

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C03B 37/012

(45) 공고일자 1987년03월07일
(11) 공고번호 87-000383

(21) 출원번호	특1984-0004791	(65) 공개번호	특1985-0001510
(22) 출원일자	1984년08월10일	(43) 공개일자	1985년03월30일
(30) 우선권 주장	58-154209 1983년08월25일 일본(JP)		
(71) 출원인	스미도모덴기 고오교오 가부시기가이샤	나카하라 쓰네토	
	일본국 오오사카후 어오사카시 히가시구 기타하마 5쵸오메 15반지		
(72) 발명자	야노 코오지		
	일본국 가나가와켄 요코하마시 도즈가구 다야쵸 1반지 스미도모덴기 고오교오 가부시기가이샤 요코하마 세이사쿠쇼나미와타나베 미노루		
	일본국 가나가와켄 요코하마시 도즈가구 다야쵸 1반지 스미도모덴기 고오교오 가부시기가이샤 요코하마 세이사쿠쇼나미교오도오 미찌히사		
	일본국 가나가와켄 요코하마시 도즈가구 다야쵸 1반지 스미도모덴기 고오교오 가부시기가이샤 요코하마 세이사쿠쇼나미호시가와 마사오		
	일본국 가나가와켄 요코하마시 도즈가구 다야쵸 1반지 스미도모덴기 고오교오 가부시기가이샤 요코하마 세이사쿠쇼나미		
(74) 대리인	신중훈		

심사관 : 강석주 (특허공보 제1264호)

(54) 광파이버용 프리포움의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

광파이버용 프리포움의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 유리원료중의 POCl_3 함유율과 He유량을 바꾸므로 인한 유리중의 P_2O_5 함유율의 변화를 표시한 그래프

제2도 및 제3도는 각각 실시예 1 및 2에서 얻어진 광파이버의 전송손실 파장곡선도

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 광파이버의 제조방법에 관한 것이다.

화염가수분해반응을 이용한 광파이버의 제조방법으로서 대표적인 것에 VAD법(Vapor phase Axial Deposition)과 OVD법(Out side Vapor Deposition)가 있다.

VAD법은 회전하는 시이드로드의 선단에 화염가수분해반응에 의해서 얻어진 유리미립자를 뿌려서, 길이 방향으로 성장시켜 다공질 유리모재를 만드는 방법으로 일본 특개소 56-33327호 공보에 그 내용이 기술되어 있다. 즉, 버너에 SiCl_4 , GeCl_4 , POCl_3 , BBr_3 등의 유리원료를 기화시킨 것과 함께 연소가스와 산소를 공급하여, 화염중에서 가수분해반응을 일으키게 하고, 이들 유리원료를 산화시켜서 미립자를 만들어 중심 원주형상의 다공질 모재를 그 축방향으로 성장시킨 다음 이것을 고온으로 소결하여, 투명모재로 만들어 필요에 따라서 이것을 성형가공해서 축경와이어드로오임하여 광파이버로 하는 방법이다.

OVD법은, 미국 특허 제3,737,292호 명세서 등에 기재되어 있는 바와 같이 화염가수분해반응으로 얻어진 유리미립자를 회전하는 길쭉한 출발부재의 길이방향으로 한층씩반 경방향에 퇴적시킨뒤 출발부재를 빼내어 제거해서 얻어진 다공질모재를 고온으로 소결하여 투명모재로 하고, 필요에 따라서 이것을 성형가공해서 축경 와이어드로오잉하여 광파이버로 하는 방법이다.

광파이버를 구성하기 위해서는, 그 단면내에서 굴절율이 높은 부분과, 낮은 부분이 필요하며, 빛은 이 굴절율이 높은 영역으로 트랩시켜서 전송된다. 여기서는 이 굴절율이 높은부분을 활성영역, 낮은부분을 비활성영역이라고 부르기로 한다. 여기서 이와 같은 굴절율의 대소를 구성하기 위한 재료로서 석영을 기본재료로 했을때 2종류의 재료가 있다. 그 하나는 B_2O_3 , F등을 첨가하므로써 석영의 굴절율을 낮추기 위한 재료이며, 다른 하나는 G_2O_2 , P_2O_5 , Sb_2O_3 , Al_2O_3 등을 첨가하므로써 석영의 굴절율을 높이는 재료이다. 여기서, 특히 굴절율을 높이는 재료로서 P_2O_5 를 든다. P_2O_5 에는 아래와 같은 특징이 있다.

① P_2O_5 를 석영에 첨가하므로써 석영유리의 연화점을 내릴 수 있어, 가공이 용이해진다.

② VAD, OVD법과 같이 다공질모재를 거쳐서 투명모재를 얻는 경우, P_2O_5 보다도 연화점이 높은 SiO_2 , G_2O_2 에 대해서 바인더의 역할을 하며 다공질모재 생성시의 균열을 방지하는데 효과가 있다.

③ 투명유리체중에 P_2O_5 가 있는 경우, 이로부터 얻어진 광파이버의 $\alpha-\alpha$ -산란은, P_2O_5 가 없는 것에 비해서 낮아진다. P_2O_5 를 광파이버 구성재료로서 사용한 예로서 예를들면 일본특공소 56-28852호 공보에 VAD법에 의해서 2중량%의 P_2O_5 를 함유한 투명모재를 제조한 실시예가 설명되어 있다. 또, 일본 특개소 54-134128호 공보에는 4중량%의 P_2O_5 를 함유한 투명모재의 예가 설명되어 있다. 또한, 미국 특허 제4,339,173호 명세서에도 P_2O_5 를 3중량%이상 함유한 프리포움의 기재가 있다.

그런데 최근 전송손실이 가장 작은 $1.55\mu m$ 대를 사용한 전송실험이 시작됨에 따라서, $1.55\mu m$ 대의 전송손실에 대한 검토가 이루어져 왔다. 그러나, 인을 함유한 파이버에서는 $1.52\mu m$ 부근에 P-O-H의 흡수가 존재하기 때문에, 전송손실이 커진다는 것이 알려져 있다.

그러나, VAD법등의 유리미립자로 된 다공질유리모재의 소결공정을 수반한 광파이버프리포움의 제조법에 있어서는, 인을 전혀 함유하지 않는 다공질유리모재를 투명화시키기 위해서는, 투명화온도가 높기 때문에, 고온의 소결로가 필요하게 되며, 로자체, 히이터등의 수명이나 전원, 보온재의 대형화가 필요하게 되는 등의 점에서 바람직하지 않다. P_2O_5 에 의한 $1.55\mu m$ 대의 전송손실을 감소시키고 저손실의 광파이버를 얻기 위해서는 광파이버중에 함유된 P_2O_5 의 양을 감소시키는 것이 중요하며, 바람직하게는 인의 양을 3×10^{-3} 몰% 이하로 해야한다는 것을 본 발명자들의 연구에 의해서 밝혀졌다.

또한 다공질 유리모재가운데 굴절율상승용 도우펀트인 GeO_2 의 분포는, 퇴적온도 즉 그을음 표면온도에 의존하고, 이 그을음 표면온도는 화염중의 인의 화합물농도에 의해서 제어할 수 있다는 것을 본 발명자들은 연구도상에서 발견했다.

따라서, 유리미립자를 적층시킨 다공질 유리모재의 단계에서는 인을 함유하고 있으며 도우펀트 분포 제어를 용이하게 하고, 또한 소결투명화온도는 인을 전혀 함유하지 않는 다공질 유리모재에 비해서 낮고, 소결후프리포움에서 와이어드로오잉해서 얻어진 파이버에 있어서는 인의 함량이 다공질 모재보다 적으며, 따라서 전송손실이 작은 광파이버용 프리포움이 바람직하다.

본 발명자는 이상의 곤란을 극복하기 위하여 노력을 한 결과 다공질 유리모재의 단계에서는 인을 도우펀트 하지만, 소결단계에서는 인을 휘산시켜서, 얻어진 투명모재의 인함유량을 적게하는 본 발명의 방법에 도달했다.

본 발명의 요지는

① 유리용원료 및 연소가스를 버너로부터 분출시켜, 이 유리원료를 연소가스중에서 화염가수분해하여, 유리미립자를 적층시켜서 다공질유리모재로 하고, 이것을 소결투명화하여, 광파이버용 프리포움을 제조하는 방법에 있어서, 이 유리원료에 인화합물을 첨가하고, 그리고 얻어지는 다공질유리모재의 소결시에 인성분을 휘산시키는 것을 특징으로 하는 상기방법.

② 얻어진 다공질유리모재의 소결투명화시에 있어서의 He유량을 1ℓ /분 이상으로 하는것을 특징으로 한 광파이버의 제조방법.

③ 다공질유리모재의 소결시에 인성분을 휘산시켜서 얻어지는 프리포움중의 인함유량을 5×10^{-3} 중량% 이하로 하는 것을 특징으로 하는 방법에 있다.

투명모재중의 인함유량을 작게하기 위해서는, ① 다공질유리체 제조공정에서 첨가하는 인용 원료가 공급량을 작게한다. ② 소결공정에서 분위기의 가스유량을 일정이상으로 하고, 다공질유리체로부터 휘산하는 인화합물을 로밖으로 제거한다. 라고 하는 두가지 방법이 있다.

①의 방법에서는 상기한 바와같은 인에 의한 도우펀트분포제어 및 소결온도를 낮추는 효과를 기대할 수 없게 된다. 그래서 본 발명자들은 ②의 방법에 대해서 다음과 같이 검토했다.

본 발명자는 원료의 $POCl_3$ 의 공급량과 소결공정에서의 He유량, 투명화후의 투명모재중의 P_2O_5 함유량 관계를 조사하기 위하여, 버너에 공급하는 원료중의 인의 양을 바꾼 수분의 다공질유리체를 시험 제작하여 이것을 He의 유량 0ℓ , 1ℓ , 3ℓ , 20ℓ 의 4조건으로 소결하고, 얻어진 투명모재를 분석, P_2O_5 의 양을 정량했다.

제1도는 실험결과를 그래프로 표시한 것으로서, 횡축에는 버너 1개당의 전체유리원료중의 POCl_3 함유율(몰%)을 표시하고, 종축에는 투명화후의 유리중의 P_2O_5 함유율을 표시한다.)

이 그래프로부터 판명된 것은 인의 함유량을 3×10^{-3} 몰%이하로 하기 위해서는 소결시의 He유량 0ℓ / 분인 경우, 원료가스중의 POCl_3 를 0.003몰%이하로 할 필요가 있으나, 이 상한치는 소결시의 He유량을 높이므로서 증가시킬 수 있다. 즉 He량 3ℓ /분에서는 3×10^{-2} 몰%, 20ℓ /분에서는 1몰%가 된다. 또 인의 유량이 전체유리원료가스중의 0.01몰%이하면, 다공질 모체형성시의 온도제어가 곤란해질 뿐만 아니라, 소결에 있어서도 1700℃이상의 고온이 필요하게 되어, 발열체 및 로자체의 수명이 짧아진다. 한편 He를 20ℓ /분이상 흐르게 하는 것은 코스트상 극히 곤란하다. 또한 인용의 원료로서 POCl_3 를 제시했으나 PCl_5 , PCl_5 등 다른 인화합물을 원료로 해도된다.

이상의 조건은 싱글모우드파이버용 다공질유리모재의 경우에도 적용된다. 싱글모우드파이버용 다공질유리모재의 경우는 인의 첨가는 소결을 용이하게 할 뿐만 아니라, 그늘음이 붙어있는 그늘을 표면 온도분포를 균일하게 하고 부피밀도를 균일하게 해서 다공질 유리모재의 파손율을 낮추는 효과가 있다.

[실시에 1]

VAD법에 있어서 1개의 동심원형상 다중관버너를 사용하여, 멀티모우드 파이버용 다공질유리모재를 제조하고 다음에 이것을 소결로에서 투명화했다. 다공질유리모체 형성시의 원료유량 및 소결조건을 제1표에 표시한다. 또한 이하에 설명하는 원료 및 He의 유량은 표준상태(0℃, 1기압)에서의 값이다.

[표 1]

원료유량	SiCl_4 80	소결조건	He 5ℓ /분
cc/분	GeCl_4 20		
	POCl_3 0.112	소결온도	1600℃

투명화후의 인의 함유량을 측정하였던 바 3.5×10^{-4} %였다. 얻어진 파이버의 $\Delta n=1\%$, 코어직경은 50 μm , 파이버외경은 125 μm 이며, 그 전송손신파장곡선을 제2도에 표시한다. 제2도에서 명백한 바와같이 1.52 μm 부근의 P-OH의 흡수는 볼 수 없다.

[실시에 2]

VAD법에 있어서 다중관버너를 3개 사용하여 싱글모우드 파이버용 다공질유리모재를 제조했다. 1개는 코어용 버너이며 나머지 2개는 클래드용 버너이다. 다공질유리모체 형성시의 원료유량 및 소결조건을 제2표에 표시한다. 또 얻어진 파이버의 전송손실 파장곡선을 제3도에 표시한다.

[표 2]

원료유량	cc/분	
제1버너	SiCl_4 25	POCl_3 0.03
	GeCl_4 6	
제2버너	SiCl_4 100	POCl_3 0.2
제3버너	SiCl_4 100	POCl_3 0.2

소결조건 : He 10ℓ /분 소결온도 1600℃

투명유리화후의 인의 함유량을 분석하였던 바 1×10^{-3} 몰%였다. 얻어진 파이버의 코어직경은 8.5 μm , $\Delta n=0.27\%$, 파이버외경은 125 μm 이며, 제3도에 표시한 바와 같이 1.52 μm 부근에서의 P-OH의 흡수는 볼 수 없었다.

또한 실시예 1, 2에서는 소결온도가 1600℃의 경우에 대해서 설명하고 있으나, 인의 휘산은 다공질 유리모체가 실온으로부터 승온하는 과정에서 일어나며, 소결온도라 함은 그 최고온도를 표시하는 것으로서, 인의 휘산온도는 아니다.

이상의 실시예로도 명백한 바와같이 본 발명의 방법에 의하면, 다공질유리모재 제조공정에 있어서는 도우펀트분포제어를 용이하게 하고 동시에 소결온도를 낮추는 효과가 있는 인을 원료속에 첨가해두고, 투명화시에 상기의 첨가한 인을 휘산시키고, 최종적으로는 투명모재중의 인을 저감시키기 때문에 1.52 μm 부근에서의 전송손실이 적은 광파이버를 제조할 수 있다.

(57) 청구의 범위

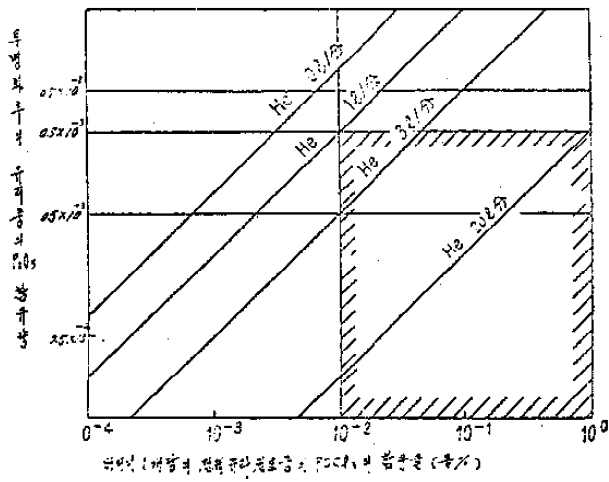
청구항 1

유리용 원료 및 연소가스를 버너로부터 분출시키고, 이 유리원료를 연소가스 중에서 화염가수 분해하여 유리미립자를 적층시켜서 다공질 유리모재로하여, 이것을 소결투명화하고, 이어서 투명유리체를 필요에 따라 가공하여 이것을 축경와이어드로오임해서 광파이버를 제조하는 방법에 있어서, 이 다공질유리의 합성용 원료중의 인화합물의 전체 유리중에 차지하는 비율은 0.01~1몰%로 하고, 얻어진 다공질 유리모재의 소결투명화시에서의 He의 유량을 1ℓ /분 이상으로 하여, 인분을 휘산시키

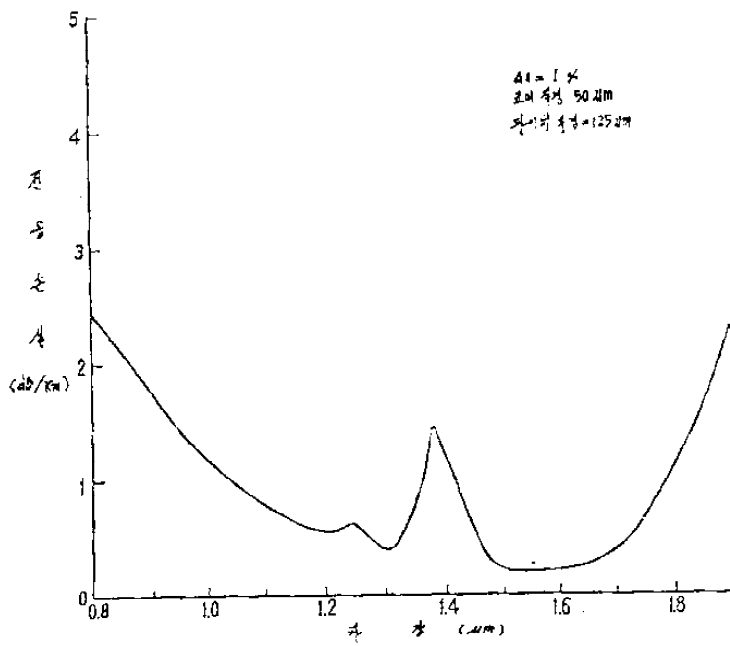
는 것을 특징으로 하는 광파이버의 제조방법.

도면

도면1



도면2



도면3

