

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014年3月27日(27.03.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/046274 A1

- (51) 国際特許分類:
C03B 37/027 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/075611
- (22) 国際出願日: 2013年9月24日(24.09.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-209504 2012年9月24日(24.09.2012) JP
- (71) 出願人: 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 中西 哲也 (NAKANISHI, Tetsuya); 〒2448588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内 Kanagawa (JP). 小西 達也 (KONISHI, Tatsuya); 〒2448588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式

会社横浜製作所内 Kanagawa (JP). 桑原 一也 (KUWAHARA, Kazuya); 〒2448588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 中田 元己, 外 (NAKATA, Motomi et al.); 〒5540024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).

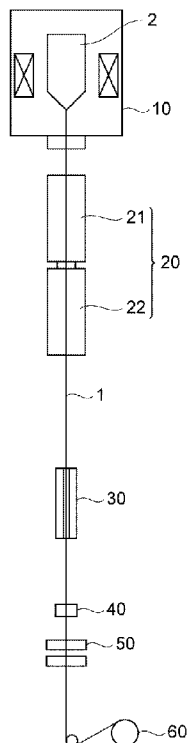
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,

[続葉有]

(54) Title: OPTICAL FIBER FABRICATION METHOD

(54) 発明の名称: 光ファイバの製造方法



(57) Abstract: An objective of the present invention is to provide a method whereby the fictive temperature is sufficiently reduced and it is possible to fabricate with high yield an optical fiber with low loss. In 70% or more of the region in the range from a first location wherein the glass outer diameter of the optical fiber reaches less than 500% of the final outer diameter to a second location wherein the temperature T of the optical fiber reaches 1400°C , the temperature of a furnace (20) is set such that, with $n=0$ being the first location and commencing from the fictive temperature $T_f(0)$ in the first location, the difference is within $\pm 100^{\circ}\text{C}$ of a target temperature $T(n)$ at each location n , the target temperature $T(n)$ being the temperature at which $T_f(n+1)$ reaches a minimum, $T_f(n+1)$ being derived by carrying out a calculation by the recursive formula $T_f(n+1)=T(n)+(T_f(n)-T(n))\exp(-\Delta t/\tau(T(n)))$, wherein $T_f(n)$ is the fictive temperature of the core at a given location n in a fiber drawing step and an annealing step, $T_f(n+1)$ is the fictive temperature of the core after a unit time Δt has elapsed, and $\tau(T(n))$ is the structural relaxation constant of the material of the core in the target temperature $T(n)$ at the location n .

(57) 要約: 仮想温度を十分に低減して低損失の光ファイバを生産性よく製造することができる方法を提供する。紡糸工程および徐冷工程における或る位置 n でのコアの仮想温度を $T_f(n)$ とし、単位時間 Δt 経過後のコアの仮想温度を $T_f(n+1)$ とし、位置 n での目標温度 $T(n)$ におけるコアの材料の構造緩和定数を $\tau(T(n))$ としたときに、光ファイバのガラス外径が最終外径の 500% より小さくなる第 1 位置から光ファイバの温度 T が 1400°C になる第 2 位置までの範囲のうち 70% 以上の領域において、第 1 位置を $n=0$ として第 1 位置における光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ から開始して漸化式「 $T_f(n+1)=T(n)+(T_f(n)-T(n))\exp(-\Delta t/\tau(T(n)))$ 」による計算を行って求められる $T_f(n+1)$ を最小とするような各位置 n での目標温度 $T(n)$ に対して $\pm 100^{\circ}\text{C}$ 以下の差となるように加熱炉 20 の温度を設定する。

WO 2014/046274 A1



MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラ
シア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッ
パ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK,
MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：光ファイバの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、光ファイバの製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 100 Gbit/s 以上の伝送速度に対応する高速光通信では、高い OSNR (Optical signal-to-noise ratio) が求められており、光伝送路として用いられる光ファイバには低損失性および低非線形性の要求が高まる。光ファイバの非線形屈折率を n_2 とし、光ファイバの実効断面積を A_{eff} とすると、光ファイバの非線形性は n_2/A_{eff} によって規定される。実効断面積 A_{eff} が大きいほどコアへの光パワーの集中が避けられるので、非線形性は低減される。ITU-T G.652 相当の汎用シングルモード光ファイバの実効断面積 A_{eff} は波長 1550 nm において約 $80 \mu m^2$ であるが、非線形性を低減した光ファイバとしては、実効断面積 A_{eff} が $110 \mu m^2$ 以上 $180 \mu m^2$ 以下の範囲であることが望ましい。

[0003] 一方、実効断面積 A_{eff} が大きくなると、マイクロバンド損失が大きくなり、ケーブル中に実装して使用するとき損失が大きくなる。光ファイバの屈折率構造、樹脂のヤング率および厚み等により異なるが、実効断面積 A_{eff} がマイクロバンドに与える影響を考慮した場合、実効断面積 A_{eff} は $100 \mu m^2$ 以上 $150 \mu m^2$ 以下であるのが好ましい。

[0004] 低損失化を図った光ファイバとして、不純物を実質的に含まない純シリカからなるコアを有する光ファイバ (PSCF) が知られている。しかし、この PSCF は一般に高価である。低損失および低非線形を実現することができる安価な光ファイバが求められる。一方、 GeO_2 がコアに添加された光ファイバ (GCF) は、 GeO_2 の濃度揺らぎにより PSCF よりレーリー散乱損失が大きいため、上述のような大容量通信に関して PSCF よりも劣ると考えられていた。

[0005] 特開 2006-58494 号公報は、GCF の損失を低減する徐冷技術を記載している。この技術は、線引炉の後段に徐冷のための加熱炉を設け、線引炉において光ファイバ母材を加熱溶融し紡糸して光ファイバを製造し、該光ファイバを徐冷炉において徐冷することで、ガラスファイバの仮想温度を低減し、光ファイバにおけるレーリー散乱を低減して低損失化を図ることが出来る。

[0006] 従来の徐冷技術は、光ファイバが線引き機で紡糸される過程において、連続的に光ファイバの温度履歴を適正化するものではない。また、光ファイバの外径変動を抑制しつつ、徐冷を行う適正な加熱方法について十分な適正化が行われていなかった。したがって、従来の徐冷技術は、光ファイバの低損失化を効率的に行うことができなかったり、徐冷のための加熱炉が必要以上に長くなったり、徐冷時間を長く確保するために線引速度を低下させたりして、生産性が低下する場合があった。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は、仮想温度を十分に低減して低損失の光ファイバを生産性よく製造することができる方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 目的を達成するため、 GeO_2 を含むシリカガラスからなるコアを有する光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する方法であって、線引炉において光ファイバ母材の一端を加熱溶融し紡糸して光ファイバとする紡糸工程と、紡糸工程で得られた光ファイバを線引炉における加熱温度より低い温度の加熱炉に通過させる徐冷工程とを備え、紡糸工程および徐冷工程における或る位置 n でのコアの仮想温度を $T_f(n)$ とし、単位時間 Δt 経過後のコアの仮想温度を $T_f(n+1)$ とし、位置 n での目標温度 $T(n)$ におけるコアの材料の構造緩和定数を $\tau(T(n))$ としたときに、光ファイバのガラス外径が最終外径の 500% より小さくなる第 1 位置から光ファイバの温度 T が 1400℃ になる第 2 位置までの範囲のうち 70% 以上の領域において、第 1 位置を $n=0$ と

して第1位置における光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ から開始して漸化式

$$T_f(n+1) = T(n) + (T_f(n) - T(n)) \exp(-\Delta t / \tau(T(n)))$$

による計算を行って求められる $T_f(n+1)$ を最小とするような各位置 n での目標温度 $T(n)$ に対して $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下の差となるように加熱炉の温度を設定する。

[0009] 本発明の光ファイバの製造方法では、線引炉において紡糸された後に温度 500°C 以下の気体と触れる位置における光ファイバの断面方向の平均温度が 1650°C 以下であってもよい。また、光ファイバの外径における長手方向の変動量の 3σ が $\pm 0.2\mu\text{m}$ 以下であってもよい。

[0010] 本発明の第二態様に係る光ファイバの製造方法は、 GeO_2 を含むシリカガラスからなるコアを有する光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する方法であって、線引炉において光ファイバ母材の一端を加熱溶融し紡糸して光ファイバとする紡糸工程と、紡糸工程で得られた光ファイバを線引炉における加熱温度より低い温度の加熱炉に通過させる徐冷工程とを備え、加熱炉に入線するときの光ファイバの温度を $1,400^\circ\text{C}$ 以上 $1,650^\circ\text{C}$ 以下とし、光ファイバのガラス外径が最終外径の 500% より小さく且つ温度 1700°C 以上の位置で光ファイバの冷却速度を $10,000^\circ\text{C}/\text{s}$ 以上とし、光ファイバの温度が $1,400^\circ\text{C}$ 以上 $1,600^\circ\text{C}$ 以下の位置で光ファイバの冷却速度を $5,000^\circ\text{C}/\text{s}$ 以下とする。

[0011] 第2態様の光ファイバの製造方法では、徐冷工程における徐冷領域の長さが 1.5m 以上であってもよい。徐冷工程で用いる加熱炉として上部加熱炉および下部加熱炉を設け、上部加熱炉の内周面温度より下部加熱炉の内周面温度を高くしてもよい。具体的には、 50°C 以上高くしてもよい。また、下部加熱炉を通過するときの光ファイバの仮想温度に対して $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下の差となるよう下部加熱炉の内周面温度を設定してもよい。

[0012] 第1または第2態様の光ファイバの製造方法では、徐冷工程の後の光ファイバを重水素ガス雰囲気曝す重水素処理工程を更に備えてもよい。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、仮想温度を十分に低減して低損失の光ファイバを生産性よく製造することができる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明の光ファイバの断面図である。

[0015] [図2]図1の光ファイバを製造する線引装置の構成の例を示す概念図である。

[0016] [図3]シリカガラスのラマンスペクトルを示すグラフである。

[0017] [図4]仮想温度 $T_f(n)$ 、仮想温度 $T_f(n+1)$ および温度 T の間の関係について説明するグラフである。

[0018] [図5]各位置での光ファイバの目標温度 $T(n)$ を求める手順を示すフローチャートである。

[0019] [図6]汎用的なシングルモード光ファイバの場合の適正な徐冷熱履歴の導出結果を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、添付図面を参照して、本発明を実施するための形態を詳細に説明する。なお、図面の説明において同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

[0021] 図1は、本発明の光ファイバ1の断面図である。光ファイバ1は、石英系光ファイバであって、中心軸を含む中心コア11と、中心コア11を囲む光学クラッド12と、光学クラッド12を囲むジャケット13とを備える。

[0022] 光学クラッド12の屈折率が基準とされて、中心コア11およびジャケット13それぞれの相対屈折率差が記述される。中心コア11の屈折率は、ESI (Equivalent step index) 屈折率で記述される。光学クラッド12とジャケット13との境界における屈折率の径方向変化の微分値が最大となる径を光学クラッド12の外径と定義し、ジャケット13の屈折率は、光学クラッド12の外径からガラスの最外周までの屈折率の平均値が用いられる。

[0023] 光ファイバ1は、 GeO_2 を含む中心コアを有し、屈折率構造がステップ型、W型、トレンチ型、リングコア型のいずれであっても構わない。屈折率構造がW型、トレンチ型、リングコア型である場合、伝搬する光のパワーの大

部分を占めモードフィールドを実質的に決定する屈折率構造部を中心コアと定義し、その中心コアを取り囲む部位を光学クラッドとする。

[0024] 中心コア 11 は、更にフッ素元素を含んでいてもよい。光学クラッド 12 は、中心コア 11 の屈折率より低い屈折率を有する。光学クラッド 12 は、純シリカガラスであってもよいし、フッ素元素が添加されたシリカガラスからなってもよい。ジャケット 13 は、シリカガラスで構成され、塩素元素を含んでいてもよく、塩素元素以外の不純物を実質的に含まない。

[0025] 光ファイバ 1 のレーリー散乱を低減することで、光ファイバ 1 の損失を低減することができる。レーリー散乱を低減するには、光ファイバ 1 のガラスの仮想温度を低減することが有効である。ガラスの仮想温度の低減する方法として以下のような第 1 の方法および第 2 の方法がある。

[0026] 光ファイバ 1 のガラスの仮想温度を低減する第 1 の方法は、光ファイバ母材を線引して光ファイバ 1 を製造する際に、紡糸された光ファイバの冷却速度を遅くすることで、ガラスのネットワークの構造緩和を進めて、ガラスの仮想温度を低減する方法（徐冷法）である。また、光ファイバ 1 のガラスの仮想温度を低減する第 2 の方法は、中心コア 11 の構造緩和を促進しつつ光吸収により伝送損失を増大しない微量の添加物を中心コア 11 に添加して、ガラスの仮想温度を低減する方法である。

[0027] 光ファイバ 1 は、第 1 の方法および第 2 の方法のいずれによりレーリー散乱が低減されてもよく、また、両方法が適宜に組み合わせられてレーリー散乱が低減されてもよい。以下では徐冷法について説明する。

[0028] 図 2 は、光ファイバ 1 を製造する線引装置の構成の例を示す概念図である。線引装置は、線引炉 10、加熱炉 20、強制冷却部 20、ダイス 40、UV 炉 50 および巻き取りポビン 60 を備える。加熱炉 20 は、上部加熱炉 21 および下部加熱炉 22 を含む。この線引装置により光ファイバ母材 2 が線引されて光ファイバ 1 が製造される。

[0029] 光ファイバ 1 の製造方法は以下のとおりである。まず、VAD、OVD、MCVD、PCVD といった気相ガラス合成法により光が導波するコアと光

学クラッドとを作成し、該光学クラッドの周囲にVAD、OVD、APVD、ロッドインコーラプス法やそれに類する方法によりジャケット層を形成して、光ファイバ母材2を形成する。このようにして作成した光ファイバ母材2を線引タワーに把持し、線引炉10において下端部を作業点以上の温度に加熱して熔融させ、自重で引き伸ばす。伸びて落下してくるガラスを適宜延伸して紡糸し、紡糸した光ファイバの外径を制御しながら、樹脂を付着させるダイス40、樹脂を硬化させるUV炉50等を経て光ファイバ素線となし、その光ファイバ素線を巻き取りポビン60により巻き取る。

[0030] 一般的に光ファイバ1ではジャケット13の外周に樹脂被覆層が設けられる。樹脂被覆層は、2層構造を有しており、外力が直接にガラスファイバに伝わらないようにする一次被覆層と、外傷を防止する二次被覆層とを含む。それぞれの樹脂層を塗布するダイス40は紡糸工程において直列的に配置されても良い。また、2層を同時に排出するダイス40により塗布しても良く、この場合、線引タワーの高さを低くすることができるので、線引建屋の建造コストを軽減することができる。

[0031] また、紡糸後のガラスファイバの冷却速度を制御する加熱炉20を線引炉10とダイス40との間に設けることで、ダイス40に入る際のガラスファイバの表面温度を好適な温度に制御することができる。冷却速度を制御する装置内に流すガスのレイノルズ数は低いほうが、紡糸したファイバへ与えられる乱流の発生による振動が軽減されるので望ましい。また、ガラスファイバの冷却速度を制御することで、レーリー散乱を低減し、伝送損失の低い光ファイバを得ることができる。

[0032] 樹脂を硬化させるためのUV炉40は、UV光の強度のほかに炉内部の温度をフィードバック制御することで、樹脂の硬化速度を適切に制御することができる。UV炉40としては、マグネトロンや紫外LEDが好適に用いられる。紫外LEDを用いる場合は、光源そのものは発熱しないので、炉内の温度が適切になるように温風を入れる機構が別途備えられる。また、樹脂から脱離する成分がUV炉40の炉心管の内面に付着し、被覆層に到達するU

V光のパワーが線引中に変わるので、予め線引中のUV光パワーの減少度合いをモニタし、被覆層に照射されるUV光のパワーが一定となるように、線引時間によりUV光パワーを調節しても良い。また、炉心管から漏れ出るUV光をモニタして、被覆層に照射されるUV光のパワーが一定となるように制御しても良い。これにより、光ファイバ全長において均質な光ファイバの破断強度を得ることができる。

[0033] 2層の被覆層のうち二次被覆層の厚さは、耐外傷性を保持できるよう、適切に設定することが好ましい。一般に、二次被覆層の厚みは、 $10\mu\text{m}$ 以上、更に好ましくは $20\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。

[0034] このようにして製造され巻き取りボビンにより巻き取られた光ファイバ1は、必要に応じて被覆層に着色され、光ケーブルや光コードといった最終製品として使用される。

[0035] 本実施形態では、線引炉10において紡糸された光ファイバ1は、線引炉10を出た後に加熱炉20を経てダイス40に入る。加熱炉20は、熔融された光ファイバ母材2の下端部において光ファイバ1の最終外径（一般的には $125\mu\text{m}$ ）の500%以下の径となる部分から、紡糸された光ファイバが温度 1400°C になる部分までを、連続的に $1000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上 $10000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下の冷却速度で冷却する。加熱炉20は、線引炉10の下部であって紡糸された光ファイバ1が実質的に線引炉10から出る面（線引炉出口）より下部に設けられている。線引炉10の出口から加熱炉20に入り口までの距離は1m以下である。線引炉10の出口から加熱炉20の入り口までの間は、紡糸された光ファイバ1の温度の低下を防止する保温構造となることが望ましい。加熱炉20に入る際の光ファイバ1の温度は、 1000°C 以上であることが好ましく、更に好ましくは 1400°C 以上である。

[0036] これにより、加熱炉20において光ファイバ1が再加熱され実質的に構造緩和できる温度（一般にはガラス転移点以上の温度）まで上昇するまでの加熱炉20の長さを短くすることができ、構造緩和時間をより長く取ることができる。加熱炉20の長さLは、線引速度Vとしたときに、 L/V が0.05

s 以上となるように設定される。加熱炉 20 は複数の炉 21, 22 から構成されていることが望ましい。これにより、光ファイバ 1 の冷却速度を長手方向で変化させることができる。このような加熱炉 20 を用いて光ファイバを製造することで、レーリー散乱が低減された光ファイバを得ることができる。

[0037] L/V を大きくすることにより、ガラスの仮想温度の低減を図ることができる。但し、本願出願時の技術水準に基づいて経済合理性を考慮した場合、線引速度 V は 30 m/s 以上であることが好ましい。例えば、 $L/V = 0.2 \text{ s}$ を実現する場合、加熱炉の長さ L は 6 m であることが必要となる。更に高速の線引を行う場合は、加熱炉 20 の長さ L が長尺化して、作業性が低下し、或いは、線引装置の全高を高くする必要から、設備投資額の増大を伴う。このように、作業性、設備投資額の抑制、製造線速、低損失性の両立には一定のトレードオフが存在するので、効率的に徐冷を行い、必要となる加熱炉 20 の長さ L を短くすることが経済的な製造条件の確立の上で重要となる。

[0038] 図 3 は、シリカガラスのラマンスペクトルを示すグラフである。 525 cm^{-1} 以上 475 cm^{-1} 以下の波数範囲にベースラインを引き、このベースラインとスペクトルとの間に挟まれた D1 ピーク面積を算出する。また、 880 cm^{-1} 以上 740 cm^{-1} 以下の波数範囲にベースラインを引き、このベースラインとスペクトルとの間に挟まれた 800 cm^{-1} ピーク面積を算出する。そして、 800 cm^{-1} ピーク面積に対する D1 ピーク面積の比と、予めバルクガラス等を用いて IR 法 (D.-L. Kim, et al., J. Non-Cryst. Solids, Vol. 286, pp. 136-138 (2001) 参照) により測定しておいた仮想温度との関係を用いて、シリカガラスの仮想温度を求めることができる。光ファイバの仮想温度は、光ファイバを構成する各部位のシリカガラスの顕微ラマン散乱スペクトルを測定し、上記の方法を用いることにより評価することができる。

[0039] 仮想温度 $T_f(n)$ 、仮想温度 $T_f(n+1)$ および温度 T の間の関係について説明するグラフ (図 4) を用いて、本実施形態の光ファイバの製造方法における徐冷について説明する。本実施形態の光ファイバの製造方法は、線引炉 10

において光ファイバ母材２の一端を加熱溶融し紡糸して光ファイバ１とする紡糸工程と、紡糸工程で得られた光ファイバ１を線引炉１０における加熱温度より低い温度の加熱炉２０に通過させる徐冷工程とを備え、以下のような徐冷を行う。

[0040] ガラス構造の緩和の速度を示す構造緩和定数 τ は、材料および温度 T に依存し、(１)式で表される。

$$\tau(T) = A \exp(E_a / k_B T) \quad \dots(1)$$

ここで、 A は定数であり、 E_a は活性化エネルギーであり、 k_B はボルツマン定数である。

[0041] 紡糸工程および徐冷工程における或る位置 n でのコアの仮想温度を $T_f(n)$ とし、単位時間 Δt 経過後のコアの仮想温度を $T_f(n+1)$ とし、位置 n での目標温度を $T(n)$ としたとき、(２)式の漸化式が成り立つ。この漸化式の関係を示したものが図４である。

$$T_f(n+1) = T(n) + (T_f(n) - T(n)) \exp(-\Delta t / \tau(T(n))) \quad \dots(2)$$

[0042] (２)式によれば、図４に示されるように、温度 T が低すぎる場合、構造緩和定数 τ が大きくなり構造緩和の時間が長くなるので、単位時間経過後の仮想温度 $T_f(n+1)$ は高くなる。一方、温度 T が高すぎる場合、仮想温度が平衡する温度が高くなるので、単位時間経過後の仮想温度 $T_f(n+1)$ は高くなる。このように、温度 T が低すぎても高すぎても単位時間経過後の仮想温度 $T_f(n+1)$ は高くなる。単位時間経過後の仮想温度 $T_f(n+1)$ が最低となる温度 T が存在する。

[0043] 従来では、温度 T の適正化は、加熱炉２０内を通過中の光ファイバに対して実施されており、加熱炉２０に入線する前の光ファイバに対しては実施されていなかった。本実施形態では、光ファイバのガラス外径が最終外径の５００％より小さくなる第１位置から光ファイバの温度 T が１４００℃になる第２位置までの範囲のうち７０％以上の領域において、光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ が効果的に低下するように加熱炉２０の温度を設定する。具体的に

は、第1位置を $n=0$ として第1位置における光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ から開始して上記漸化式による計算を行って求められる各位置 n での $T_f(n+1)$ を最小とするような目標温度 $T(n)$ に対して $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下（好ましくは、 $\pm 50^\circ\text{C}$ 以下）の差となるように加熱炉20の温度を設定する。

[0044] 図5は、各位置での光ファイバの目標温度 $T(n)$ を求める手順を示すフローチャートである。初めに、第1位置（ $n=0$ ）における光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ をとる（STEP 1）。ここで、第1位置では、 $\tau(T)$ は小さいので、仮想温度 $T_f(0)$ と実際の温度 T とはほぼ等しい。次に、単位時間 Δt 経過後のコアの仮想温度 $T_f(1)$ が最低となるような目標温度 $T(0)$ を数値解析または解析的に求める（STEP 2）。同様に、或る位置 n でのコアの仮想温度 $T_f(n)$ に対し、単位時間 Δt 経過後のコアの仮想温度 $T_f(n+1)$ が最低となるような目標温度 $T(n)$ を求める。このような処理を、光ファイバのガラス外径が所定外径となる第1位置から開始し、目標温度 $T(n)$ が所定温度以下（STEP 3）になる第2位置で終了する（STEP 4）。そして、目標温度 $T(n)$ に対して $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下（好ましくは、 $\pm 50^\circ\text{C}$ 以下）の差となるように加熱炉20の温度を設定する（STEP 5）。

[0045] 処理を開始する第1位置は、光ファイバのガラス外径が最終外径の500%より小さくなる位置とし、好ましくは、光ファイバのガラス外径が最終外径の200%より小さくなる位置とする。これにより光ファイバの外径の制御性を損なうことなく徐冷を行うことができる。処理を終了する第2位置は、光ファイバの目標温度が 1400°C になる位置とする。これにより十分に仮想温度を低下させることができる。

[0046] このように目標温度を求めることで、ある材料において仮想温度が最も効率良く低減するときに光ファイバが経験すべき温度履歴を求めることができ、レーリー散乱の低減した光ファイバを得ることができる。それ故、所定の伝送損失を得るのに必要な徐冷時間を短縮し、徐冷加熱炉長を短くすることができる。

[0047] 急激に温度が変化する位置においては乱流が発生し、光ファイバに与えら

れる温度の冷却効率がランダムに変化する。このとき、光ファイバの粘性が低い場合、光ファイバの外径が変動する。そこで、光ファイバが線引炉 10 により紡糸されてから最初に温度 500℃以下の気体と触れる位置における光ファイバの断面方向の平均温度は 1650℃以下であることが望ましい。より好ましくは 1550℃以下である。このようにすることにより、線径変動を 3σ で $\pm 0.2\mu\text{m}$ 以下程度まで防止しつつ、仮想温度を低減できる。

[0048] 図 6 は、汎用的なシングルモード光ファイバの場合の適正な徐冷熱履歴の導出結果を示すグラフである。3.5 mol% の GeO_2 を添加したコアを有する汎用的なシングルモード光ファイバでは、(1) 式中のパラメータの値は、 $A = 0.8 \times 10^{-15}$ 、 $E_a = -4.67\text{eV}$ である。図 6 に示されるように、適正な徐冷熱履歴では、光ファイバ温度が高いときは光ファイバを急速に冷却し、光ファイバ温度が低くなるに従い光ファイバの冷却速度を遅くすることが仮想温度の低減に有用である。

[0049] 汎用のシングルモード光ファイバ (ITU-T G.652) に相当する光学特性を得ようとした場合、コアの GeO_2 の添加濃度は凡そ 3.0 mol% 以上 4.0 mol% 以下である。この場合、図 6 に示される適正な徐冷熱履歴となるように光ファイバを徐冷すれば、仮想温度の予測バラツキは $\pm 50^\circ\text{C}$ 以内に収まる。但し、 $\tau(T)$ は、コアへの付加的な添加物およびジャケットの組成によっても変化する。光ファイバ母材の組成により $\tau(T)$ を実験的に求め、上記の手法を用いることで、どのような組成の光ファイバ母材でも仮想温度を効率良く低減する徐冷熱履歴を導出することができる。

[0050] 実際の線引工程および徐冷工程では、導出した目標温度履歴に近くなるように光ファイバの温度を設定するほど、効率良く光ファイバの仮想温度を低減することができる。好ましくは、線引中の領域における 70% 以上の領域で、導出した目標温度履歴に対する実際の温度の差が $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下となるように線引することで、光ファイバの仮想温度を効率良く低減することができる。更に好ましくは温度の差は $\pm 50^\circ\text{C}$ 以下である。

[0051] 図 6 に示される理想的な温度プロファイルのとおり光ファイバの温度を

制御することが望ましいが、精密に光ファイバの温度を制御するのは困難な場合がある。その場合は、 1700°C 以上の温度範囲および 1400°C 以上 1600°C 以下の温度範囲それぞれにおいて、平均冷却速度を求め、光ファイバ温度がこの平均冷却速度で冷却されるように制御する。図6を例とした場合、光ファイバ温度が 1700°C 以上の領域における平均冷却速度は $10000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ であり、光ファイバ温度が 1400°C 以上 1650°C 以下の領域における平均冷却速度は $5000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下（より好ましくは 3000°C 以下）である。なお、この適正熱履歴の時間依存性は、線速に拠らず一定であるので、線速に応じて必要な加熱炉の長さや設置位置を修正すればよい。

[0052] 加熱炉20への入線温度は 1400°C 以上であることが望ましい。これにより、光ファイバの温度が過度に低下して緩和定数が大きくなるのを防止することができる。また、加熱炉20への入線温度は 1650°C 以下であることが望ましい。これにより、温度の変化点における温度を十分に小さくでき、線径変動を $0.15\mu\text{m}$ 以下に抑制できる。

[0053] 図6より、理想的には 0.05 s 以上の適切な徐冷熱履歴を光ファイバに与えることにより、光ファイバの仮想温度を 1560°C 以下に低減でき、波長 $1.55\mu\text{m}$ における伝送損失を $0.182\text{ dB}/\text{km}$ 以下にできる。このとき、経済的な光ファイバを得るのに必要な $30\text{ m}/\text{s}$ 以上の製造線速では、徐冷領域（目標温度に対して $\pm 100^{\circ}\text{C}$ 以下とする領域）は 1.5 m 以上が必要となる。一方、徐冷領域が長すぎる場合、線引タワーの全高を高くする必要が生じ、作業性が低下し、建設コストが増大するので、望ましくない。徐冷加熱炉の長さは 8 m 以下、より好ましくは 5 m 以下、更に好ましくは 2 m 以下であることが望ましい。

[0054] 加熱炉20内の温度は $5000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下の冷却速度とすることが望ましく、下部に進むに従い光ファイバ温度は徐々に低くなることが望ましい。一方、実際の製造においては、加熱炉20内に煙突効果により上昇気流が生じるので、加熱炉20の下部より室温に近いガスが加熱炉20内に流入し、加熱炉20内で実質的に光ファイバが接触するガス温度が低下する。一方、上

部に向かうに従い、流入したガスの温度が上昇し、加熱炉20の内周面温度に近づく。そこで、相対的に、上部加熱炉21の内周面温度より下部加熱炉22の内周面温度を高くすることで、上昇気流による冷却効果を補償することが出来るため、適正な徐冷温度履歴を得ることができる。好ましくは、上部加熱炉21の内周面温度より下部加熱炉21の内周面温度を50℃以上高くすることが望ましい。

[0055] 紡糸された光ファイバの仮想温度に対し下部加熱炉22の内周面温度を±100℃以下（より好ましくは±50℃以下）とすることで、簡便に理想的な徐冷熱履歴に近似させることができる。

[0056] 本実施形態の光ファイバの製造方法によれば、波長1550nmにおける伝送損失が0.182dB/km以下（好ましくは0.179dB/km以下）に低減された光ファイバを経済的に得ることができ、また、波長1383nmにおけるOH基による伝送損失の増加が0.02dB/km以下に低減された光ファイバを経済的に得ることができる。

[0057] 加熱炉20から強制冷却部30までの距離が短く、強制冷却部30への光ファイバ入線温度が1200℃以上となった場合、光ファイバの耐水素特性が悪化する場合がある。そこで、光ファイバを重水素ガス雰囲気曝す重水素処理工程を更に備えることにより、水素拡散による伝送損失の増加を防止しつつ、低損失な光ファイバを得ることができる。

産業上の利用可能性

[0058] 低損失であることが要求される光伝送路に好適である。

先行技術文献

非特許文献

[0059] 非特許文献1：S. Sakaguchi, et al., Applied Optics, Vol.37, Issue 33, pp.7708-7711 (1998)

非特許文献2：K. Saito, et al., J. Am. Ceram. Soc., Vol.89[1], pp.65-69 (2006)

非特許文献3：信学技法IEICE Technical ReportOFT2007-19 (2007-8)

請求の範囲

[請求項1]

GeO_2 を含むシリカガラスからなるコアを有する光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する方法であって、

線引炉において前記光ファイバ母材の一端を加熱溶融し紡糸して光ファイバとする紡糸工程と、

前記光ファイバを前記線引炉における加熱温度より低い温度の加熱炉に通過させる徐冷工程とを備え、

前記紡糸工程および前記徐冷工程における或る位置 n での前記コアの仮想温度を $T_f(n)$ とし、単位時間 Δt 経過後の前記コアの仮想温度を $T_f(n+1)$ とし、位置 n での目標温度 $T(n)$ における前記コアの材料の構造緩和定数を $\tau(T(n))$ としたときに、前記光ファイバのガラス外径が最終外径の 500% より小さくなる第 1 位置から前記光ファイバの温度 T が 1400℃ になる第 2 位置までの範囲のうち 70% 以上の領域において、前記第 1 位置を $n=0$ として前記第 1 位置における前記光ファイバの仮想温度 $T_f(0)$ から開始して漸化式

$$T_f(n+1) = T(n) + (T_f(n) - T(n)) \exp(-\Delta t / \tau(T(n)))$$

による計算を行って求められる $T_f(n+1)$ を最小とするような各位置 n での目標温度 $T(n)$ に対して $\pm 100^\circ\text{C}$ 以下の差となるように前記加熱炉の温度を設定する光ファイバの製造方法。

[請求項2]

前記線引炉において紡糸された後に温度 500℃ 以下の気体と触れる位置における前記光ファイバの断面方向の平均温度が 1650℃ 以下である請求項 1 に記載の光ファイバの製造方法。

[請求項3]

前記光ファイバの外径における長手方向の変動量の 3σ が $\pm 0.2 \mu\text{m}$ 以下である

請求項 1 または 2 に記載の光ファイバの製造方法。

[請求項4]

GeO_2 を含むシリカガラスからなるコアを有する光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する方法であって、

線引炉において前記光ファイバ母材の一端を加熱溶融し紡糸して光ファイバとする紡糸工程と、

前記光ファイバを前記線引炉における加熱温度より低い温度の加熱炉に通過させる徐冷工程と
を備え、

前記加熱炉に入線するときの前記光ファイバの温度を $1,400^{\circ}\text{C}$ 以上 $1,650^{\circ}\text{C}$ 以下とし、

前記光ファイバのガラス外径が最終外径の 500% より小さく且つ温度 1700°C 以上の位置で前記光ファイバの冷却速度を $10,000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上とし、

前記光ファイバの温度が $1,400^{\circ}\text{C}$ 以上 $1,600^{\circ}\text{C}$ 以下の位置で前記光ファイバの冷却速度を $5,000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下とする
光ファイバの製造方法。

[請求項5] 前記徐冷工程における徐冷領域の長さが 1.5 m 以上である
請求項4に記載の光ファイバの製造方法。

[請求項6] 前記徐冷工程で用いる前記加熱炉として上部加熱炉および下部加熱炉を設け、前記上部加熱炉の内周面温度より前記下部加熱炉の内周面温度を高くする
請求項4に記載の光ファイバの製造方法。

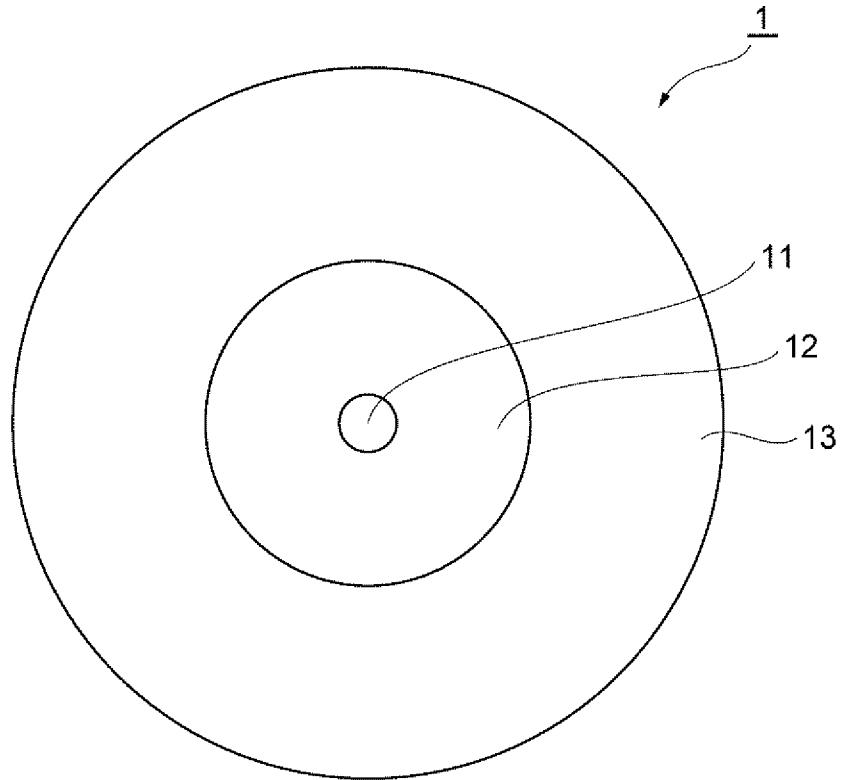
[請求項7] 前記徐冷工程で用いる前記加熱炉として上部加熱炉および下部加熱炉を設け、前記上部加熱炉の内周面温度より前記下部加熱炉の内周面温度を 50°C 以上高くする
請求項4に記載の光ファイバの製造方法。

[請求項8] 前記下部加熱炉を通過するときの前記光ファイバの仮想温度に対して $\pm 100^{\circ}\text{C}$ 以下の差となるよう前記下部加熱炉の内周面温度を設定する請求項6または7に記載の光ファイバの製造方法。

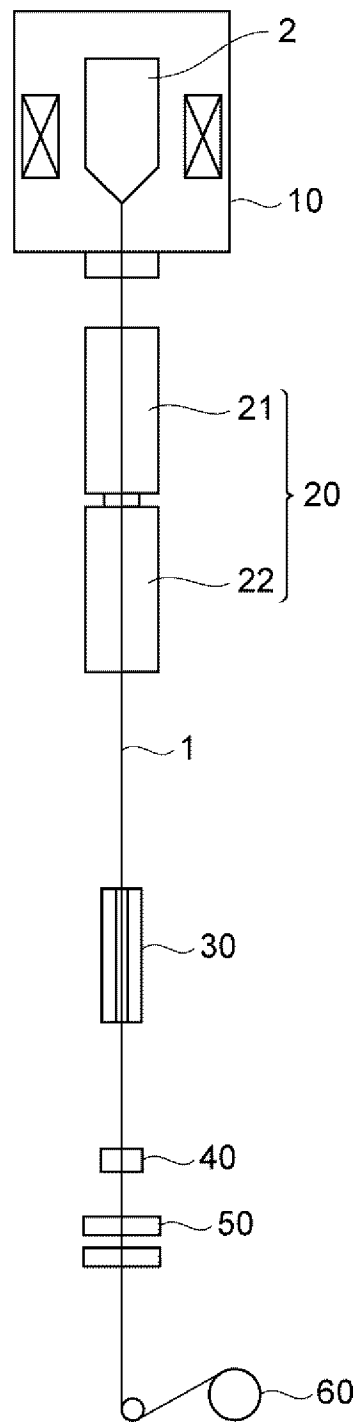
[請求項9] 前記徐冷工程の後の光ファイバを重水素ガス雰囲気曝す重水素処理工程を更に備える

請求項 1 または 4 に記載の光ファイバの製造方法。

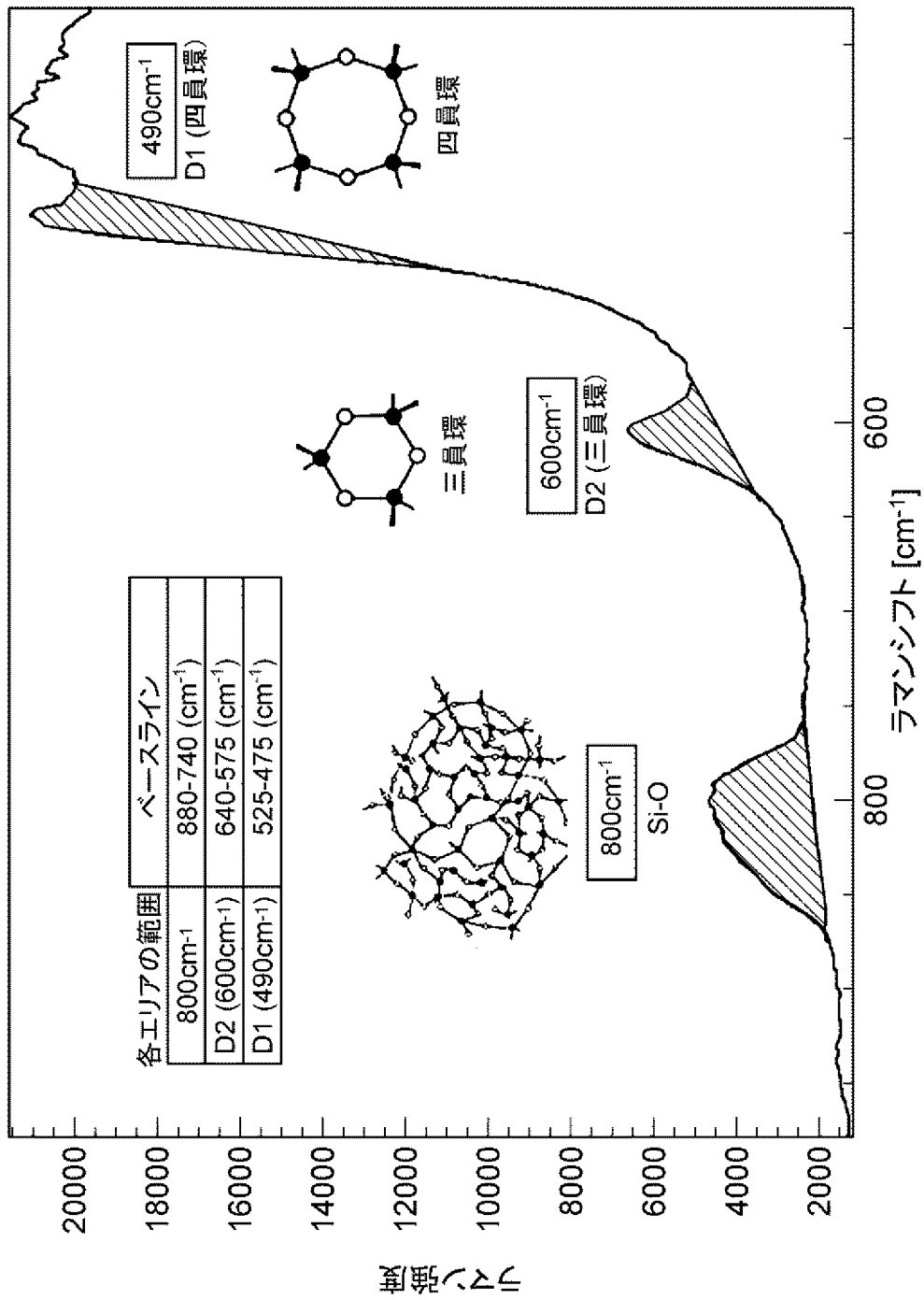
[図1]



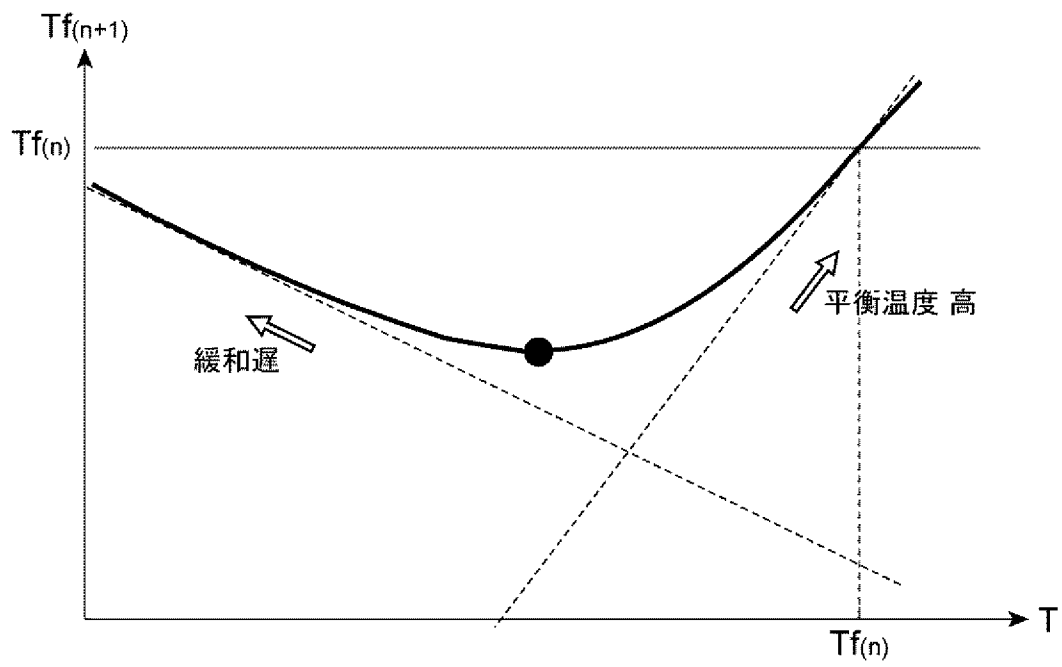
[図2]



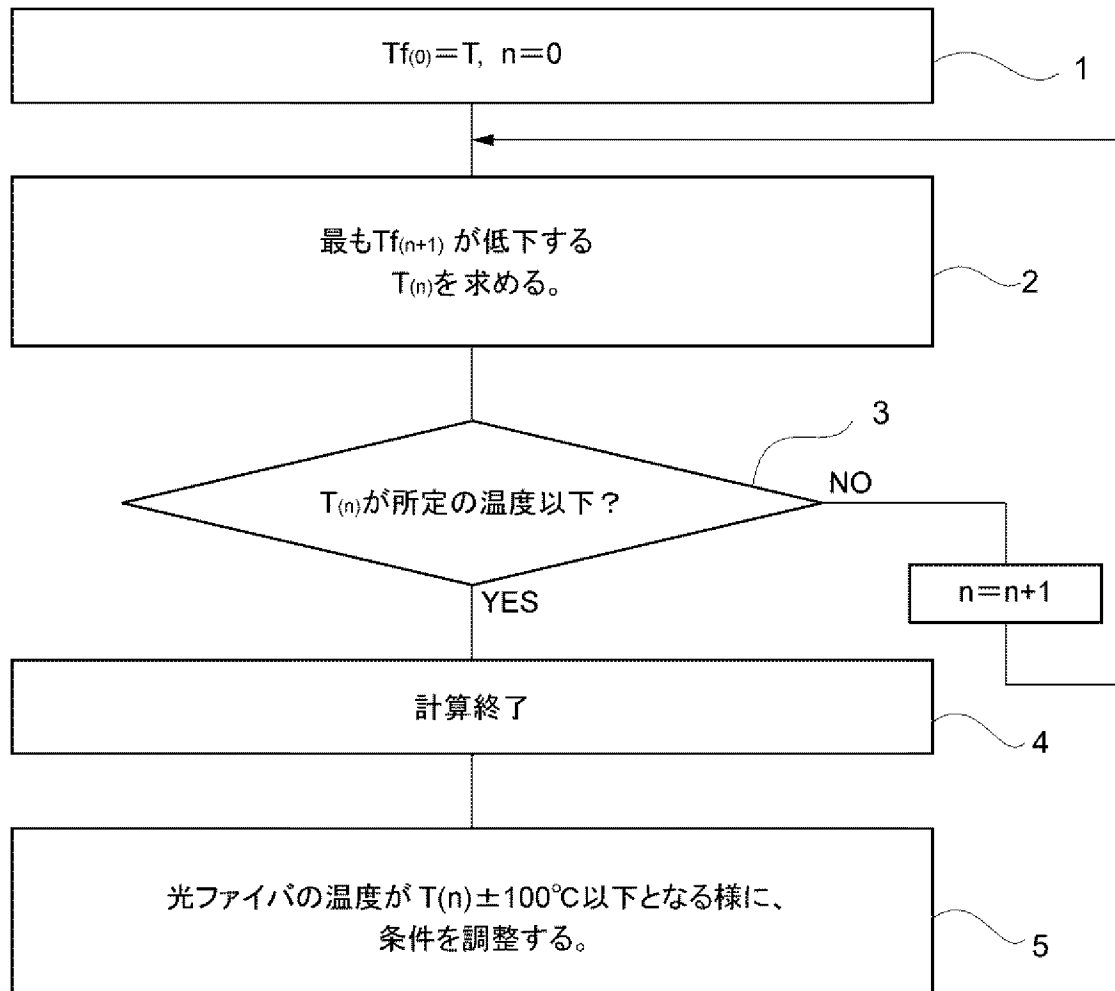
[図3]



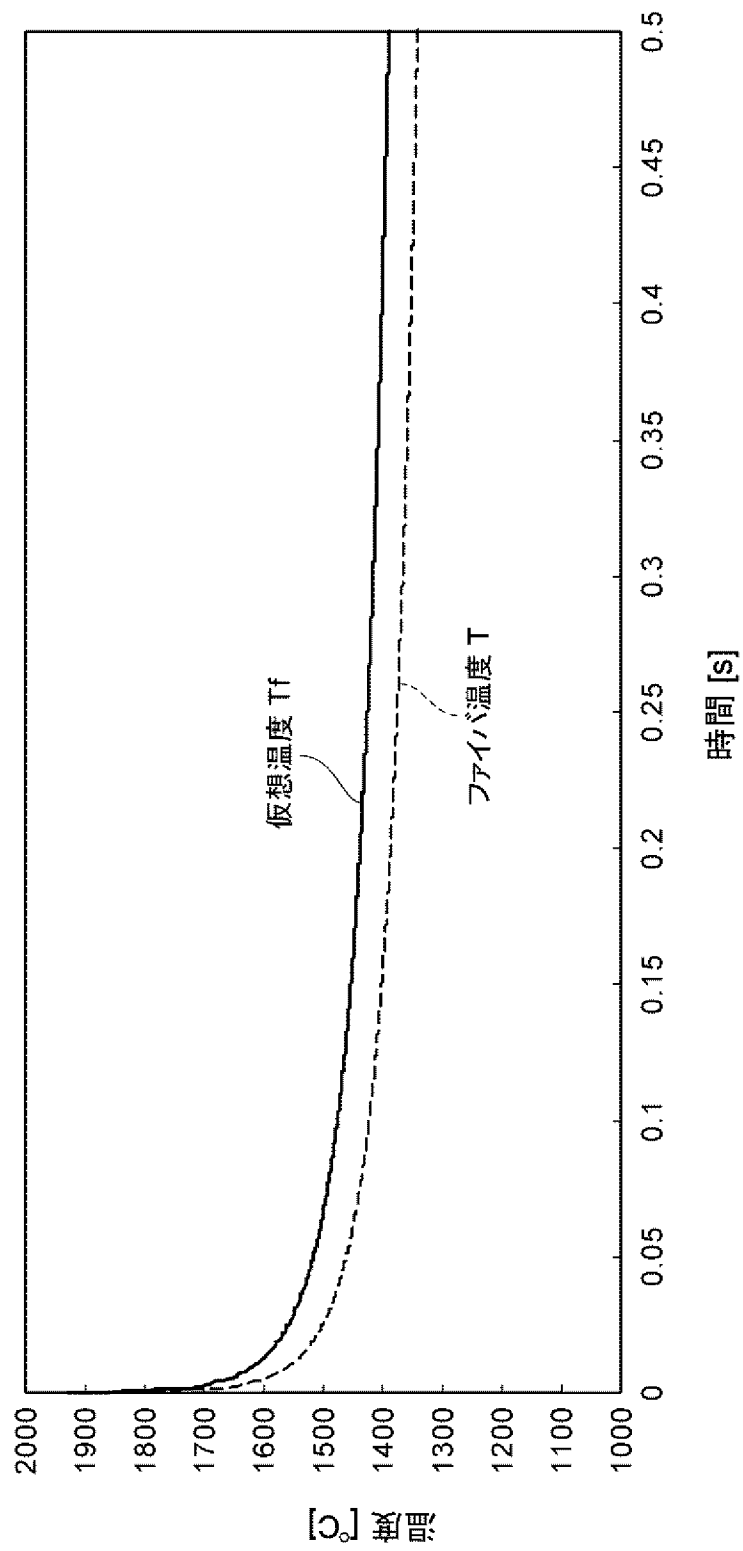
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/075611

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C03B37/027(2006.01) i

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)

C03B37/00-37/16

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2000-335934 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 05 December 2000 (05.12.2000), example 3 & US 2006/0101861 A1 & EP 1205449 A1 & WO 2000/073224 A1 & CN 1350509 A & CN 1743286 A	4-9 1-3
Y A	JP 2001-114525 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 24 April 2001 (24.04.2001), claims; paragraphs [0006], [0063] & US 2002/0059816 A1 & EP 1243568 A1 & WO 2000/073223 A1 & CN 1353674 A	4-9 1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family 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 application or patent 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
18 November, 2013 (18.11.13)

Date of mailing of the international search report
26 November, 2013 (26.11.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/075611

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-168247 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 05 August 2010 (05.08.2010), paragraph [0011] (Family: none)	6, 7
Y	JP 2006-030655 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 02 February 2006 (02.02.2006), claims & US 2006/0013546 A1 & CN 1721352 A	9

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C03B37/027 (2006.01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C03B37/00-37/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y A	JP 2000-335934 A（住友電気工業株式会社）2000. 12. 05, 実施例 3 & US 2006/0101861 A1 & EP 1205449 A1 & WO 2000/073224 A1 & CN 1350509 A & CN 1743286 A	4-9 1-3
Y A	JP 2001-114525 A（住友電気工業株式会社）2001. 04. 24, 特許請求 の範囲、【0 0 0 6】、【0 0 6 3】 & US 2002/0059816 A1 & EP 1243568 A1 & WO 2000/073223 A1 & CN 1353674 A	4-9 1-3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 8 . 1 1 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

2 6 . 1 1 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

山田 貴之

4 T

4 4 2 5

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 6 5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2010-168247 A (住友電気工業株式会社) 2010.08.05, 【0011】 (ファミリーなし)	6, 7
Y	JP 2006-030655 A (古河電気工業株式会社) 2006.02.02, 特許請求の範囲 & US 2006/0013546 A1 & CN 1721352 A	9