

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵
C03B 19/02
C03B 8/02
C03B 20/00
C03B 37/012
G02B 6/00

(45) 공고일자 1994년06월 10일
(11) 공고번호 특1994-0005065

(21) 출원번호	특 1991-0014892	(65) 공개번호	특 1992-0004291
(22) 출원일자	1991년08월27일	(43) 공개일자	1992년03월27일
(30) 우선권주장	2-224732 1990년08월27일 일본(JP) 3-92028 1991년04월23일 일본(JP) 3-122695 1991년04월25일 일본(JP) 3-122752 1991년04월25일 일본(JP)		
(71) 출원인	후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤 도모마쯔 겐고 일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1		

(72) 발명자 사또오 츠구오
일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1 후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤내
모리가와 다카유키
일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1 후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤내
히하라 히로시
일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1 후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤내
야기 다게시
일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1 후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤내
요시다 가즈야끼
일본국 도쿄도 지요다구 마루노우찌 2-6-1 후루가와덴기 고오교오 가부시기가이샤내

(74) 대리인 김병진, 최박용

심사관 : 정상섭 (책자공보 제3649호)

(54) 실리카 유리 기재의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

실리카 유리 기재의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명의 제1실시예 를 도시하는 다이어그램.

제2도는 제1실시예 에 의해서 제조되는 석영 유리 기재의 종단면도.

제3도는 제2의 기재를 투명한 유리가 되도록 압밀(consolidation)시키므로써 얻어진 광학성유 예비성형체의 단면도.

제4도는 본 발명의 제2실시예 를 도시하는 다이어그램.

제5도는 제2실시에 에 의해서 제조되는 실리카 유리 기재의 종단면도.

제6도는 제5도의 기재를 투명한 유리가 되도록 압밀시키므로써 얻어진 광학성유 예비성형체의 단면도.

제7a와 7b도는 본 발명의 제3실시에 에 의해서 얻어지는 실리카 유리 기재의 종단면도.

제8도는 본 발명의 실리카 유리 기재를 처리하기 위한 장치의 예를 도시하는 개략도.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 광통신 및 광학적 용도 분야에서 사용되는 광학성유예비성형체, 상 섬유 예비성형체, 광 유도 예비성형체, 막대렌즈 예비성형체 등과 같은 파 유도 예비성형체용 실리카 유리 기재의 제조방법에 관한 것이다.

증기상 축방향 용착(VAD : Vapor phase axial deposition)법, 수정된 화학증착(MCTVD : modified chemical vapor phase deposition)법, 외측 증기상 용착(OVD : outside vapor phase deposition)법, 플라즈마 화학증착(PCVD : plasma chemical vapor phase deposition)법 등과 같은 CVD방법, 슬립 주조 방법, 또는 VAD방법과 졸-겔 방법을 조합시킨 방법이 광학성유 원거리통신 및 광학적 용도 분야에서 사용되는 광학성유 예비성형체, 상 섬유 예비성형체, 광 유도 예비성형체, 막대 렌즈 예비성형체 등과 같은 파유도 예비성형체를 제조하기 위해 사용될 수 있다.

CVD 방법에 의하면, $SiCl_4$ 또는 $GeCl_4$ 와 같은 할라이드 가스가 출발물질로서 사용되고 이들은 산화반응 또는 불꽃가수분해 반응을 거쳐 SiO_2 또는 GeO_2 와 같은 산화물의 분말을 생성한다. 또한, 산화물 분말은 특정 용착면(타게트의 말단면, 실리카 파이프의 내측 가장자리면, 맨드렐의 외측 가장자리면 등)에 용착되고 압밀되어 투명한 유리가 되며, 그 위에 예비성형체가 형성된다.

또한, 최근에 모든 합성 VAD방법을 기초로 한 예비성형체의 제조 수단이 보다 높은 질의 광학성유를 얻는데 사용되기 시작하였다.

이와 관련하여, 단일 모드의 광학성유용 예비성형체의 제조시, 적절한 외경비를 가진 코어 및 피복부의 일부를 위한 다공성 유리 몸체는 VAD방법에 의하여 우선적으로 동시에 합성된다. 그다음, 이들 다공성 유리 몸체는 실리카를 주재료로 하는 투명한 유리 막대가 되도록 압밀된다.

그후에 코어 대 피복부의 외경비를 10/125(μm)가 되도록 조절하기 위하여, 피복부를 위한 다공성 유리 몸체는 CVD방법에 의하여 실리카를 주재료로 한 투명한 실리카 유리 막대상에 용착되고, 이 용착 몸체는 투명한 유리 예비성형체로 압밀된다.

슬립 주조 방법에 의하면, 공개된 미심사 일본 특허출원 제64-56331호 등에 기술되어 있는 바와 같이, 우선 순수한 물에 예비조절된 미세한 실리카 유리 분말 재료를 분산시키므로써 슬러리를 형성한 다음, 슬러리의 물이 다이에 의해 흡수되도록 이 슬러리를 몰딩 다이에 주입한다. 이렇게 하여, 다공성 유리 분말이 미세한 유리 분말 재료로부터 형성된다. 그후, 다공성 유리 몸체는 건조되어 투명한 유리가 되도록 압밀된다.

VAD방법과 졸-겔 방법을 조합한 방법에 의하면, 공개된 미심사 일본 특허출원 제1-294548호 등에 기술되어 있는 바와 같이, 주로 VAD방법에 의해 제조된 막대형 다공성 유리 몸체(코어 유리와 피복 유리부의 결합), 및 졸겔 방법에 의해 제조된 관형 다공성 유리 몸체(피복유리의 나머지 부분)가 튜브-내-막대(rod-in-tube)방법을 이용하여 결합된다. 그후, 이들 다공성 유리 몸체는 투명한 유리가 되도록 함께 압밀된다.

상술한 CVD방법, 슬립 주조 방법, 및 VAD방법과 졸-겔 방법을 조합한 방법은 다음과 같은 기술적인 문제를 가진다.

CVD방법의 경우, 물품을 동일 모양으로 형성하는 기술적 성취도는 높지만 산화물 분말의 용착 효율성은 30 내지 60%로서 낮다. 장치 크기 또한 너무 크다. 상술한 바와 같이, 이 방법은 낮은 수율, 상당한 생산비용, 및 장치의 경제성등 다수의 문제점을 지니고 있다.

슬립 주조 방법은 간단한 장치를 이용하여 양질의 다공성 유리 몸체를 높은 효율로 생성할 수 있도록 한다. 그러나, 단지 이 방법의 기술만을 이용해서는 파 유도 구조를 얻을 수 없다.

따라서, 슬립 주조 방법의 경우, 이 방법 자체는 개선되어야 하거나, 그렇지 않으면 어떤 기타 적절한 수단을 필요로 한다. 그러나, 이 슬립 주조 방법에 관련된 선행 기술에서는 어떠한 기술적인 제안도 없다.

VAD방법과 졸-겔 방법을 조합한 방법의 경우, 원료인 알콕사이드의 원가가 높으며, 건조될 경우 균열이 발생하기 쉽다. 또한, 이 방법에 의하면, 크기가 큰 기재를 얻기가 어렵다.

본 발명은 이러한 상황을 고려하여 고안된 것으로서, 본 발명의 목적은 새로운 실리카 유리 기재의 제조방법을 제공하는 것이다.

본 발명의 또다른 목적은 합리적이고 경제적으로 양질의 실리카 유리 기재의 제조방법을 제공하는 것이다.

본 발명에 의하면, 실리카를 주재료로 한 유리 막대를 몰드의 공간부로 삽입시키는 단계; 및 순수한 물에 실리카 유리 분말 재료를 분산시키므로써 얻어지는 슬러리를 유리 막대와 몰딩 다이 내측면 사이의 몰딩 공간으로 주입시켜 유리 막대 주위에 유리 분말 성형 몸체를 형성시키는 단계로 구성되는 실리카 유리 기재의 제조방법이 제공된다.

본 발명에 의하면, 종래의 방법에 의하여 제조되는 실리카를 주재료로 한 유리 막대 주위에, 슬립 주조 방법에 의한 다공성 유리 몸체를 형성함으로써 장치의 비용을 절감하고 수율을 높이게 된다. 따라서, 이 생산 방법은 매우 경제적인 것이다.

본 발명에 의하면, 슬립 주조 방법에 의해 실리카를 주재료로 한 유리 막대 주위에 다공성 유리 몸체를 형성함으로써 실리카 유리 기재가 제조된다.

이 경우, 실리카 유리 기재의 코어를 구성하는, 실리카를 주재료로 한 유리 막대는 종래의 방법으로 제조되는 것일 수 있다. 바람직하기로는, 이 막대는 VAD방법과 같은 CVD방법에 의해 제조되어야 한다.

CVD방법은 다음 2가지 이유에서 바람직하다. 우선, 이 방법은 양질의 유리 막대를 제조하여 광학성 유 예비성형체의 중요한 부분으로서 사용되도록 할 수 있는 거의 완전한 기술이다. 두 번째로는, 이 방법에 의하면, 비록 산화물 분말의 용착효율이 낮을지라도, 예비성형체 내의 유리 막대의 용적비가 매우 낮아서, 전체 수율의 감소를 막을 수 있고, 장비크기의 증가를 피할 수 있다.

슬립 주조 방법에 의해 실리카를 주재료로 한 유리 막대의 둘레에 다공성 유리 몸체를 형성하는데 있어서, 특정 슬러리를 몰드로 주입하는 것만이 필요하다. 이렇게 하여 원하는 성형 몸체가 경제적인 장치와 간단한 공정을 사용하여 만족스러운 수율로 얻어질 수 있다. 다음 처리공정으로서 다공성 유리 몸체는 건조, 정제 및 투명한 유리가 되도록 압밀되어야만 한다.

따라서 본 발명의 방법에 의해서 파유도 구조를 갖는 예비성형체를 제조하는데 있어서, 저렴한 장치 비용으로 높은 수율의 생산이 보장될 수 있다. 따라서, 상품의 가격은 저하될 수 있으며, 경제적인 생산이 된다.

본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다.

제1도는 본 발명의 제1실시에 의 실시 방법을 도시하는 다이어그램이다.

제1도에서 인용번호 11과 21은 각각 슬러리 주입기와 몰드를 나타낸다.

슬러리 주입기(11)는 상부에 커버(12)를, 하부에 배출관(13)을 가지는 용기(14) 및 용기(14)내에 고정된 교반기(15)로 구성된다. 이들 부재는 예를 들어, 합성 실리카 유리로 되어 있다.

몰드(21)는 물 흡수 및 탈수와 같은 소위 물체거 효과를 가지는 견고한 용기로 만들어진다. 예를 들어, 몰드(21)는 매우 미세한 합성 실리카 분말(증기화된 실리카)로부터 형성되는 연속적인 공극을 갖는 용기일 수 있다. 또는, 수지 몰드 또는 석고 몰드가 몰드(21)로서 사용될 수 있다. 이들 몰드는 몰드의 몰딩 공간으로 슬러리를 주입하고 압력을 가하여 슬러리의 물을 몰드의 공극을 통해서 배출시키는 압력 성형 방법, 몰드가 배기되어 슬러리의 물이 몰드의 공극을 통해서 배기되는 감압 성형 방법, 및 이들 방법을 조합한 방법에 사용된다.

제1도에서 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31)는 예를 들어 VAD방법에 의하여 만들어지는 다공성 유리 몸체를 탈수시킨 다음 그것을 투명한 유리가 되도록 압밀시키므로써 얻어진다. 유리 막대(31)는 코어 유리만으로 구성되거나 코어 유리와 그 위에 피복유리 일부의 결합으로 구성될 수 있다.

슬러리(32)는 순수한 물에 실리카 유리 분말 재료를 분산시키므로써 얻어진다.

일반적으로 슬러리(32)내의 실리카 유리 분말 재료는 본질적으로 순수한 실리카 분말로 이루어진다. 그러나 어떤 경우에, 이 재료는 실리카의 굴절율을 조절하는 역할을 하는 다른 종류의 산화물 분말과 혼합될 수 있다. 바람직하기로는, 이 실리카 유리 분말 재료의 입경은 0.6 내지 20 μ m 범위이다. 이 범위의 평균 입경을 보유함으로써, 이 재료는 슬립 주조용 슬러리로서 바람직한 성질을 보유할 수 있다.

상술한 방법에 의하여 예비성형체를 제조하기 위하여, 원 예정된 정도로 조절된 슬러리(32)가 슬러리 주입기(11)의 용기(14)로 충전되어 교반기(15)에 의해 균일하게 교반된다. 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31)는 몰드(21)의 측부분에 수직으로 삽입되어 그 상태를 유지한다.

그다음, 용기(14)안의 슬러리(32)는 배출관(13)을 통해 다이의 몰딩 공간(유리 막대(31)의 외측 가장자리면과 몰드(21)의 내측 가장자리면 사이에 있는)으로 주입된다.

예정된 시간이 경과한 후, 몰드(21)내의 슬러리(32)는, 몰드(21)의 물흡수효과에 의하여 탈수되어 용적이 감소되고, 적은 수분함량을 가지는 다공성 유리성형 몸체(33)를 형성한다.

다공성 유리 성형 몸체(33)로부터 상당량의 물이 제거되므로, 이 성형 몸체는 완전하지는 않지만 그 자체의 형태를 유지할 수 있을 정도로 건조된다.

몰드(21)를 사용하여 다공성 유리 성형 몸체(33)가 성형되면, 성형 몸체(33)를 다이로부터 꺼내어 건조기(도시되어 있지 않음)에 넣는다. 다공성 유리 성형 몸체(33)를 건조기로 건조하고 나면 제2도에서 도시된 바와 같이, 물을 거의 함유하지 않는 다공성 유리 몸체(34)를 형성하게 된다. 이렇게 하여, 유리 막대(31)와 다공성 유리 몸체(성형 몸체)(34)로 구성되는 실리카 유리 기재(35)가 만들어지는 것이다.

그다음, 다공성 유리 몸체(34)는 종래의 방법으로 탈수/정제공정과 압밀 공정을 거친다. 그리하여, 제3도에서 도시된 바와 같이, 유리 막대(31)와 그것을 둘러싸고 있는 투명한 유리몸체(36)를 보유하는 파 유도 예비성형체, 예를 들어, 광학성유 예비성형체(37)가 얻어질 수 있다.

다공성 유리 몸체(34)가 투명한 유리가 되도록 압밀된 후에, 다공성 유리 몸체를 형성하는 공정에서부터 압밀공정까지를 반복함으로써 투명한 유리 몸체(36)의 직경을 증가시킬 수 있다. 이렇게 하여, 보다 큰 외경을 갖는 예비성형체가 얻어질 수 있다.

이제본 발명의 제2실시예 를 기술하도록 한다. 본 실시예 에 의하면, 비교적 큰 입경을 갖는 유리 분말 입자들은 몰드의 중심부를 형성하고 비교적 작은 입경을 갖는 유리 분말 입자들은 주변부를 이루도록 슬립 주조가 실시된다.

다음은 예비성형체가 이러한 방식으로 제조되는 이유를 설명한 것이다.

표 1은 고정된 몰딩 상태에서 얻어진 실리카 입자 성형 몸체로서의 다공성 유리 몸체의 특성을 나타낸다.

[표 1]

입 경	성 형 몸 체		
	공극크기	강도	기포
큰 것	큼	약함	거의 없음
작은것	작음	강함	많음

이러한 경우, 기포는 압밀 후에 존재하게 된다. 많은 기포가 예비성형체의 중심부에 존재하기 쉽다. 그러나, 예비성형체의 외측 가장자리부에서는 가스가 확산되려는 경향이 있기 때문에 많은 기포가 존재하게 된다.

실리카 입경이 작을수록, 얻어진 다공성 유리 몸체는 보다 단단하다.

다공성 유리 몸체의 외측 가장자리부의 강도가 크다면, 몰딩작업시의 응력변형에 의해 유발되는 균열이 흔히 발생하지 않고, 유리 몸체를 처리하는 것이 보다 용이하다.

본 실시예 에서, 압밀 공정후 광학성유 예비성형체에 기포가 발생하는 것을 억제할 수 있도록 하기 위해 보다 큰 실리카 입자가 몰드의 중심부에 놓이게 된다.

또한, 보다 작은 실리카 입자가 몰드의 내측 가장자리 벽면에 배치되므로, 다공성 유리 몸체의 기계적 강도가 개선되고, 따라서 균열, 틈 등이 발생하는 것을 방지할 수 있다.

제4도는 본 발명의 제2실시예 의 실시방법을 도시하는 다이어그램이다. 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31)와 몰드(21)는 제1실시예 에서와 거의 동일한 방식으로 배치될 수 있다.

본 실시예 에서, 비교적 큰 유리 분말 입자(44)는 유리 막대(31)에 가까운 중심부에 제공되고, 비교적 작은 분말 입자(45)는 가장자리부에 제공된다.

특히, 내외측의 동축 적하 용기(43a)(43b)가 몰드(21)의 주조공간에 삽입되고, 굵은 유리 분말 입자(44)를 포함하는 슬러리는 용기(43a)로 공급되며 미세한 분말 입자(45)는 용기(43b)로 공급된다.

이 경우, 바람직하기로는 굵은 유리 분말 입자(44)의 평균 입경은 1 내지 20 μ m의 범위이고, 미세한 유리 분말 입자(45)의 평균 입경은 0.6 내지 1 μ m의 범위이다.

본 실시예 에서서는 두종류의 입경 범위가 이용된다. 그러나, 3종류 이상의 입경 범위도 이용될 수 있다.

예정된 시간이 경과된 후, 슬러리는 몰드(21)에 의하여 탈수되어 성형 몸체를 형성한다. 성형 몸체를 몰드로부터 꺼내어 건조기로 건조하면, 굵은 입자의 중심부(47)에 미세한 입자의 가장자리부(48)를 가지는 다공성 유리 몸체(46)가 형성된다. 이렇게 하여, 유리막대(31)와 그를 둘러싸는 다공성 유리 몸체(46)로 이루어진 실리카 유리 기재(49)가 제조된다.

유리 몸체(46)가 탈수-정제공정과 압밀 공정을 거치게 되면, 제6도에 도시된 바와 같이, 유리 막대(31)와 그것을 둘러싸고 있는 일체의 투명한 유리 몸체(51)를 가지는 광학성유 예비성형체(54)가 얻어질 수 있다.

이제본 발명의 제3실시예 가 기술될 것이다. 본 실시예 에 따르면, 다공성 유리 성형 몸체의 양단부 또는 한단부가 성형 몸체의 외경과 동일하거나 보다 큰 곡률 반경을 갖는 3-차원 굴곡면 또는 원추형으로 형성된다. 이렇게 하므로써, 성형 몸체의 표면적은 감소될 수 있고, 응력에 저항하는 힘이 개선될 수 있다. 그 결과, 다음 효과가 얻어질 수 있다.

(1) 원추형 또는 3-차원 굴곡면의 형태를 가진 단부 또는 모서리부를 보유하는 성형 몸체의 경우, 다공성 유리 성형 몸체의 제조시 주조에 의해 형성된 성형 몸체가 몰드로부터 이동될 때, 성형 몸체의 모서리부가 떨어져 나가는 것을 방지할 수 있고, 성형 몸체에서의 균열이 상당히 감소될 수 있다.

(2) 광학성유 예비성형체는 원추형 또는 굴곡 단부를 가지는 실리카 유리 기재로부터 형성되므로, 실리카 유리 기재의 성형 몸체는 그의 한단부가 압밀되어질 노(furnace)의 고온 영역으로 점차적으로 삽입됨에 따라 그의 최단부로부터 압밀되어 투명한 유리가 된다. 이렇게 하여, 광학성유 예비성형체의 중심부에 기포를 발생시키지 않고서 균일하며, 미세한 투명유리가 얻어질 수 있다.

(3) 압밀 공정후 와이어 드로잉에 의한 광학성유 제조시, 지지막대 등이 그의 형태를 변형시키지 않고 용융결합될 수 있으므로, 처리시간을 단축시킬 수 있고, 수율을 개선할 수 있다.

본 실시예 에서, 다공성 유리 몸체(55)는 제1또는 제2실시예 와 거의 동일한 방식으로 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31) 주위에 형성되며, 이 다공성 유리 몸체(55)의 각 단부는 제7a도에서 도시된 바와 같이, 원추형으로 뾰족하게 되거나, 또는 제7b도에 도시된 바와 같이, 성형 몸체의 외경과 동일하거나 보다 큰 곡률 반경을 가지는 3-차원 굴곡면으로 형성된다. 이 경우, 유리 몸체(55)의 단부들은 그에 일치하는 뾰족부 또는 3-차원 굴곡부를 가지는 몰드를 사용하거나, 또는 선반 가공(lathing)과 같은 기계가공에 의해 형성될 수 있다.

다음은 상기된 실시예 에 따라 제조된 실리카 유리 기재를 처리하는 바람직한 방법을 기술한 것이다.

상기 실시예 에 의하여 제조되는 실리카 유리 기재는 탈수/정제처리후 투명한 유리가 되도록 압밀된다. 탈수/정제처리후, 본 기재는 He에 노출되도록 재배치된 다음 He을 함유하는 분위기하에서 압밀된다.

일반적으로, 압밀공정은 100 내지 300mm/Hr의 속도로 다공성 예비성형체가 고온영역으로 점차적으로 삽입되는 과정에서 이루어진다. 그런, 이 방법에 의하면, 마이크론 이하의 입경을 갖는 분말이 출발 물질로서 사용된다면, 압밀처리후 기포가 존재하기 쉽다. 특히 가스가 천천히 확산되는 중심부에서 보다 많은 기포가 존재하기 쉽다.

본 발명자는 연구결과 입경과 공극크기 분포 사이의 다음 관계를 알아냈다. 입경이 작을수록 공극 직경이 작다. 이것은 공극 직경이 감소됨에 따라서 가스의 제거 및 확산이 많은 시간을 소비하게 됨을 의미한다. 또한 입경이 작으면 성형 몸체는 압밀화되기가 쉽다. 즉, 용이하고 신속하게 공극이 차단될 수 있으므로, 가스가 용이하게 배출될 수 없다. 이들 상황은 기포를 증가시키게 된다.

따라서, 압밀 공정에 앞서, 다공성 유리 몸체를 He가스로 노출시킨다. 이렇게 하므로써, 확산 계수가 높은 He가스가 다공성 유리 몸체의 공극내에 충전되어 압밀공정시 공극이 차단되더라도 기포가 존재하지 않게 된다. He 충전 처리에 앞서, 다공성 유리 몸체는 건공하에 가열됨으로서 탈기된다. 이렇게 하므로써, 공극내에 흡수된 가스의 부분 압력이 저하될 수 있어서 가스가 보다 용이하게 제거되거나 확산될 수 있다. 따라서 기포는 거의 생성되지 않게 된다.

실리카 유리 기재의 처리방법을 보다 상세히 기술하면 다음과 같다.

상술된 실리카 유리 기재는 종래의 방식으로 건조(예를 들어, 100°C)되고, He과 Cl₂의 존재하에서 가열처리(탈수 및 정제)된다. 그 후, 이 기재는 필요한 만큼 진공하에서 가열되면서 탈기되고(10⁻²토르 이상으로), 그 다음 다공성 유리 몸체내의 흡수된 가스(공기, 염소가스, 염화수소가스등)가 He가스로 대체되도록 He가스로 노출된다. 공기 제거 및 He과의 대체를 위한 조작이 1회이상 실시된 후, 다공성 유리 몸체는 He를 함유하는 분위기에서 압밀되도록 가열처리(예를 들어, 1,4000 내지 1,600°C에서)되므로써, 예비성형체가 얻어진다. 공기제거가 실시되지 않는다면, He분위기에서 가열처리하는데 많은 시간이 소비된다. 상기 방법은 배치시스템이거나, He처리 및 진공처리가 압밀 공정과 나란히 실시되는 방법일 수 있다.

[실시예 1]

다음은 본 발명의 실시예 1에 대한 설명이다.

제1도의 실리카를 주재료로 한 유리막대(31)는 코어 유리의 조성이 SiO₂-GeO₂이며, 피복 유리의 조성이 SiO₂이고, 코어-대-피복의 외경비가 1/30이며, 코어와 피복 유리 사이의 굴절률 차가 0.3%인 것이 사용되었다. 이 유리 막대(31)는 15mm의 직경과 500mm의 길이로 된 것이다.

0.6 내지 60μm의 입경을 지니는 미세한 입자인 SiO₂를 슬러리(32)로서 사용하기 위하여 순수한 물에 분사시킴으로써 점도 약 2,000cps의 슬러리를 준비하였다. 이 슬러리는 슬러리 주입기(11)의 용기(14)로 사전에 충전되었다.

120mm이 내경과 500mm의 길이로 된 증기-실리카 몰드가 물 흡수 및 탈수 성질을 갖는 몰드(21)로서 사용되었다.

제1실시예 와 관련하여 이미 설명된 바와 같이, 유리 막대(31)를 몰드(21)에 고정하고, 슬러리(32)를 슬러리 주입기(11)를 사용하여 몰드(21)로 주입한 다음, 이러한 상태로 6시간동안 방치하였다.

그결과, 다공성 유리 성형 몸체(33)가 유리 막대(31) 둘레에 형성되었다.

유리 막대(31)를 따라 형성된 다공성 유리 성형 몸체(33)를 몰드로부터 꺼내어 건조기인 전기 오븐에 넣고, 12시간 동안 100°C에서 가열하였다.

그 결과, 실리카 유리 기재(35)가 얻어졌다. 더 구체적으로는 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31) 둘레에 다공성 유리 (34)를 보유하는 실리카 유리 기재(35)가 제조된 것이다.

실리카 유리 기재(35)를 최대 온도 1,450°C로 유지되는 전기로 속으로 회전시키면서 250mm/hr의 속도로 삽입하였다. 이렇게 하여, 다공성 유리 몸체(34)가 투명한 유리 몸체(36)로 소결(탈수, 정제, 및 유리질화)되어, 광학성유 예비성형체(37)가 형성된다.

이와 같이 하는데 있어서, 탈수/정제공정과 압밀 공정을 위한 분위기를 형성하기 위하여 He과 Cl₂가 각각 5 l/min과 0.2 l/min의 유속으로 전기로에 공급되었다.

이렇게 하여 얻어진 예비성형체는 62.5mm의 외경과 300mm의 길이를 가진다.

이 광학성유 예비성형체는 125μm의 외경을 갖는 단일 모드 광학성유가 되도록 종래의 드로잉 수단에 의하여 드로잉 된다.

이 방법으로 얻어진 단일 모드 광학성유에 대해 1.55μm 파장대에서 특징적인 전송도가 측정되었다. 얻어진 값은 1.55μm에서 0.18dB/km이다.

이 값은 예를 들어, 일반적인 합성 VAD방법을 기준으로 한 단일 모드 광학성유에 특징적인 전송도와 유리하게 비교된다.

상기 특정 실시예 에서, 5개의 실리카 유리 기재(35)가 각각의 5개의 광성유 기재를 위하여 슬러리

(32)로부터 형성되었을때(슬러리 주조 속도 : 300 l/min), 각 기재에 대한 처리 시간은 약 3.7시간 이었고, 미세한 SiO₂입자의 수율은 95%였다.

반면, 상기 실시예 와 동일한 실리카 유리 기재가 일반적인 CVD방법에 의해 제조되었을 때, 처리시 간은 3g/min의 SiO₂입자의 평균 용착 속도에서 약 10시간이었고, SiO₂입자의 수율은 30%이었다.

본 발명의 방법에 의하면, 상기 비교예에서와 같이, 높은 수율과 개선된 효율성을 나타내는 다공성 유 리 몸체가 제조될 수 있다.

[실시예 2]

다음은 본 발명의 실시예 2를 설명한 것이다

1 내지 20 μ m의 직경을 갖는 실리카 입자(44) 400g과 0.6 내지 1 μ m의 직경을 갖는 실리카 입자(45) 400g을, 각 유형의 입자 대 순수한 물의 비율이 1: 0.5가 되도록 순수한 물에 분산시키므로써, 두 가지 유형의 실리카 슬러리를 준비하였다.

30mm의 내경과 300mm의 길이로 된 몰 흡수 수지 몰드가 몰드(21)로서 사용된다. GeO₂(실리카와의 굴 절률 차 : 1%)로 처리된 2mm 외경을 갖는 실리카를 주재료로 한 유리 막대(31)가 몰드(21)의 안쪽 중앙에 배치된다.

서로 다른 내경을 가지는 2개의 적하 용기(43a)(43b)가 축을 공동으로 하여 유리 막대(31) 둘레에 배치된다. 굵은 실리카 입자(44)의 슬러리를 용기(43a)를 사용하여 유리 막대(31) 둘레에 주입하였 고, 미세한 실리카 입자(45)의 슬러리는 용기(43b)를 사용하여 굵은 실리카 입자(44)의 공급 영역 바깥으로 주입하였다. 이렇게 하면서, 용기(43a)(43b)를 점차로 상승시켰다. 이들 슬러리는 이러한 방식으로 주입된 후 그대로 방치되므로, 그 안의 물이 몰드(21)에 의해 흡수되어 성형 몸체가 형성되 었다. 얻어진 성형 몸체를 그의 몰 함량이 10 내지 15%로 되었을 때 몰드(21)로부터 꺼내었다.

꺼내어진 성형 몸체를 100 $^{\circ}$ C에서 건조하면 유리 막대(31)와 다공성 유리 몸체(46)로 구성된 실리카 유리 기재(49)가 얻어진다. 이 기재(49)를 일반적인 그을음 정제방식에 의해 1000 $^{\circ}$ C의 He와 Cl₂ 분 위기에서 2시간 동안 정제한 다음, 1500 $^{\circ}$ C의 He 분위기에서 압밀하므로써, 유리화된 광학섬유 예비 성형체(54)를 얻었다.

얻어진 광학섬유 예비성형체(54)는 25mm의 외경과 250mm의 길이를 보유한다. 이 예비성형체(54)는 125 μ m의 외경을 갖는 광학섬유를 생성하기 위하여 드로잉되었다. 이러한 광학섬유의 전송 손실은 1.55 μ m의 파장에서 0.7dB/Km로 측정되었다.

10개의 예비성형체가 전술한 방식으로 제조되었다. 이 기재에서 균열과 틈은 전혀 발견되지 않았고 압밀후 기포도 발견되지 않았다.

[실시예 3]

다음은 본 발명의 실시예 3을 기술한 것이다.

1.5 l의 순수한 물에 1 내지 20 μ m의 입경을 갖는 1000g의 실리카 분말을 용기에서 분산시키고 그 분 산계를 교반함으로써 슬러리를 준비하였다. 또한, VAD방법에 의해 제조되고 약 1/3이 코어 대 피복 외경비를 갖는 실리카를 주재료로 한 유리 막대를 몰드의 중앙부에 위치하도록 수지 몰드를 배치하 였다. 주조하기 위하여 슬러리를 몰드로 주입하였다.

이렇게 하여 얻어진 성형 몸체를 몰드로부터 꺼내어 110 $^{\circ}$ C의 오븐에서 건조시킨 후, 유리 막대와 다 공성 유리 몸체(성형몸체)로 구성된 실리카 유리 기재를 얻었다.

그다음, 다공성 유리 몸체의 단부를 선반을 사용하여 제7a도와 제7b도에 도시한 바와 같이 절단하였 다.

이러한 방식으로 선반가공된 실리카 유리 기재를 800 내지 1200 $^{\circ}$ C에서 He과 Cl₂로 가열처리하여 탈 수시켰다. 그다음 유리 기재를 1500 내지 1650 $^{\circ}$ C의 He와 O₂ 가스 혼합물에서 그의 유도 단부로부터 점차로 가열하여 압밀함으로써, 광학섬유 예비성형체를 얻었다.

이 광학섬유 예비성형체를 드로잉하여 광학섬유를 얻었으며, 그의 전송 손실은 1.55 μ m 파장에서 0.2dB/km만큼 낮은 것으로 측정되었다.

그다음, 전술한 방식으로 가공된 다공성 유리 몸체의 단부를 가지는 실리카 유리 기재와 종래의 원 통형 기재를 동일 입자의 수율(틈 및 파손이 없는 기재), 기포등으로 인한 결함으로부터의 보호, 및 총 수율의 면에서 비교하였다. 표 2는 그 비교결과를 나타낸다.

[표 2]

	종래기술	실시예 3
동일 입자의 수율(%)	76	95
결함없는 기포 비율(%)	66	90
총 수율(%)	42	86

표 2에서 나타난 바와 같이, 실시예 3에 의해 얻어진 총 수율은 종래의 것의 2배임을 확인하였다.

[실시예 4]

다음은 실리카 유리 기재를 처리하는 바람직한 방법의 예를 설명한 것이다.

분말 대 물의 비가 1대 0.5가 되도록 0.6 내지 10 μ m의 입경을 갖는 실리카 분말 400g을 용기에서 물

에 분산시키므로써 슬러리를 준비하였다. 한편, 2mm 외경의 코어 막대(유리 막대)가 30mm의 내경과 300mm의 길이로 된 물 흡수 수지 몰드의 중앙부에 배치되었다. 이러한 상태에서, 슬러리가 몰드에 주입되었으며, 슬러리에 함유된 물이 수지 몰드에 흡수되어 성형몸체가 형성되었다. 실리카 분말 성형 몸체가 적당히 강한 몸체로 되었을 때 몰드로부터 꺼내면 그것은 코어막대의 외측 가장자리면에 부착되어 실리카 유리 기재를 형성한다. 이렇게 얻어진 실리카 유리 기재를 70°C에서 5시간동안 건조시킨 다음, 종래의 방법에 의해 1100°C의 Cl₂와 He 기체하에서 처리하므로써 기재내의 물과 불순물을 보다 높은 순도로 제거하였다. 그다음, 이 기재를 진공 용기로 이송하여, 1100°C의 온도에서 진공도가 10⁻³ 내지 10⁻⁴ 토르가 되도록 공기를 제거시켰다. 그후, 정상 압력에 도달하도록 He를 도입하였고, 실리카 유리 기재를 30분간 그대로 방치하였다. 용기를 공기 제거를 위하여 전술한 진공수준으로 재차 배기하였고, 정상압력에 도달하도록 He를 도입하였으며 기재는 정상 압력을 유지하면서 정상온도로 냉각되었다.

그다음, 기재를 압밀 장치로 빠르게 이송하여, 종래의 방법으로 1500°C의 He가스 분위기에서 압밀되도록 가열하였다. 얻어진 예비성형체는 외경이 27mm이고 길이가 260mm로 측정되었고, 기포는 형성되지 않았다. 10개의 예비성형체를 본 실시예에 의한 방법으로 제조하였는데, 그들중 어느것도 기포를 형성하지 않았다. 이들 예비성형체는 어떤 실질적인 문제도 없는 것으로 평가되었다.

[실시예 5]

실리카 유리 기재를 실시예 4에 의해 제조하고, Cl₂를 사용하여 정제하였다. 정제된 기재(60)를 제8도에 도시된 장치의 코어 튜브(61)에 배치하였다. 제8도의 가스 처리로(62)를 1100°C로 가열하고, 기밀 셔터(64)를 차단하였으며, 진공도가 10⁻² 내지 10⁻³ 토르에 도달하도록 배기 밸브(65)를 통하여 공기를 배출하였으며, 이러한 상태로 30분간 방치하였다. 그다음, He기체를 제1가스유입구(66)를 통하여 0.3ℓ/min의 유속으로 주입시키면서 기재(60)를 30분간 방치하여, 기재를 He가스로 충전시킨다. 그후, 셔터(64)를 개방하고, 제1가스유입구(66)를 통한 He가스 공급을 중단하면, 기재(60)는 압밀로(63)를 향하여 점차 하강하는데, 압밀로(63)는 압밀을 위하여 1500°C로 미리 가열되며, He가스를 제2가스유입구(67)를 통하여 0.5ℓ/min의 유속으로 주입한다. 얻어진 예비성형체는 외경이 27mm이고 길이가 260mm로 측정되었고, 기포는 형성되지 않았다. 10개의 예비성형체를 본 실시예에 의해 제조하였는데, 동일한 결과를 나타내었다. 이들 예비성형체는 어떠한 문제점도 없는 것으로 평가되었다. 제8도의 장치를 사용하여 제조된 실시예 5는 가스 처리 및 압밀공정을 연속적으로 실시한다는 점에서 실시예 4보다 우수하며, 기재의 이동에 있어 거의 오염을 발생시키지 않고, 따라서 보다 큰 작업 효율성이 보다 큰 생산성을 보장하게 되는 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

실리카 유리 기재의 제조방법에 있어서, 실리카를 주재료로 한 막대를 몰드의 공간부를 삽입시키는 단계; 및 실리카 유리 분말을 순수한 물에 분산시키므로써 얻어지는 슬러리를 상기 유리 막대와 몰드의 내측면 사이에 있는 몰딩 공간으로 주입시키므로써, 유리 막대 둘레에 다공성 유리 성형 몸체를 형성시키는 단계; 로 구성되는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 유리 막대는 화학증착 가수분해법에 의해 제조되는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 유리 막대는 VAD방법에 의해 제조되는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 실리카 유리 분말 재료의 평균 입경은 0.6 내지 20μm 범위에 속하는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 비교적 큰 입경을 갖는 유리 분말 재료의 슬러리는 상기 유리 막대와 상기 몰드의 내측면 사이에 있는 몰딩공간으로서 상기 유리 막대에 더 가깝게 위치하는 중앙부로 주입되고, 비교적 작은 입경을 갖는 유리 분말 재료의 슬러리는 몰딩 공간의 가장자리부로 주입되는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 입경이 큰 유리 분말 재료의 평균 입경은 1 내지 20μm이고, 상기 입경이 작은 유리 분말 재료의 평균 입경은 0.6 내지 1μm 범위인 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 다공성 유리 몸체의 양단부 또는 한단부가 원추형 또는 곡률 반경이 상기 성형 몸체의 외경과 동일하거나 보다 큰 3-차원 굴곡면으로 형성되는 실리카 유리 기재의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 실리카 유리 기재는 광학섬유 예비성형체를 제조하는데 이용되는 실리카 유리

기재의 제조방법.

청구항 9

순수한 물에 실리카 유리 분말 재료를 분산시키므로써 얻어진 슬러리를 유리 막대와 몰드의 내측면 사이에 있는 몰딩 공간으로 주입시키므로써, 다공성 유리 성형 몸체가 상기 유리 막대 둘레에 형성되며, 상기 유리 막대와 상기 다공성 유리 몸체를 포함하는 실리카 유리 기재의 처리 방법에 있어서, 상기 방법은 상기 기재를 탈수 및 정제시키는 단계; 상기 기재를 He가스로 충전시키기 위하여 He가스로 노출시키는 단계; 및 상기 기재를 He를 함유하는 분위기에서 압밀시키는 단계; 로 구성되는 실리카 유리 기재의 처리방법.

청구항 10

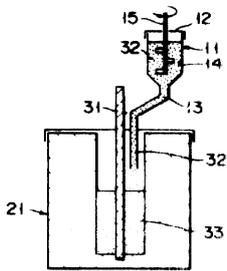
제9항에 있어서, 상기 탈수-정제공정과 상기 기재를 He으로 충전시키는 공정의 중간에, 진공하에서 상기 기재를 가열시키면서 공기를 제거하는 단계로 더 구성되는 실리카 유리 기재의 처리방법.

청구항 11

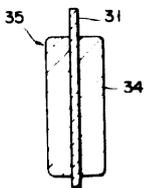
제9항에 있어서, 광학섬유 예비성형체는 상기 실리카 유리 기재로 부터 얻어지는 실리카 유리 기재의 처리방법.

도면

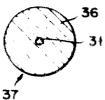
도면1



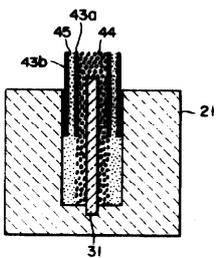
도면2



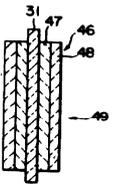
도면3



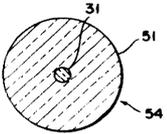
도면4



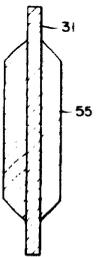
도면5



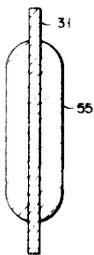
도면6



도면7A



도면7B



도면8

