料气体的配管可使用PTFE(polytetrafluoroethylene,聚四氟乙烯)等树脂制。

[0071] 本发明中,也可使用混合有多种有机硅化合物原料的混合原料,但从反应的稳定性、配管温度管理的容易性的观点考虑,优选使用提高纯度的单一类型原料。例如,在使用OMCTS作为原料的情况下,优选具有纯度99质量%以上者。OMCTS易于含有作为杂质成分的三聚物的环状硅氧烷即六甲基环三硅氧烷、或五聚物的环状硅氧烷即十甲基环五硅氧烷。这些杂质成分的反应性或沸点与OMCTS不同。由此,通过提高OMCTS的纯度,仅使原料气体用配管的加热温度与OMCTS的沸点一致即可,易于进行配管的温度管理。也防止推进反应性较高的六甲基环三硅氧烷的反应而产生聚合产物,此外,也无需配合于高沸点的十甲基环五硅氧烷而过度提高原料气体用配管的加热温度。

[0072] 作为所述密封气体,可使用氮气、氩气、氦气等惰性气体、或氧气、或氧气与惰性气体的混合气体。为了防止原料气体的再液化,也可对密封气体加热供给。

[0073] 图3是本发明中使用的多孔质玻璃母材制造装置的概略图。

[0074] 燃烧器11使用省略图示的横移电动机沿导引机构17进行平行移动。起始芯母材18安装在旋转机构19上,沿固定方向旋转。燃烧器11一边沿着起始芯母材18的长度方向反复平行移动,一边通过从燃烧器11喷出的原料气体生成 SiO_2 微粒子并附着在起始芯母材18上,形成灰粒沉积体20。未附着在灰粒沉积体20上的未附着的 SiO_2 微粒子经由排气滤罩21排出至系统外。排气滤罩21也可为局部排气构造或全体排气构造的任一者。

[0075] 对燃烧器11供给原料气体等的各气体配管进行追随于反复平行移动的燃烧器11的移动。此时,供给至燃烧器11的各气体的配管优选具有可动性,各气体配管通过例如收纳在电缆拖链(CABLEVEYOR)(股份公司椿本链条的注册商标)、可挠性管等可动电缆保护材15内而可追随于燃烧器11移动,能够以不对各气体配管施加较大应力的状态具有可动性。可动电缆保护材15包含具有可挠性的筒状的部件,在其中收纳各气体配管。

[0076] 在将利用该构成使有机硅化合物气化的气化器8固定设置在可动电缆保护材15的前段的情况下,如图4所示,从气化器8至燃烧器11为止的原料气体用配管9需要对应于起始芯母材18的长度方向的长度而加长,原料气体用配管9的配管长度需要为燃烧器的单程移动距离的2~3倍。例如,在起始芯母材18的长度为3000mm的情况下,燃烧器的单程移动距离也需要为3000mm,原料气体用配管9的配管长度需要为6000~9000mm。

[0077] 为了防止原料气体的再液化,原料气体用配管9优选使用电加热器等加热至根据原料气体的分压计算出的液化温度以上。然而,在配管中容易对应于距电加热器的距离而产生温度不均匀,配管难以进行均匀的温度控制。如此在将气化器8固定设置在可动电缆保护材15的前段的情况下,原料气体用配管9的配管长度变长,因此有时原料成分或杂质成分局部性地过度加热而在配管内生成聚合物,或在局部性的低温部分凝缩而液化。

[0078] 由此,本发明中,如图5所示,将使液体状态的有机硅化合物气化的气化器8设置在可动电缆保护材15的后段、即靠近燃烧器11,且设置成可与通过导引机构17移动的燃烧器11一起移动。

[0079] 由此,可不管起始芯母材18的长度方向的长度如何,均将原料气体用配管9设定为固定长度,从气化器8至燃烧器11为止的原料气体用配管9显著变短,可缩短防止原料气体再液化的电加热器的加热区域。结果,可抑制在原料气体用配管9内产生聚合产物,此外可在不过大施加拉伸应力或弯曲应力的情况下通过加热器对原料气体用配管9进行加热。此外,通过尽量缩短配管,可容易进行配管的温度管理,从而可防止在配管内生成聚合物或原

料凝缩。

[0080] 另外,当将利用加热器加热的原料气体用配管9收纳在可动电缆保护材15内,使用电加热器以加热配管时,加热器容易因疲劳而断线,或当使用热介质时,热介质的配管容易因疲劳而破损。因此在对原料气体用配管9进行加热的情况下,加热机构优选以不过大施加拉伸应力或弯曲应力的方式配置,且优选原料气体用配管自身不移动。

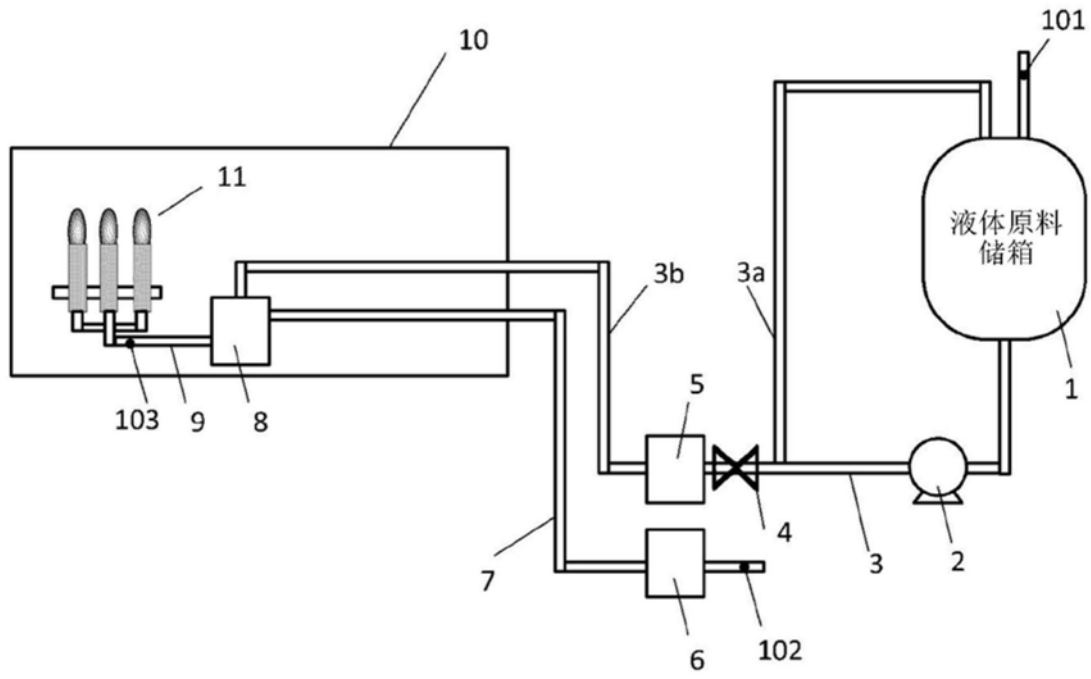


图1

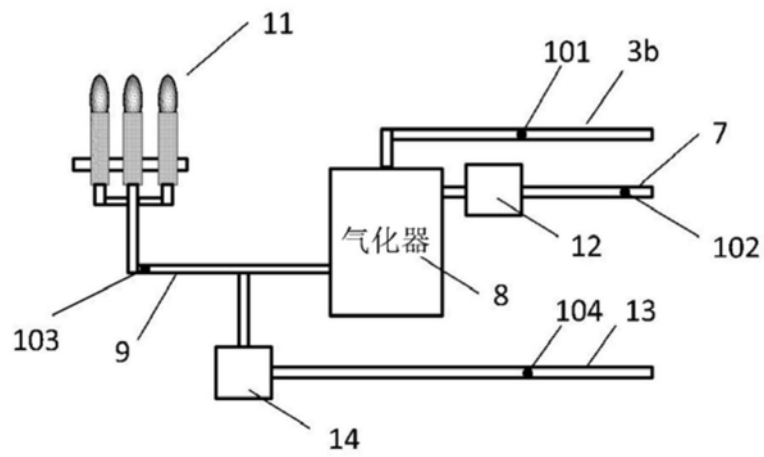


图2

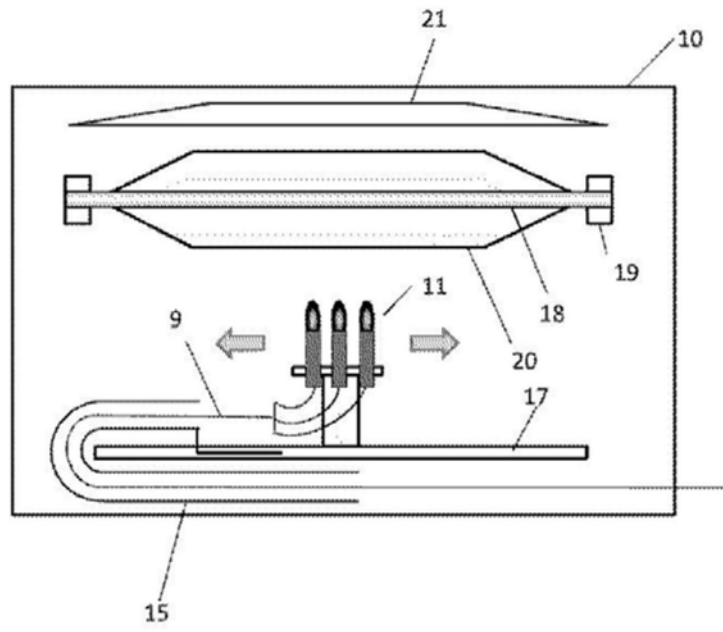


图3

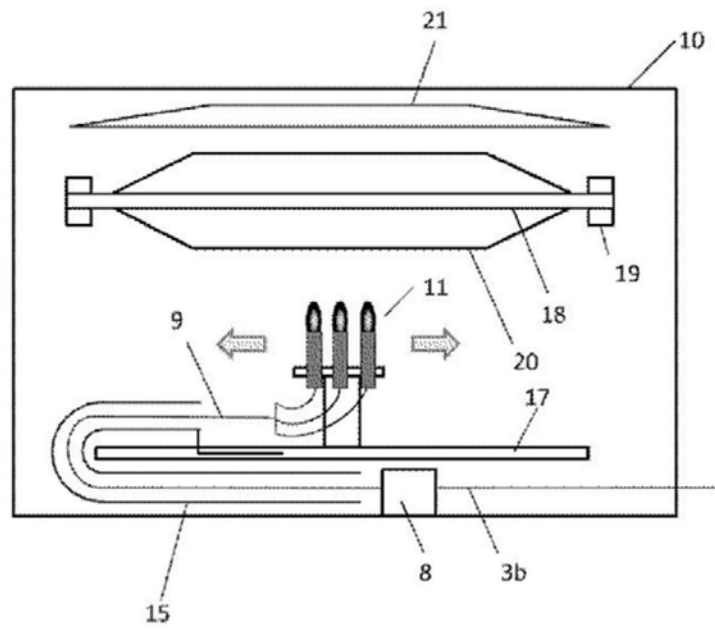


图4

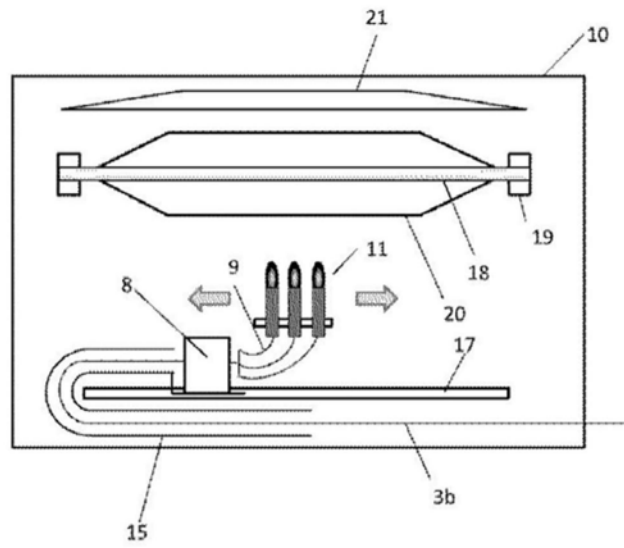


图5