



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년03월10일
(11) 등록번호 10-2780078
(24) 등록일자 2025년03월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03B 37/014 (2006.01) C03B 37/07 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C03B 37/014 (2013.01)
C03B 37/01446 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0030154
(22) 출원일자 2021년03월08일
심사청구일자 2024년01월05일
(65) 공개번호 10-2021-0116270
(43) 공개일자 2021년09월27일
(30) 우선권주장
JP-P-2020-043917 2020년03월13일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2019137602 A
US05632797 A
W01999020574 A1
JP05170472 A

(73) 특허권자
신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤
일본 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 1초메 4반 1고
(72) 발명자
노다 나오토
일본 이바라키켄 가미스시 도와다 1반치 신에쓰
가가꾸 고교 가부시끼가이샤 세이미즈기노우자이
료겐큐쇼 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 이영화

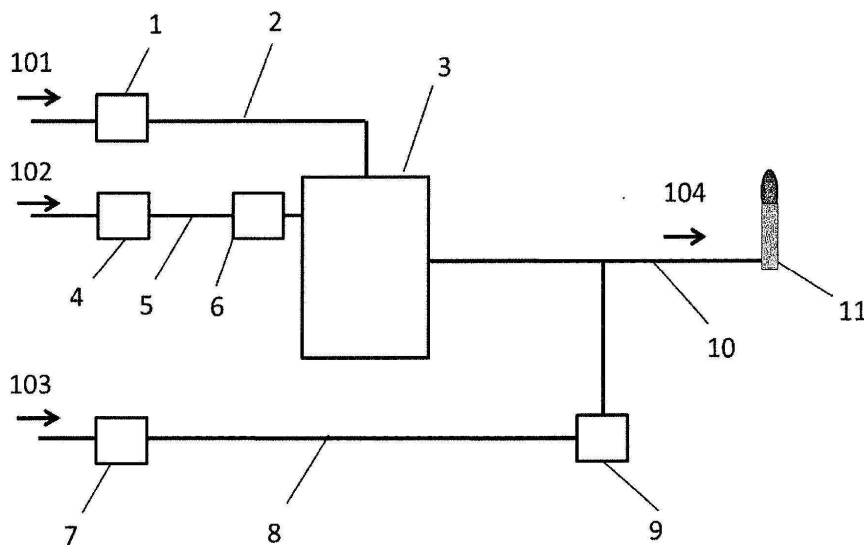
(54) 발명의 명칭 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법

(57) 요약

(과제) 옥타메틸실클로테트라실록산 (OMCTS) 으로 대표되는 유기 실록산 원료를 사용한 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법에 있어서, 원료 공급 개시시에 있어서의 원료의 액화를 방지한다.

(해결 수단) 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법은, 원료 탱크로부터 공급되는 유기 실록산 원료를 기화기 (뒷면에 계속)

대표도



에 공급하는 공정과, 상기 기화기 내에 있어서 원료와 캐리어 가스를 혼합·기화하는 공정과, 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내의 버너에 공급하여 연소 반응에 의해 SiO₂ 미립자를 외부에 퇴적시키는 공정을 구비하고, 상기 버너의 원료 가스 공급관에 원료를 공급 개시하기 전에, 원료 가스 공급관에 60 ℃ 이상의 퍼지 가스를 흘리며, 또한, 가연성 가스, 조연성 가스를 버너에 공급하고, 버너의 외표면 온도가 60 ℃ 이상이 되도록, 버너 출구에 있어서 산수소 화염을 형성함으로써 버너 및 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내를 예열하고, 상기 원료 가스 공급관에 흘리는 퍼지 가스는, 상기 버너에 있어서의 원료 가스 버너 도입구로부터 버너 출구까지의 원료 가스 공급관 내의 용적을 V [ℓ], 원료 공급 개시 전에 버너의 상기 원료 가스 공급관에 흘리는 가스 유량을 Q [SLM] 로 하였을 때, $Q/V > 350 [\text{min}^{-1}]$ 을 만족하는 유량으로 흘러지는 것을 특징으로 한다.

(52) CPC특허분류

C03B 37/07 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

출발재 상에 유리 미립자를 퇴적시켜 광파이버용 다공질 유리 모재를 제조하는 방법으로서,

원료 탱크로부터 공급되는 유기 실록산 원료를 기화기에 공급하는 공정과, 상기 기화기 내에 있어서 원료와 캐리어 가스를 혼합·기화하는 공정과, 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내의 버너에 공급하여 연소 반응에 의해 SiO₂ 미립자를 외부에 퇴적시키는 공정을 구비하고,

상기 버너의 원료 가스 공급관에 원료를 공급 개시하기 전에, 상기 원료 가스 공급관에 60 ℃ 이상의 퍼지 가스를 흘리며, 또한, 가연성 가스 및 조연성 가스를 버너에 공급하고, 버너의 외표면 온도가 60 ℃ 이상이 되도록, 버너 출구에 있어서 산수소 화염을 형성함으로써 상기 버너 및 상기 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내를 예열하고,

상기 원료 가스 공급관에 흘리는 상기 퍼지 가스는, 상기 버너에 있어서의 원료 가스 버너 도입구로부터 버너 출구까지의 상기 원료 가스 공급관 내의 용적을 V [ℓ], 원료 공급 개시 전에 상기 버너의 상기 원료 가스 공급관에 흘리는 가스 유량을 Q [SLM] 로 하였을 때, $Q/V > 350 \text{ [min}^{-1}]$ 을 만족하는 유량으로 흘려지는 것을 특징으로 하는, 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 원료 가스 공급관에 흘리는 상기 퍼지 가스는, $Q/V > 450 \text{ [min}^{-1}]$ 을 만족하는 유량으로 흘려지는 것을 특징으로 하는, 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 유기 실록산 원료에 옥타메틸시클로테트라실록산 (OMCTS) 을 사용하는 것을 특징으로 하는, 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

원료 공급 개시 전에 상기 퍼지 가스를 흘리는 상기 기화기로부터 상기 원료 가스 버너 도입구까지의 원료 가스 도입 배관은, 140 ℃ 이상 220 ℃ 이하의 온도로 가열 보온되는 것을 특징으로 하는, 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은, 유기 실록산 원료를 사용한 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 광파이버용 프리폼은, 예를 들어, VAD 법 등으로 제조된 코어 모재 상에, OVD 법 등으로 SiO₂ 미립자를 외부에 퇴적시키고, 이 퇴적체를 소결하여 제조된다. SiO₂ 미립자를 코어 모재 상에 외부에 퇴적시키기 위해서는, 종래, 규소 화합물 원료로서 사염화규소 (SiCl₄) 가 널리 사용되고 있다.

[0003] SiCl₄ 를 원료로 하는 경우, 화염 가수 분해 반응에 의해, 하기의 [화학식 1] 식에 기초하여 SiO₂ 미립자가 생성

된다.

[0004] [화학식 1]

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

[0006] 이 반응에서는 부생성물로서 염산이 생성되고, 수분이 혼입되면 금속 부식성을 나타내기 때문에, 제조 장치 재료나 배기 온도 관리에 주의가 필요하다. 또한, 배기로부터 염산을 회수 처리하는 설비를 형성하면 비용 증가를 초래한다.

[0007] 상기 서술한 바와 같이 규소 화합물 원료로서 사염화규소 (SiCl_4) 가 널리 사용되고 있지만, 때로는, 분자 내에 Cl (클로르) 를 내포하지 않는 할로젠 프리의 유기 규소 화합물이 SiO_2 미립자의 출발 원료로서 사용되는 경우가 있다. 이와 같은 할로젠 프리의 유기 규소 화합물로서, 공업 규모로 이용 가능한 고순도의 유기 실록산인 옥타메틸실클로테트라실록산 (OMCTS) 을 들 수 있다 (예를 들어 특허문헌 1 을 참조).

[0008] OMCTS 를 원료로 하는 경우에는, 하기의 [화학식 2] 식에 기초하여 SiO_2 미립자가 생성된다.

[0009] [화학식 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] 이와 같이, 버너에 공급하는 규소 화합물 원료로서, OMCTS 로 대표되는 할로젠 프리의 유기 실록산을 사용하면, 염산이 배출되지 않는다. 그 때문에, 제조 장치 재료나 배기의 취급의 자유도가 증가한다. 또, 염산 회수 처리 설비를 형성할 필요가 없어, 비용을 억제하는 것이 기대된다.

[0012] 또한, OMCTS 는 연소열이 매우 크고, 연소에 필요한 수소 등의 가연성 가스의 사용량을 종래의 SiCl_4 를 사용하는 경우보다 낮게 억제할 수 있다는 이점도 기대된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0013] (특허문헌 0001) 일본 특허 제6236866호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0014] 한편, OMCTS 는 표준 비점이 $175\text{ }^\circ\text{C}$ 로 높아, 액화 방지의 관리가 어렵다는 문제가 있다. 특히 버너에 원료를 공급 개시한 직후에는, 버너관이 충분히 따뜻해지지 않아, 버너관 내 및 버너 출구에서 원료가 액화되어 버리는 경우가 있다.

[0015] 예를 들어, 특허문헌 1 에서는, 고비점의 유기 실록산 원료를 사용하는 경우, 액화 방지를 위해서, 버너 자체를 외측으로부터 가열하는 방법이 취해지고 있다. 그러나 이 수법에서는, 버너가 복수 개 있는 경우나 버너가 대형화되는 경우, 히터 영역이 길어져 버린다. 또, 버너가 가동되는 경우에는, 히터를 다루는 것이 번잡해져 버리는 문제가 있다.

[0016] 또 기화기나 기화기 하류의 배관 가열 온도를 높여, 버너관 내의 입구 온도를 높이는 수법도 있다. 그러나 이 수법에서는, 온도를 지나치게 높이면, 원료인 OMCTS 나 함유 불순물 성분 (예를 들어 D3 (헥사메틸실클로트리실록산) 이나 D5 (데카메틸실클로펜타실록산) 등) 이 증점, 중합화되어 버리고, 기화기나 배관, 버너 등에 고분자 물질이 되어 석출되어, 폐색의 원인이 되어 버릴 가능성이 있다.

[0017] 본 발명은, 상기 과제를 감안하여 이루어진 것으로, 그 목적은, 옥타메틸실클로테트라실록산 (OMCTS) 으로 대표되는 유기 실록산 원료에 있어서, 원료 공급 개시시에 있어서의 원료의 액화를 방지할 수 있는, 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법을 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0018] 상기의 과제를 해결하기 위해, 본 발명은, 출발재 상에 유리 미립자를 퇴적시켜 광파이버용 다공질 유리 모재를 제조하는 방법이다. 당해 방법은, 원료 탱크로부터 공급되는 유기 실록산 원료를 기화기에 공급하는 공정과, 상기 기화기 내에 있어서 원료와 캐리어 가스를 혼합·기화하는 공정과, 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내의 버너에 공급하여 연소 반응에 의해 SiO₂ 미립자를 외부에 퇴적시키는 공정을 구비한다. 당해 방법에서는, 버너의 원료 가스 공급관에 원료를 공급 개시하기 전에, 원료 가스 공급관에 60 ℃ 이상의 퍼지 가스를 흘리며, 또한, 가연성 가스 및 조연성 가스를 버너에 공급하고, 버너의 외표면 온도가 60 ℃ 이상이 되도록, 버너 출구에 있어서 산수소 화염을 형성함으로써 버너 및 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내를 예열한다. 또, 그 방법에 있어서, 원료 가스 공급관에 흘리는 퍼지 가스는, 원료 가스 버너 도입구로부터 버너 출구까지의 원료 가스 공급관 내의 용적을 V [ℓ], 원료 공급 개시 전에 버너의 원료 가스 공급관에 흘리는 가스 유량을 Q [SLM] 로 하였을 때, $Q/V > 350 [\text{min}^{-1}]$ 을 만족하는 유량 Q 로 흘려지는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0019] 본 발명에 의하면, 옥타메틸실클로테트라실록산 (OMCTS) 으로 대표되는 유기 실록산 원료에 있어서, 원료 공급 개시시에 있어서의 원료의 액화를 방지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1 은, 본 실시형태에 있어서의 광파이버용 다공질 유리 모재 제조 장치의 기화기 주위의 공급 플로도이다.
 도 2 는, 본 실시형태에 있어서의 광파이버용 다공질 유리 모재 제조 장치의 버너의 단면도이다.
 도 3 은, 본 실시형태에 있어서의 광파이버용 다공질 유리 모재 제조 장치의 버너의 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하, 실시형태에 기초하여, 본 발명에 대해 보다 상세하게 설명한다.

[0022] 도 1 은, 본 실시형태에 있어서의 기화기 주위의 공급 플로에 관한 도면이다. 원료액 (101) 은, 액체 매스 플로 컨트롤러 (1) 에 의해 유량 제어되고, 원료액 배관 (2) 을 통과하여 기화기 (3) 에 공급된다. 원료액 (101) 은, 마찬가지로 기화기 (3) 에 도입된 캐리어 가스 (102) 에 의해 미세한 액적으로 되고, 가열됨으로써 원료액 (101) 이 기화되어 원료 가스와 캐리어 가스 (102) 가 혼합된 원료 혼합 가스 (104) 가 된다. 캐리어 가스 (102) 는 가스 매스 플로 컨트롤러 (4) 에 의해 유량 제어되고, 캐리어 가스 배관 (5) 을 통과하여, 기화기 (3) 에 공급된다. 기화기 (3) 에서의 원료액 (101) 의 기화를 촉진시키기 위해서, 캐리어 가스 (102) 는 열 교환기 (6) 를 사용하여 예열하여 공급해도 된다. 캐리어 가스 (102) 로는, 질소, 아르곤, 헬륨 등의 불활성 가스 또는, 산소나, 산소와 불활성 가스의 혼합 가스를 사용할 수 있다. 원료 혼합 가스 (104) 는, 원료 가스 배관 (10) 을 통과하여, 버너 (11) 에 공급된다.

[0023] 이 때 원료 가스의 연소를 촉진시키기 위해서, 원료 혼합 가스 (104) 에 추가로 산소 (103) 를 혼합하고 나서 버너 (11) 에 공급해도 된다. 산소 (103) 는 가스 매스 플로 컨트롤러 (7) 에 의해 유량 제어되고, 예혼합 가스 배관 (8) 을 통과하여, 원료 가스 배관 (10) 에서 혼합된다. 원료 혼합 가스 (104) 의 재액화를 방지하기 위해서, 산소 (103) 는 열 교환기 (9) 를 사용하여 예열하여 공급해도 된다.

[0024] 기화기 (3) 의 온도는 원료액 (101) 을 효율적으로 기화하며, 또한 원료액 (101) 의 증합을 방지한다는 관점에서, 유기 실록산 원료로서 OMCTS 를 사용하는 경우, 160 ℃ 이상 220 ℃ 이하의 온도로 설정하는 것이 바람직하다. 온도가 낮으면 원료액의 증기압이 저하되고 160 ℃ 를 하회하면 기화 효율이 현저하게 저하된다. 220 ℃ 를 초과하면, 기화기 (3) 에서 원료액 (101) 유래의 증합물이 석출될 우려가 있다. 또, 기화기 하류의 버너 (11) 까지의 원료 가스 배관 (10) 도, 원료 혼합 가스 (104) 중의 원료 가스의 재액화 및 증합을 방지하기 위해서, 140 ℃ 이상 220 ℃ 이하의 온도로 설정하는 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는, 기화기 (3) 및 원료 가스 배관 (10) 의 온도는 160 ℃ 이상 190 ℃ 이하의 온도로 설정하는 것이 바람직하다. 또한, 원료 가스 배관 (10) 에는, 히터가 장착되어, 원하는 온도로 가열할 수 있도록 구성되면 좋다.

[0025] 본 발명에 관련된 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법에서는, 버너 (11) 로서, 복수의 노즐을 가지는 멀티 노즐 버너나, 다중관 버너 등을 사용할 수 있다.

[0026] 도 2 는 본 실시형태에 있어서의 버너 (11) 의 단면도를 나타내고, 도 3 은 본 실시형태에 있어서의 버너 (11)

의 개략도를 나타내고 있다.

- [0027] 원료 혼합 가스 (104) 는 원료 가스 공급관 (12) 을 지나, 버너 (11) 의 중심관으로부터 공급된다. 제 2 관에는 시일 가스 (107) 가 공급된다. 소구경 포트로부터는 연소용 산소 가스 (106a) 가 공급된다. 제 3 관에는 연소용 가연성 가스 (105) 가 공급된다. 제 4 관에는 시일 가스 (108) 가 공급된다. 최외관인 제 5 관에는 연소용 산소 가스 (106b) 가 공급된다. 연소용 가연성 가스 (105) 로는, 수소나 메탄, 에탄, 프로판을 사용할 수 있다.
- [0028] 상기와 같은 광파이버용 다공질 유리 모재의 제조 방법에 있어서도, 버너 (11) 에 원료 혼합 가스 (104) 를 공급 개시한 직후에는, 버너 (11) 의 원료 가스 공급관 (12) 이 충분히 따뜻해지지 않아, 고온의 원료 혼합 가스 (104) 가 차가워진 버너 (11) 나 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내의 대기에 열을 빼앗겨, 버너관 내 및 버너 출구에서 원료가 액화되어 버리는 경우가 있다.
- [0029] 본 발명에서는, 버너 (11) 내에 있어서의 원료 가스 공급관 (12) 에 원료를 공급 개시하기 전에, 버너 (11) 및 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치의 온도를 높여 둬으로써, 원료 공급 개시 직후의 원료 혼합 가스 (104) 의 액화를 방지한다.
- [0030] 일반적으로, 원료 가스 공급관 (12) 의 입구 온도를 T_1 , 버너 (11) 가 놓여져 있는 환경 온도를 T_2 , 원료 가스 공급관 (12) 의 관 길이를 L , 원료 가스 공급관 (12) 에 흐리는 가스 유량을 Q , 원료 가스 공급관 (12) 의 내경을 D_1 , 원료 가스 공급관 (12) 의 외경을 D_2 , 가스 비열을 ρ , 가스 밀도를 d , 원료 가스 공급관 (12) 의 열 전도율을 λ , 대류 열 전달률을 C 로 하였을 때에, 버너 (11) 의 원료 가스 공급관 (12) 이 받는 열 저항 R 은
- [0031]
$$R = \ln(D_2/D_1)/(2 \times \pi \times \lambda) + 1/(C \times \pi \times D_2)$$
- [0032] 로 나타내어지고,
- [0033] 버너 (11) 의 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 은
- [0034]
$$T_3 = T_2 + (T_1 - T_2)/\exp(3.6 \times L/(R \times \rho \times Q \times d))$$
- [0035] 로 나타내어진다. 또한, 버너 (11) 가 놓여져 있는 환경 온도 T_2 로서 버너의 외표면 온도를 사용할 수 있다.
- [0036] 원료 혼합 가스 (104) 의 액화를 방지하기 위해서는, 버너 (11) 의 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 을 가능한 한 높게 유지하도록, 각 파라미터를 적절히 설정하는 것이 바람직하다. 원료 가스로서 OMCTS 를 사용하고, OMCTS 의 분압이 30 kPa 인 경우, T_3 은 133 °C 이상으로 하는 것이 바람직하고, 이보다 20 °C 이상 높은 온도 (즉 153 °C 이상) 로 하면 더욱 바람직하다.
- [0037] 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 을 높게 유지하는 방법으로서, 원료 가스 공급관 (12) 의 관 길이 L 을 짧게 하는 방법이나 원료 가스 공급관 (12) 의 내경 D_1 , 원료 가스 공급관 (12) 의 외경 D_2 를 좁게 하는 방법을 생각할 수 있다. 그러나, 원료 가스 공급관 (12) 의 관 길이 L 이나, 원료 가스 공급관 (12) 의 내경 D_1 , 원료 가스 공급관 (12) 의 외경 D_2 등은, 안정적인 SiO₂ 분말의 퇴적이 실현될 수 있도록, 다공질 유리 모재의 크기 및 다공질 유리 모재 제조 장치의 구조나 크기에 맞추어 최적의 치수로 설계되어 있으므로, 치수를 변경하는 것은 용이하지 않다.
- [0038] 또, 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 을 높게 유지하는 방법으로서, 원료 가스 공급관 (12) 의 입구 온도 T_1 을 높게 하는 방법을 생각할 수 있다. 그러나, 원료 가스 공급관 (12) 의 입구 온도 T_1 은 온도를 지나치게 높게 하면, 원료 함유 성분이 증점, 중합화되어 버릴 가능성이 높아진다.
- [0039] 본 발명에서는, 원료 공급 개시 직후의 원료 가스의 액화를 방지하기 위해서, 버너 (11) 에 있어서, 원료 가스 공급관 (12) 에 원료 혼합 가스 (104) 를 공급 개시하기 전에, 원료 가스 공급관 (12) 에 60 °C 이상의 고온의 퍼지 가스 (109) 를 흘리며, 또한, 가연성 가스 (105) 및 조연성 가스 (106b) 를 버너 (11) 에 공급하고, 버너 (11) 의 외표면 온도가 60 °C 이상이 되도록, 유량과 시간을 조절하여, 버너 출구에 있어서 산수소 화염을 형성 함으로써 버너 (11) 및 광파이버 다공질 유리 모재 제조 장치 내를 예열한다. 이로써, 버너 (11) 가 놓여져

있는 환경 온도 T_2 를 높게 유지할 수 있고, 원료 공급 개시 직후의 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 을 높게 할 수 있다. 여기서, 버너 외표면 온도 측정점 (13) 은, 도 3 에 나타내는 바와 같이, 버너 (11) 의 선단 부근의 외표면 온도를 측정하였다.

[0040] 또, 원료 가스 버너 도입구로부터 버너 출구까지의 원료 가스 공급관 (12) 내의 용적을 V [ℓ], 원료 공급 개시 전에 버너의 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 가스 유량을 Q [SLM] 로 하였을 때, $Q/V > 350$ [min^{-1}] 을 만족하도록 원료 가스 공급관 (12) 에 60°C 이상의 고온의 퍼지 가스 (109) 를 흘린다. 필요한 예열 시간을 단축시키는 관점에서, $Q/V > 450$ [min^{-1}] 을 만족하도록 원료 가스 공급관 (12) 에 고온의 퍼지 가스 (109) 를 흘리는 것이 보다 바람직하다. 이로써, 원료 공급 개시 전에 미리 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 을 높게 할 수 있고, 원료 공급 개시시의 원료 가스 공급관 (12) 의 출구 온도 T_3 도 높게 유지할 수 있어, 원료 혼합 가스 (104) 의 액화를 방지하는 것이 가능해진다. 이 때, 퍼지 가스 (109) 로는, 질소, 아르곤, 헬륨 등의 불활성 가스 또는, 산소나, 산소와 불활성 가스의 혼합 가스를 사용할 수 있다. 예를 들어, 퍼지 가스 (109) 로서 캐리어 가스 배관 (5) 으로부터 캐리어 가스 (102) 를 공급해도 되고, 예혼합 가스 배관 (8) 으로부터 산소 (103) 를 캐리어 가스에 혼합하여 공급해도 된다.

[0041] 실시예

[0042] (실시예 1)

[0043] 유기 실록산 원료 (101) 로서 OMCTS, 캐리어 가스 (102) 로서 N_2 가스, 가연성 가스 (105) 로서 H_2 가스, 시일 가스 (107) 로서 Air, 시일 가스 (108) 로서 N_2 가스를 사용하였다. OMCTS 를 공급 개시하기 전, 버너 1 개당의 유량으로서, 가연성 가스 (105) 는 30 SLM, 산소 가스 (106b) 는 12 SLM, 시일 가스 (107) 는 5.0 SLM, 시일 가스 (108) 은 5.0 SLM 으로 하여, 산수소 화염을 형성하고, 60 분간 예열을 실시하였다. 이 때의 OMCTS 공급 개시 직전의 버너 (11) 의 외표면 온도 T_2 는 65°C 였다.

[0044] OMCTS 를 공급 개시하기 전에, 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 로는 N_2 가스와 O_2 가스의 혼합 가스를 사용하였다. 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q 는 7.0 SLM 으로 하고, 원료 가스 배관 (10) 의 온도는 170°C 로 유지하고, 원료 가스 배관 (10) 을 통과시켜 원료 가스 공급관 (12) 에 퍼지 가스 (109) 를 공급하였다. 또, 사용한 버너 (11) 에 있어서, 원료 가스 버너 도입구로부터 버너 출구까지의 원료 가스 공급관 (12) 내의 용적 V 는 0.01416ℓ 였다. 즉, Q/V 는 494 [min^{-1}] 였다.

[0045] 이상의 조건하, OMCTS 를 버너 (11) 에 공급 개시한 결과, OMCTS 공급 개시시에 버너관 내 및 버너 출구에서의 OMCTS 의 액화를 방지할 수 있었다.

[0046] (실시예 2)

[0047] 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q 를 5.0 SLM (즉 Q/V 는 353 [min^{-1}]) 으로 한 것 이외에는, 실시예 1 과 동일한 조건에서 실시하였다. 그 결과, OMCTS 공급 개시시에 버너관 내 및 버너 출구에서의 OMCTS 의 액화를 방지할 수 있었다.

[0048] (비교예 1)

[0049] 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q 를 1.0 SLM (즉 Q/V 는 71 [min^{-1}]) 으로 한 것 이외에는, 실시예 1 과 동일한 조건에서 실시하였다. 그 결과, OMCTS 공급 개시시에 버너관 내에서 격렬하게 액화가 발생하였다.

[0050] (비교예 2)

[0051] 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q 를 3.0 SLM (즉 Q/V 는 212 [min^{-1}]) 으로 한 것 이외에는, 실시예 1 과 동일한 조건에서 실시하였다. 그 결과, OMCTS 공급 개시시에 버너관 내에서 액화가 발생하였다.

[0052] (비교예 3)

[0053] OMCTS 를 공급 개시하기 전에, 가연성 가스 (105) 를 공급하지 않고, 산수소 화염을 형성하지 않는 상태에서,

OMCTS 의 공급 개시와 동시에, 가연성 가스 (105) 의 공급을 개시하였다. 또, 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q 는 7.0 SLM (즉 Q/V 는 494 [min⁻¹]) 으로 하였다. 그 결과, OMCTS 공급 개시시에 버너관 내에서 격렬하게 액화가 발생하였다. 또, 이 때의 OMCTS 공급 개시 직전의 버너 (11) 의 외표면 온도 T₂ 는 27 °C 였다.

[0054] 표 1 은, OMCTS 공급 개시 전에 원료 가스 공급관 (12) 에 흘리는 퍼지 가스 (109) 의 유량 Q, 원료 가스 공급관 (12) 의 용적 V, OMCTS 공급 개시 전에 있어서의 산수소 화염의 형성의 유무, OMCTS 공급 개시시에 있어서의 OMCTS 의 액화의 유무를 나타낸 표이다.

표 1

	퍼지 가스 유량 Q[SLM]	원료 가스 공급관 용적 V[L]	Q/V [min ⁻¹]	원료 공급 개시 전에 있어서의 산수소 화염의 형성	버너 외표면 온도 T ₂ [°C]	원료 공급 개시시의 원료 액화의 유무
실시에 1	7.0	0.01416	494	있음	65	액화 없음
실시에 2	5.0	0.01416	353	있음	65	액화 없음
비교예 1	1.0	0.01416	71	있음	65	격렬하게 액화
비교예 2	3.0	0.01416	212	있음	65	액화
비교예 3	7.0	0.01416	494	없음	27	격렬하게 액화

[0055]

[0056] 표 1 로부터, OMCTS 공급 개시 전에, Q/V > 350 [min⁻¹] 을 만족하도록 원료 가스 공급관 (12) 에 60 °C 이상의 고온의 퍼지 가스 (109) 를 흘림으로써, 원료 혼합 가스 (104) 의 액화를 방지하는 것이 가능해짐을 알 수 있다.

부호의 설명

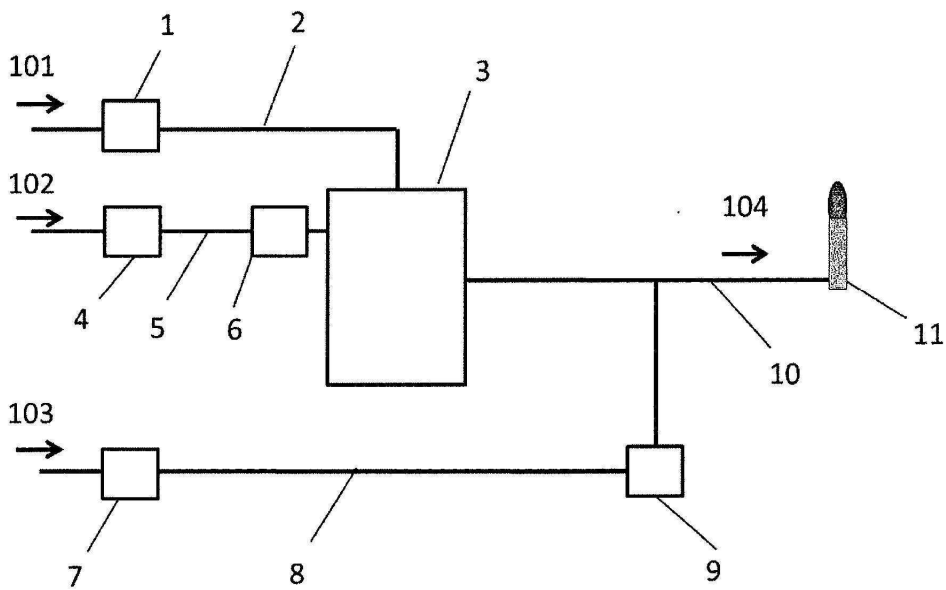
[0057]

- 1 : 액체 매스 플로 컨트롤러
- 2 : 원료액 배관
- 3 : 기화기
- 4 : 가스 매스 플로 컨트롤러
- 5 : 캐리어 가스 배관
- 6 : 열 교환기
- 7 : 가스 매스 플로 컨트롤러
- 8 : 예혼합 가스 배관
- 9 : 열 교환기
- 10 : 원료 가스 배관
- 11 : 버너
- 12 : 원료 가스 공급관
- 13 : 버너 외표면 온도 측정점
- 101 : 원료액
- 102 : 캐리어 가스
- 103 : 산소

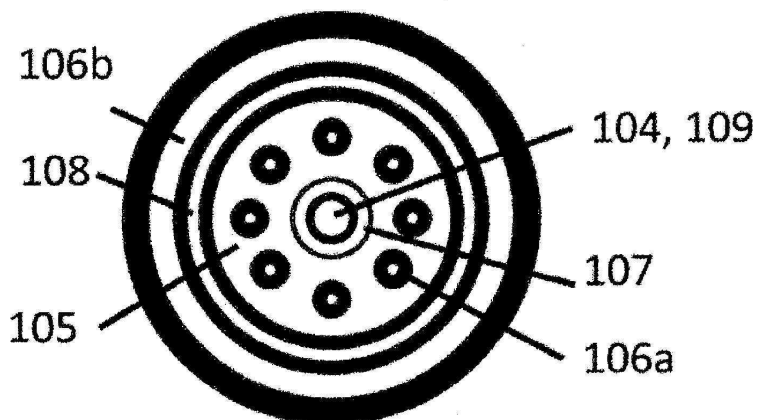
- 104 : 원료 혼합 가스
- 105 : 연소용 가연성 가스
- 106a : 연소용 산소 가스
- 106b : 연소용 산소 가스
- 107 : 시일 가스
- 108 : 시일 가스
- 109 : 퍼지 가스

도면

도면1



도면2



도면3

