

# VAD シリカガラス加熱成形の粘性変形解析

横川知行\*・榎本 正・山崎 卓  
桑原一也・古庄 勝・真鍋 賢

Viscous Flow Analysis of Heat Forming of VAD Silica Glasses — by Tomoyuki Yokokawa, Tadashi Enomoto, Takashi Yamazaki, Kazuya Kuwahara, Masaru Furushou and Ken Manabe — Silica glasses are well-known as being substantially higher in purity and more transparent than fused-quartz glasses. Therefore, they are widely used not only for optical fibers but also for electronics industry applications like optical lenses for semiconductor exposure apparatus and photomask substrates for optical lithography. The authors have developed and improved the technique for manufacturing high-quality VAD silica glasses that has excellent mass productivity. In the process of forming silica glasses into optical components such as optical fibers and fiber couplers, thermal processing based on the conventional uniaxial deformation model is mainly used. However, in order to stabilize the quality of 3D-shaped glasses like optical lenses, the method of conventional uniaxial analysis may be insufficient. In this paper, as part of the study of analytical procedure of silica glass viscous flow, the authors conducted both the uniaxial deformation analysis by classic model and the viscous flow analysis by 3D thermal fluid program. The authors confirmed that it was possible to predict deformations that are concerned with only the load direction by analysis based on the conventional classic model. The authors also confirmed that analysis software “FLOW-3D” was useful for grasping in details the viscous flow phenomenon exhibited by glasses.

## 1. 緒 言

シリカガラスは熔融石英ガラスと比べ極めて高純度であり、透明性が高いことで知られている。そのため、通信用光ファイバだけでなく、半導体露光装置用光学レンズや露光用フォトマスクなどの電子産業用途としても幅広く使われている。シリカガラスの製法には、大きく分けて以下の二つがある<sup>(1)</sup>。一つは“直接法”と呼ばれ、四塩化珪素を酸水素火炎中で気相加水分解し、直接ガラスを堆積する方法である。高純度で、大型化しやすい利点を持つ反面、OH基を1000ppm程度有するために真空紫外透過性が劣るといった特徴がある。もう一つは、VAD法あるいは“スート法”と呼ばれ、シリカガラスの微粒子を堆積させたスートと呼ばれる多孔質中間体を製造した後に、加熱処理を施してスートを透明化し、ガラス化する方法である。直接法に比べて大型化しにくい反面、スートの状態で熱処理できることから、OH基含有量の調整や元素の添加が比較的容易にできるといったメリットがあり、赤外から紫外の広範囲にわたる優れた透過特性や、耐熱性に優れたガラスを適宜製造できるといった特徴がある。

当社は光ファイバメーカーとして、上述した特徴を持つ高品質で量産性に優れるVADシリカガラスの製造技術を培ってきた。シリカガラスを光ファイバや光ファイバカプラなどの光学部品にするためには、ガラスを熱加工する必要があるが、光ファイバに加工する場合は、延伸ないしは

線引と呼ばれる、棒状のガラスを引き延ばす方式が利用される。このような一軸変形の定常部における変形プロセスは、簡易な古典的モデルとの整合性もよい<sup>(2)</sup>。しかしながら、引き延ばしの開始部と終了部などの非定常部や、光学部品としてのレンズなど、3次元形状を付与するための加工プロセスをモデル化し、更なる品質の安定化と向上を図るためには、一次元解析では不十分な可能性がある。

そこで本論文では、シリカガラスの粘性流動解析手法を検討する一環として、古典的モデルによる一軸変形の解析と、3次元熱流体プログラムによる粘性流動解析を行った結果を報告する。解析のモデルとしては、VAD法で作製した光ファイバ用シリカガラスを、加熱炉内で加熱成形してφ300mm(φ12インチ)以上に拡張するプロセスを検討した。

## 2. 加熱成形の古典的モデルによる解析

粘性体の一軸延伸変形については次式のように記述できることが知られている<sup>(2)</sup>。

$$f = 3\eta(T) \cdot S \cdot \frac{dv}{dz} \dots\dots\dots (*)$$

ここで、 $f$ は荷重または張力、 $T$ は温度、 $\eta(T)$ はガラス粘度、 $S$ は断面積、 $v$ は長手方向の変形速度、 $z$ は長手方向

軸を表す。

上式(\*)を元に数値計算を行うことで、**図1**に示すような任意の断面積 $S$ と厚さ $z$ のガラス円柱に、任意の加熱温度 $T$ と荷重 $F$ を印加した時の変形量の見積もりを可能とした。尚、シリカガラスの粘度 $\eta(T)$ については、別途貫入法<sup>(3)</sup>により1100℃～1500℃の温度範囲で実測した結果を用いた。

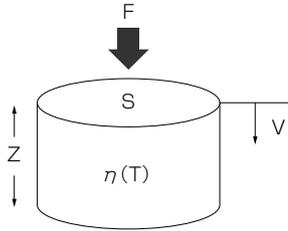


図1 加熱成形の解析モデル図

上述した数値計算結果を検証すべく、実際にシリカガラスサンプルを加熱成形させて、その際の変形量を測定した。加熱炉に変位モニタを備えた、加熱成形実験系の概要を**図2**に示す。ガラスサンプルへの荷重印加には錘を使用した。また、加熱炉上部に貫通孔を設けてガイド棒を通過させ、ポテンシオメータによりガラスサンプルの変位量をモニタした。

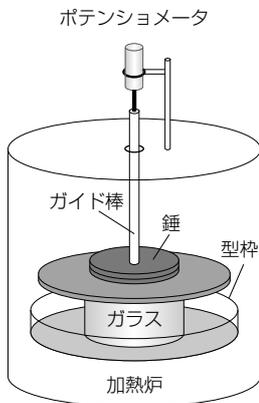


図2 加熱成形実験系の概要

**表1**に、使用したシリカガラスサンプル(実験用)の諸元を示す。**図2**に示した型枠を用いて、外径が150mmから305mmまで拡径するようにした。また、粘度に影響を及ぼすOH基の含有量は、5ppmのものを用いた。

また、**表2**に今回の加熱成形条件を示す。錘による静止荷重6.5kgを印加しながら、1800℃の最高到達温度で1時間保持することで、ガラスサンプルを加熱成形した。

表1 シリカガラスサンプル(実験用)の諸元

項目	加熱成形前	加熱成形後
外径	150mm	305mm
高さ	150mm	36mm
OH基含有量	5ppm	

表2 加熱成形条件

項目	条件
加熱温度	最高到達温度1800℃
荷重	6.5kg(一定)

**図3**に、ガラスサンプル変形量の計算値(破線)と実測値(プロット)の比較結果を示す。1550℃付近から変形が始まり、1800℃で変形(拡径)が完了するまでの軌跡が良く一致していることが分かる。こうした変形量のみの議論であれば、古典的モデルによる解析で十分予測可能なことが今回の実験で確認された。

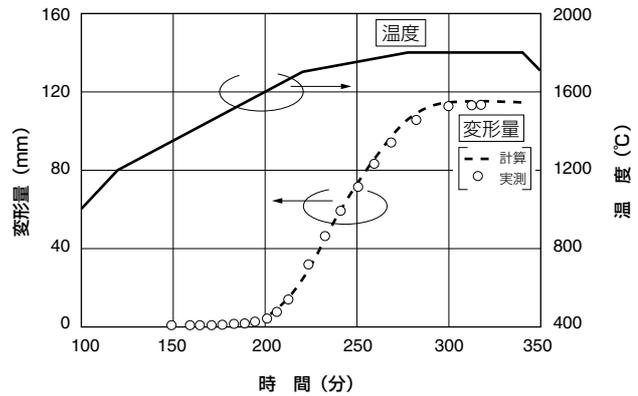


図3 ガラスサンプル変形量の計算値と実測値の比較

### 3. “FLOW-3D”を用いた粘性流動解析

前述の通り、古典的モデルを用いることで、加熱成形によるシリカガラスの変形量予測が可能なお見通しを得た。しかしながら、更にガラスの粘性流動現象を詳細に把握し、光学特性等の品質の安定化を図るためには、粘性流動解析を用いて変形挙動の詳細を調べることが必要になる。

今回のような加熱変形中のシリカガラスの粘性流動をシミュレーションするには、ガラス界面の大変形挙動・熱伝達を精度良く計算することがポイントになる。ガラス界面のモデル化手法としては、Lagrangian法やEuler法に代表

される“直接的表現法”と、VOF (Volume of Fluid) 法<sup>(4)</sup>に代表される“間接的表現法”の2種類がある。前者の直接的表現法は、界面形状に適合した要素を作成できるという長所があるが、大変形解析では要素のアスペクト比が大きくなると共に、計算精度が落ちるといった短所も合わせ持つことが知られている。一方、後者の間接的表現法は、大変形解析には有効であるが、ガラスを格子状に取り扱うために、境界近傍の流れや熱伝達の精度が不十分になることが懸念される。

そこで、これらの一長一短の問題を解決すべく、Flow Science社の流体解析シミュレータ“FLOW-3D”の適用を検討した。本シミュレータでは、直交格子をベースに、計算セルの一部をカットした滑らかな形状で表現するFAVOR (Fractional Area Volume Obstacle Representation) 法<sup>(5)</sup>を用いてVOF法を拡張しており、間接的表現法の利点はそのままで、壁近傍の流れや熱伝達を精度良く解くことができるという特徴を持っている。

本シミュレータは、3次元熱流体プログラムの一つとして、界面形状(自由表面)・相変化・圧縮性・流体/剛体との連成運動などの広範囲な流れを扱うことが可能であり、計算結果の妥当性に関する多くの報告例が紹介されている<sup>(6)</sup>。しかしながら、今回我々が解析対象としているシリカガラスのように、大型で高粘度の材料を対象とした解析例は、筆者らが知る限りでは見当たらない。以降では、我々が試みた解析例について紹介する。

### 3-1 解析の準備

#### (1) 解析条件

今回の解析は、“FLOW-3D”の軸対称モデルを用いてモデル化した。シリカガラスの粘度は温度に依存する形式で入力し、外部から温度条件を与えて粘度変化による変形を解析した。実際の加熱変形時間を反映させた解析は計算量が膨大となるため、時間を100倍スケールリング、すなわちガラスの粘度が1/100になるようにスケールリングして解析時間を低減することにした。100倍スケールリングの妥当性については次項で詳細に述べる。

#### (2) 時間スケールリングの検証

今回の解析で用いる時間スケールリングがどの程度まで許容できるか把握するため、表1のサンプル諸元を用い、静止荷重6.5kgのみで変形可能な低い粘度設定とする単純な

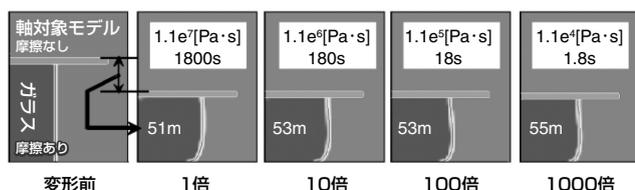


図4 時間スケールリングと変形量の関係

モデルで変位量を比較した。図4に、時間スケールリングと変形量の関係を示す。初期高さ150mmから、等倍(1倍)スケールリングで51mm変形した時のそれぞれの計算結果を見ると、10倍と100倍のスケールリングでは同じ53mmで等倍との変位差は2mm、1000倍のスケールリングになると変位差は4mmになった。従って、100倍スケールリングまでであれば実態と大きな乖離はないと考え、以降は計算負荷と精度の両面から、100倍スケールリングで解析を行うことにした。

### 3-2 粘性流動メカニズムの解析結果

加熱成形中のガラス全体の粘性流動メカニズムを把握するため、図5に示すようにサンプルに予め複数本のマーキングラインを付しておき、変形に伴ってこれらのラインが変化する様子を調査した。以降では、ガラスサンプル内の温度分布が均一な場合と、温度差が発生している場合の両方の調査結果について説明する。

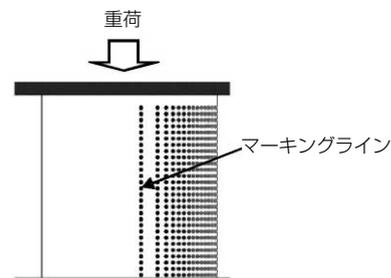


図5 粘性流動把握のためのマーキングライン

#### (1) サンプル内の温度が均一な場合

計算に用いたガラスサンプルの諸元は表1と同じで、荷重は6.5kg、サンプル内の温度は均一とした。結果を図6に示す。

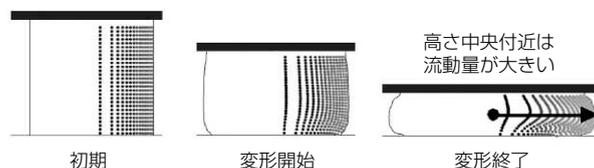


図6 加熱成形に伴う粘性流動の様子

図6から分かるように、サンプルの高さ中央付近において相対的に外周(図の横方向)への流動量が多くなっており、初期に外周付近にあった部分は底部に流れ込んでいる。これは、以下のように説明される。サンプル上面/天板間、

及びサンプル下面／底板間には摩擦力が働いており、特にサンプル下面には錘による荷重に加えて自重分（5.4kg）が上乗せされるため、サンプル上面／天板間よりも摩擦力が大きくなっている。そのため、初期に上面・下面付近にあった部分はこの摩擦力が粘性流動の逆方向に作用することから高さ中央付近に比べて粘性流動が起きにくく、特に摩擦力の大きいサンプル下面ではこれが顕著になるため、初期に外周付近にあったガラスが下面側へ流れ込んでくると考察される。

(2) サンプル高さ方向に温度分布がある場合

次に、これまで検討してきたサンプルサイズよりも縦横比の大きい、背の高いシリカガラスサンプルを加熱成形する場合について考察する。加熱成形中、ガラスサンプルは加熱炉のヒータからの輻射熱に加え、天板及び底板からの伝熱を受けるため、サンプルの上下付近と高さ中央付近で幾らかの温度差が発生していると推測される。この温度差は、鉛直方向に成形されずに初期の軸対称性が崩れるといったプロセス上及び品質上の不安定要因にもなり兼ねない。

表3 ガラスサンプル（温度差考察用）の諸元と荷重条件

項目	サイズ、条件
外径	170mm
高さ	320mm
荷重	11.0kg

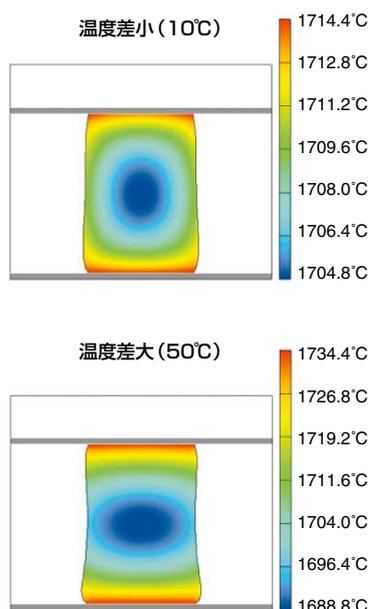


図7 上下付近と中央付近に温度差を付けた場合の変形開始直後の様子

そこで、今回は計算条件でサンプル上下面には熱伝導量を多く与えることで上下面と高さ中央付近との間に温度差を付けて解析を行い、その時の変形途中状態を比較した。計算に用いたサンプルの諸元を表3に示す。今回の荷重は11.0kgとした。

変形初期のガラスの変形、温度分布を図7に示す。温度差が10°Cの場合と50°Cの場合で、同一時間経過後の様子を比較した。いずれも相対的に中央付近の温度が低い、すなわち粘度が高い状態のため、上下面付近が先行して変形していく様子が窺える。温度差が10°C程度であっても、こうした状態を経由する可能性のあることが分かる。

引き続き、図6と同様にマーキングラインの変化の様子の違いを、サンプル上下面と高さ中央付近の温度差の大小で比較した。結果を図8に示す。温度差の大小で粘性流動の様子にも差異が見られた。温度差小（10°C）の場合は高さ中央付近の流動量が多く、マーキングラインが荷重方向と平行な部分が少なくなっているのに対し、温度差大（50°C）の場合は高さ中央付近の流動量が少なく、マーキングラインのほぼ平行な部分が多く残っていることが分かる。これは、先に述べた通り、上下面付近は高さ中央付近に比べて温度が高いために粘度が低くなり、前項で述べた天板及び底板との摩擦力に打ち勝って外周部への流動量が多くなる結果、相対的に高さ中央付近の流動量が少なくなっているため、と考えられる。このように、加熱炉内に温度分布を積極的に付与することで粘性流動を制御すれば、光学特性等の品質の安定化につながると示唆される。

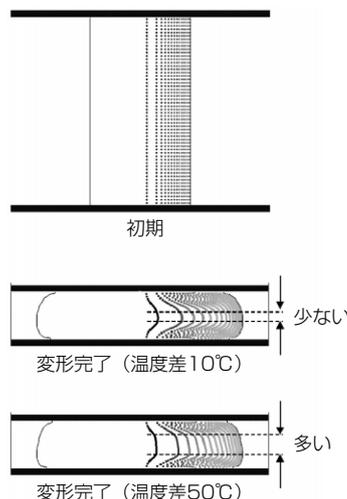


図8 サンプル高さ方向に温度分布を付けた場合の加熱成形による粘性流動の様子

## 4. 結 言

VAD シリカガラスの加熱成形による粘性流動の解析を行った。単純に荷重方向の一軸変形量のみを議論する場合は、従来の古典的モデルによる解析で十分予測が可能であることが分かった。また、後半では“FLOW-3D”を使ったシリカガラスの粘性流動解析例を紹介した。本ソフトは、加熱成形に伴う粘性流動の様子を把握するツールとして使用でき、ガラス品質の安定化に寄与できることが示唆された。

\* “FLOW-3D” は、米国 FLOW SCIENCE, INC. の米国及びその他の国における商標または登録商標です。

## 参 考 文 献 -----

- (1) 例えば、「非晶質シリカ材料応用ハンドブック 1999」
- (2) 例えば、U.C. Paek, et al., J. Appl. Phys., 49 (1978) 4417
- (3) 例えば、「日本金属学会誌」第 60 巻第 2 号 (1996) 184-191
- (4) C.W. Hirt and B.D. Nichols, “Volume of Fluid (VOF) Method for the Dynamics of Free Boundaries,” J. Comp. Phys., 39, 201, (1981) .
- (5) C.W. Hirt and J.M. Sicilian, “A Porosity Technique for the Definition of Obstacles in Rectangular Cell Meshes,” Proc. Fourth International Conf. Ship Hydro., National Academy of Science, Washington, DC (September 1985) .
- (6) 例えば、藤田ら、「Ni 基単結晶超合金のレーザー肉盛溶接部の結晶成長挙動」、溶接学会論文集, Vol. 26, No. 1, (2008) 97-104.  
他に、下記 Flow Science 社 HP に多数掲載  
[http://www.flow3d.com/resources/tech\\_paper/res\\_tp\\_main.html](http://www.flow3d.com/resources/tech_paper/res_tp_main.html)

## 執 筆 者 -----

横川 知行\* : 光通信研究所 光材料機能応用研究部  
主査  
光ファイバ、光ケーブルの研究開発に  
従事。電子情報通信学会正員。



榎本 正 : 光通信研究所 光材料機能応用研究部 主席  
山崎 卓 : 光通信研究所 光材料機能応用研究部 主査  
桑原 一也 : 光通信研究所 光材料機能応用研究部 主席  
古庄 勝 : 解析技術研究センター 主席 博士 (理学)  
真鍋 賢 : 解析技術研究センター

\*主執筆者