

(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
2011 年 9 月 9 日(09.09.2011)



PCT



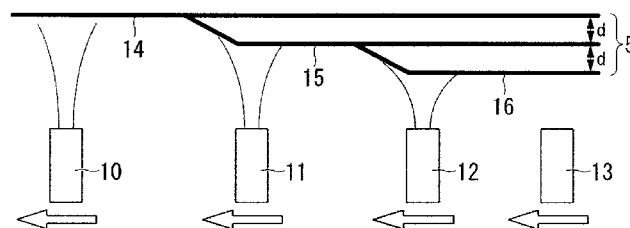
(10) 国際公開番号
WO 2011/108639 A1

- (51) 国際特許分類:
C03B 37/018 (2006.01) C03B 37/014 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/054901
- (22) 国際出願日: 2011 年 3 月 3 日(03.03.2011)
- (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 2010-046780 2010 年 3 月 3 日(03.03.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社フジクラ(Fujikura Ltd.) [JP/JP]; 〒1358512 東京都江東区木場 1 丁目 5 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 布目 智宏 (NUNOME Tomohiro) [JP/JP]; 〒2858550 千葉県佐倉市六崎 1 4 4 0 番地 株式会社フジクラ 佐倉事業所内 Chiba (JP).
- (74) 代理人: 志賀 正武, 外 (SHIGA Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 Tokyo (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, 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, JP, KE, KG, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD OF MANUFACTURE FOR POROUS QUARTZ MATERIAL, METHOD OF MANUFACTURE FOR OPTICAL FIBRE PRE-FORM, POROUS QUARTZ MATERIAL AND OPTICAL FIBRE PRE-FORM

(54) 発明の名称: 石英多孔質体の製造方法、光ファイバ母材の製造方法、石英多孔質体、及び光ファイバ母材

[図3]



(57) Abstract: Disclosed is a method of manufacture for a porous quartz material comprising a step where a plurality of burners are disposed near an optical fibre core rod; and a deposition step where the burners deposit a plurality of soot layers on the outer surface of the optical fibre core rods. In the deposition step, each one of the plurality of soot layers is formed by one of the burners, and further, when the soot layers have a mean bulk density of x (g/cm^3) and an accumulated thickness of y (mm), they fulfil the requirements represented by the formulae $0.2 \leq x \leq 0.5$ and $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$, and the plurality of soot layers are accumulated such that their bulk density has a maximum value of $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ or less.

(57) 要約: 光ファイバ用コアロッドの周囲に複数のバーナを配置する工程と; 前記複数のバーナによって前記光ファイバ用コアロッドの外周面上に複数のスート層を堆積させる堆積工程と; を備える石英多孔質体の製造方法であって、前記堆積工程では、前記複数のスート層それぞれを、前記複数のバーナの 1 によって形成して且つ、前記各スート層を、平均かさ密度を x (g/cm^3)、堆積厚さを y (mm) としたときに、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$ を満たし、前記複数のスート層のかさ密度の最大値が $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下となるように堆積する。

明 細 書

発明の名称：

石英多孔質体の製造方法、光ファイバ母材の製造方法、石英多孔質体、及び光ファイバ母材

技術分野

[0001] 本発明は、光ファイバ用コアロッドの外周面上に複数のスート層を堆積させてなる石英多孔質体の製造方法、光ファイバ母材の製造方法、石英多孔質体、及び光ファイバ母材に関する。

本願は、2010年3月3日に、日本国に出願された特願2010-046780号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 光ファイバ母材の製造として、VAD法や外付け法等のスート法で作製された石英多孔質体を焼結してガラス化する方法が一般に用いられている（例えば、特許文献1，2参照）。近年のFTH（Fiber to the home）の進展に伴い、施工性に優れた曲げ損失の小さい光ファイバの需要が高まっている。また光ファイバの製造コストの低減も重要であるため、従来からあるVAD法やOVD法などの製法を大きく変更せずに、曲げ損失の小さい光ファイバの製造を行うことが試みられている。

[0003] 光ファイバの曲げ損失を低減する方法の一つとして、光ファイバのクラッド領域の屈折率を下げて、光ファイバが曲げられたときの、コアとクラッドとの間の実効的な屈折率差を大きくする手法がある。その一つとして、特許文献1にはトレンチ型と呼ばれる屈折率構造が提案されている。トレンチ型の光ファイバは、光ファイバの最外周部を構成するクラッド層の内側に屈折率の低いトレンチ部を設けたものである。トレンチ型光ファイバの屈折率構造は、従来のVAD法と外付け法とを組み合わせることで作製可能であり、大型の光ファイバ母材を低コストで作製することが可能である。

[0004] クラッド領域の屈折率を下げるために、石英多孔質体を焼結炉中で脱水及

び焼結する際に、 CF_4 、 SiF_4 、 SF_6 などのフッ素系ガスを焼結炉中に流すことで、このクラッド領域にフッ素を添加することができる。

[0005] しかし、石英多孔質体のかさ密度が高い場合、フッ素の添加は行うことはできるが、フッ素系ガスが石英多孔質の内部まで拡散しにくい。その場合、フッ素系ガスによる処理時間を増加させたとしても、石英多孔質体の径方向や長手方向において、フッ素の添加を均一に行うのが困難である。

[0006] 非特許文献1には、石英多孔質体へのフッ素の添加について述べられている。そこでは、均一にフッ素を添加するためには石英多孔質体のかさ密度を 1.0 g/cm^3 以下とする必要があるとしている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：日本国特許第3853833号公報

特許文献2：日本国特開平11-199263号公報

非特許文献

[0008] 非特許文献1：電子情報通信学会論文誌C Vol. J71 - C No. 2 p212 - 220

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] しかしながら、発明者の検討の結果、VAD法と外付け法とを組み合わせることでフッ素の添加を行い、光ファイバ母材を製造する場合、単純に石英多孔質体のかさ密度を低くしても（例えば非特許文献1にある 1.0 g/cm^3 以下）、フッ素の添加を均一に行うことは難しいことがわかった。以下理由を解説する。

[0010] VAD法の場合、鉛直方向にトラバース（相対移動）するターゲットに対してガラス微粒子を堆積させる。その際、バーナの火炎のゆらぎによって、特にコア部には GeO_2 の添加濃度むらが生じ、屈折率変動（一般に脈理と言われる）が発生しやすい。

[0011] コア部を形成するためのバーナは、ターゲットに対し斜め下方からガラス

微粒子を吹き付けて、ターゲットにガラス微粒子を堆積させる。そのため、図 6 B に示すように、VAD 法で作製したコア部 6 3 には円弧状の脈理 6 1 が残存しやすい。

[0012] 一方、外付け法は回転する光ファイバ用コアロッドの周囲に、複数のバーナを用いて多層にガラス微粒子（スート微粒子）を堆積させて、石英多孔質体を製作する方法である。各バーナは、その製作時の寸法誤差や劣化の程度が違うなどのために、ガラス微粒子が堆積する面の最高温度、温度分布にばらつきが生じる。そのため、各バーナで堆積させたガラス微粒子の層（スート層）のかさ密度に差が生じることは避けられない。

[0013] また、バーナ 1 本で堆積させた 1 層のスート層内でも、酸水素火炎での焼締め方にばらつきが生じる。このため、スート 1 層内での内側（コア材側）と外側（表面側）ではかさ密度に差が生じることがある。その結果、外付けしたクラッド領域 6 4 ではかさ密度差に応じて、図 6 B に示すように、円周方向に層状の脈理 6 2 が発生する。このように VAD 法と外付け法とを組み合わせる場合、異なる方向の脈理 6 1、6 2 が発生する。

[0014] 石英多孔質体に対しフッ素添加を行う場合、そのフッ素添加量は石英多孔質体の表面積、つまりかさ密度に依存する。そのため外付け法を用いてフッ素添加を行う場合、スートの各層間、各層内でかさ密度差が存在するため、外付け層にフッ素濃度のむらが発生してしまう。その結果、トレンチ部の大きさが母材の径方向や長手方向、ロット間で変動し、作製された光ファイバの曲げ損失が安定しなくなってしまう。

[0015] さらに、フッ素の添加を行わない母材 6 4 に存在する脈理とフッ素の添加を行った母材 6 5 に存在する脈理とを比較すると、このフッ素濃度のむらの影響により、フッ素の添加を行った母材 6 4 での脈理 6 2 はフッ素の添加を行わなかった母材 6 4 のそれよりも顕著に現れやすい傾向がある（図 6 A 参照）。プリフォームアナライザなどを用いて脈理がある母材の屈折率分布を測定しようとした場合、レーザの回折光を精度良く検出しにくいいため、正し

い屈折率分布の測定が難しい。

- [0016] 脈理の方向が一定であれば、回折光にフィルタをかけるなどで正確な屈折率分布を測定することは可能である。しかし、相互に異なる方向の脈理が複数存在する場合、回折光の処理が困難である。脈理が著しく発生している場合、つまり著しいフッ素濃度のむらが存在する母材では、回折光の処理がより困難となる。母材についての不正確な屈折率分布の測定結果に基づき光ファイバの特性推定を行うことは、製作された光ファイバのカットオフ波長や曲げ損失の特性などの光学特性（以下、光ファイバ特性ということがある）の変動につながり、歩留まり低下の要因となる。
- [0017] 以上のように、VAD法と外付け法とを組み合わせることでフッ素の添加を行う場合、石英多孔質体のかさ密度を低くするだけでは均一なフッ素の添加を行う上で不十分であった。
- [0018] このような問題に対応するため過去にいくつかの方法が検討されているが、それらは石英多孔質体にフッ素を均一に添加する方法としては十分とはいえない。
- [0019] 特許文献2では、石英多孔質体に添加物（ここではGe）を加える場合、添加物の濃度分布が生じやすいとしている。結果として脈理が現れるため、脈理の存在により屈折率分布が正確に測定できず、光ファイバ特性を制御するのが難しいとしている。
- [0020] 対策としては、焼結後の厚みに換算して1回のトラバースあたりのスートの厚みを $20\mu\text{m}$ 以下とすることを提案している。特許文献2ではスートのかさ密度が開示されていないが、例えば $\phi 20\text{mm}$ の母材でかさ密度を $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ とした場合、焼結後の状態でのスートの $20\mu\text{m}$ という厚みは、スート1層に換算すると約 $80\mu\text{m}$ と非常に薄い。このような薄いスートの作製においては、スート1層内にて、そのかさ密度差に起因する添加物の濃度差が生じて、脈理などが発生しにくい。
- [0021] しかし、1回のトラバースあたりのガラス微粒子の堆積量が少ない場合、ガラス微粒子の堆積効率、堆積速度が低下する。結果として、石英多孔質体

の作製時間が長くなり、製造効率の悪化につながる。また、スート１層の厚みが薄すぎると、その上に重なるスート層を作製する際のバーナの火炎の熱によってその下のスート層が焼締められやすくなるため、複数層のスート層を堆積する間にそのかさ密度が上昇しやすい問題がある。

[0022] そのため、均一なフッ素添加を行う目的で平均かさ密度を低くするためには、石英多孔質体の内側ほどかさ密度を低く抑えておく必要がある。しかし、このためには焼締めによるかさ密度の変化を予想して事前にガス流量を設定する必要がある。さらに、かさ密度を低くするほどスート割れが起こりやすくなる。

[0023] 本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであって、スート層の内部に均一且つ効率的にフッ素添加を行うことが可能な石英多孔質体の製造方法、光ファイバ母材の製造方法、石英多孔質体、及び光ファイバ母材の提供を目的とする。

課題を解決するための手段

[0024] 上記の課題を解決するため、本発明は以下の手段を採用している。

(１) 本発明の一態様に係る石英多孔質体の製造方法は、光ファイバ用コアロッドの周囲に複数のバーナを配置する工程と；前記複数のバーナによって前記光ファイバ用コアロッドの外周面上に複数のスート層を堆積させる堆積工程と；を備える石英多孔質体の製造方法であって、前記堆積工程では、前記複数のスート層それぞれを、前記複数のバーナの１によって形成して且つ、前記各スート層を、平均かさ密度を x (g/cm^3)、堆積厚さを y (mm) としたときに、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 4.0$ 、 $x^2 - 3.8x + 1.3$ を満たし、前記複数のスート層のかさ密度の最大値は $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下となるように堆積する。

(２) 上記石英多孔質体の製造方法において、前記各スート層を、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 0.4$ を満たすように堆積してもよい。

[0025] (３) 上記石英多孔質体の製造方法において、前記光ファイバ用コアロッドがＶＡＤ法により作製されていてもよい。

[0026] (4) 本発明の一態様に係る光ファイバ母材の製造方法は、上述した石英多孔質体の製造方法により製造された石英多孔質体をフッ素系ガス中で脱水及び焼結して光ファイバ母材とする。

[0027] (5) 本発明の一態様に係る石英多孔質体は、光ファイバ用コアロッドの外周面上に堆積させた複数のスート層を有する石英多孔質体であって、前記複数のスート層のかさ密度の最大値が 0.6 g/cm^3 以下であり、前記各スート層は、平均かさ密度を $x \text{ (g/cm}^3\text{)}$ 、堆積厚さを $y \text{ (mm)}$ としたときに、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$ を満たす。

(6) 上記石英多孔質体において、前記各スート層が、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 0.4$ を満たしてもよい。

[0028] (7) 本発明の一態様に係る光ファイバ母材は、上述した（石英多孔質体がフッ素系ガス中で脱水及び焼結されてなる。

発明の効果

[0029] 上記の石英多孔質体の製造方法、光ファイバ母材の製造方法、石英多孔質体、及び、光ファイバ母材によれば、スート層の内部に均一且つ効率的にフッ素添加を行うことができる。

図面の簡単な説明

[0030] [図1] 本発明の一実施形態に係る光ファイバ母材の製造方法により製造された光ファイバ母材から得られる光ファイバの屈折率分布、及びその断面図の一例を示す図である。

[図2] 光ファイバ用コアロッドの外周面にスート層を外付けする装置の概略図である。

[図3] 複数のバーナによって複数のスート層を外付けする工程を示す図である。

[図4A] 光ファイバ母材の比屈折率差の凹凸度を算出する方法を説明する図である。

[図4B] 本発明の一実施形態に係る光ファイバ母材の断面図である。

[図5A] 各実施例における屈折率分布の測定結果を示す図である。

[図5B] 各比較例における屈折率分布の測定結果を示す図である。

[図6A] 光ファイバ母材中の脈理を説明するための模式図である。

[図6B] 光ファイバ母材中の脈理を説明するための模式図である。

[図7] 各実施例及び各比較例におけるスート層 1 層の厚さと平均かさ密度との組合せを示す図である。

発明を実施するための形態

[0031] [光ファイバ]

図 1 は、光ファイバ 17 の断面図と、その屈折率分布の一実施形態を示す図である。図 1 の光ファイバ 17 は、後述する光ファイバ母材の製造方法によって製造された光ファイバ母材を加熱して $125\ \mu\text{m}$ 程度の太さにまで細く引き延ばす（線引きする）ことによって作製される。光ファイバ母材は光ファイバ 17 と比率に関してほぼ同じ屈折率分布構造を持っている。光ファイバ母材を加熱して引き延ばすことで、光ファイバ母材の屈折率分布構造をほぼそのまま引き継いだ光ファイバ 17 が作製される。

[0032] 図 1 の光ファイバ 17 の中心には、半径 a_1 、最大屈折率 n_1 のコア 1 が設けられている。コア 1 の外周上には、外縁の半径 a_2 、最大屈折率 n_2 の第 1 クラッド層 2 が設けられている。この第 1 クラッド層 2 の外周上には、外縁の半径 a_3 、最大屈折率 n_3 の第 2 クラッド層 3 が設けられている。そして、この第 2 クラッド層 3 の外周上には、光ファイバ 17 の最外層をなす、外縁の半径 a_4 、最大屈折率 n_4 の第 3 クラッド層 4 が設けられている。

[0033] 本明細書において、最大屈折率とは、ある層の外縁の半径を a_n 、その層の一つ内側の層の外縁の半径を a_{n-1} としたとき、 a_{n-1} 、 a_n 間での最も大きな屈折率（1つの層内で最も大きな屈折率）をさす。ここで、 n は 1 以上の整数であり、 $a_0 = 0\ (\mu\text{m})$ である。図 1 に示したようなステップ状の屈折率分布では、 a_{n-1} から a_n までの間で屈折率が一定（1つの層内で屈折率が一定）であり、その屈折率が最大屈折率となる。しかしながら、層内で屈折率分布が存在する場合は、上記の方法で定義される最大屈折率を用いる。

[0034] 光ファイバ 17 にあっては、コア 1 の最大屈折率 n_1 は、第 1 クラッド層 2 の最大屈折率 n_2 、第 2 クラッド層 3 の最大屈折率 n_3 、及び第 3 クラッド層 4 の最大屈折率 n_4 のいずれよりも大きく設計される。一方、前記第 2 クラッド層 3 の最大屈折率 n_3 は、第 1 クラッド層 2 の最大屈折率 n_2 及び第 3 クラッド層 4 の最大屈折率 n_4 のいずれよりも小さく設計される。

[0035] 光ファイバの屈折率分布は、ゲルマニウムやフッ素等のドーパントを添加することにより形成される。光ファイバの製造に用いられている VAD 法や CVD 法あるいは外付け法といったプロセスにおいては、ドーパントの拡散などの影響により、屈折率分布において各層の境界が曖昧になることもある。

[0036] 図 1 に示す光ファイバ 17 においては、第 1 クラッド層 2 における屈折率が径方向にほぼ一定であり、光ファイバ 17 全体の屈折率分布はほぼ完全なステップ形状になっている。本発明に係る光ファイバの屈折率分布は、必ずしも完全なステップ状になっている必要はない。屈折率分布がステップ状になっていない場合は、以下の方法により各層の径が定義される。

[0037] まず、コア 1 の半径 a_1 は、比屈折率差が、コア 1 内における比屈折率差の最大値 Δ_1 の $1/10$ まで減少する位置からファイバ中心までの距離と定義する。また、第 1 クラッド層 2 の外縁の半径 a_2 、及び第 2 クラッド層 3 の外縁の半径 a_3 は、それぞれ比屈折率差の径分布 $\Delta(r)$ の微分値である $d\Delta(r)/dr$ (r は半径を表す) が極値を取る位置からファイバ中心までの距離と定義する。

[0038] 光ファイバ 17 の各層の比屈折率差 Δ_i (単位: %) は第 3 クラッド層 4 の最大屈折率 n_4 を基準としており、下記数式 (1) で表される。

[0039] [数 1]

$$\Delta_i = \frac{n_i - n_4}{n_4} \times 100 \quad \cdots (1)$$

[0040] (式中、 i は 1 ~ 3 の整数であり、 n_i は前記各層の最大屈折率である。)

[0041] [光ファイバ母材の製造方法]

次に、図2～図5Bを用いて、図1の光ファイバ17を製造するための光ファイバ母材の製造方法を説明する。図2は、光ファイバのコアとなるコア部を含む光ファイバ用コアロッドの周囲に、クラッド材料となるガラス微粒子を外付けする外付け装置の概略図である。また、図3は、複数のバーナ10、11、12、13によってガラス微粒子の層（スート層）が1層ずつ層状に外付けされる工程を示す模式図である。

[0042] 図2において、光ファイバ用コアロッド6は、光ファイバ17のコア1となるコア部と、光ファイバ17の第1クラッド層2となる第1クラッド部とから構成されている。光ファイバ用コアロッド6はVAD法によって作製されている。VAD法では、光ファイバの原料となるガスを酸素及び水素とともにバーナに送り込み、回転している石英棒の下方から、酸水素火炎とともに原料ガスを石英棒に吹き付けてガラス微粒子を堆積させ、これを加熱して透明ガラス化することで、ロッド状のコア母材が作製される。

[0043] 光ファイバ用コアロッド6の長手方向の両端部は、支持部材7によって回転可能に支持される。光ファイバ用コアロッド6の周囲には複数のバーナ8が配置され、光ファイバ用コアロッド6と複数のバーナ8とが光ファイバ用コアロッド6の長手方向（回転軸と平行な方向）においてトラバース（相対移動）可能である。バーナ8には、ガラス原料となるガスが酸素及び水素とともに送られ、バーナ火炎中で生成されたガラス微粒子が、光ファイバ用コアロッド6の外周面上に吹き付けられ、石英多孔質体5が作製される。なお、図2では、光ファイバ用コアロッド6の両端部が支持部材7によって直接支持されているが、光ファイバ用コアロッド6の両端部には、必要に応じてダミーロッド（図示略）が火炎溶接され、このダミーロッドが支持部材7に回転可能に支持されるようにしても良い。

[0044] 光ファイバ用コアロッド6の外周面上には、1トラバースの間にバーナ1本毎に1層のガラス微粒子の層（スート層）が外付けされ、層状に堆積したガラス微粒子の層（スート層）が形成される。光ファイバ用コアロッド6に

堆積されたガラス微粒子の厚み（石英多孔質体5の外径）は、レーザ光源9を用いた変位測定器によって測定される。この変位測定器では、レーザ光源9と石英多孔質体5との距離を図示略の変位センサーによって測定する。図2の外付け装置では、バーナ1本あたりに外付けされるスート層の厚み及びかさ密度が全スート層において均一となるように、原料ガスの流量及び酸水素火炎の流量などの外付け条件を制御している。1回の外付け工程中に変位測定器で測定された1トラバースあたりの外付け量に関する情報は、その外付け工程において用いたバーナの外付け条件とともに、図示略の記憶装置に記憶される。この記憶装置に記憶されたバーナの外付け条件と外付け量に関する情報は、次の外付け工程におけるバーナの外付け条件に反映される。

[0045] 光ファイバ用コアロッド6上に堆積されたガラス微粒子は、焼結炉中で脱水及び焼結される。そして、上述したガラス微粒子の堆積処理とガラス微粒子の焼結処理とを繰り返すことにより、光ファイバ用コアロッド6の外周面上に、光ファイバ17の第2クラッド層3となる第2クラッド部と、光ファイバ17の第3クラッド層4となる第3クラッド部とが順次形成される。このとき、第2クラッド部となる複数のスート層を焼結処理する場合には、第2クラッド部の屈折率が第1クラッド部及び第3クラッド部の屈折率よりも小さくなるように、焼結炉中に CF_4 、 SiF_4 、 SF_6 などのフッ素系ガスを導入して、第2クラッド部にフッ素の添加を行う。以上により、図1に示した光ファイバ17の屈折率分布構造と比率に関して同じ屈折率分布構造を有する光ファイバ母材が作製される。

[0046] 図3に示すように、本実施形態の外付け装置では、複数のバーナ10、11、12、13が光ファイバ用コアロッド6の長手方向に沿って概ね等間隔で配置されている。図3では、4つのバーナ10、11、12、13が示されているが、バーナの数はいかに限定されない。バーナ10、11、12、13と光ファイバ用コアロッド6は、一方が固定されて他方が左若しくは右（光ファイバ用コアロッド6の長手方向に沿った一方向）に移動することにより、両者の相対位置が変化する。

- [0047] 複数のバーナ10, 11, 12, 13に送り込まれる原料ガスとしては、 SiCl_4 （四塩化珪素）が用いられる。酸素及び水素とともにバーナ10, 11, 12, 13に送り込まれた SiCl_4 は、バーナ10, 11, 12, 13の火炎中でガラス微粒子となる。このガラス微粒子は、回転している光ファイバ用コアロッド6の外周面上に堆積する。そして、光ファイバ用コアロッド6を回転させながら複数のバーナ10, 11, 12, 13を光ファイバ用コアロッド6の長手方向（回転軸方向）にトラバースさせることにより、光ファイバ用コアロッド6の外周面上に複数のガラス微粒子の層（スート層）14, 15, 16が堆積される。
- [0048] 光ファイバ用コアロッド6の外周面上には、1トラバース毎に各バーナによって外付けされるガラス微粒子の層（スート層）14, 15, 16が1層ずつ積層される。スート層1層は1本のバーナを光ファイバ用コアロッド6の長手方向に沿って一方向にトラバースすることにより作製される。1本のバーナを光ファイバ用コアロッド6の長手方向に沿ってn回トラバースさせるとn層のスート層が作製される。したがって、図3において、複数のバーナ10, 11, 12, 13を複数回トラバースさせることにより、光ファイバ用コアロッドの外周面上に多数のスート層を有する石英多孔質体を作製することができる。
- [0049] 外付け法により作製した石英多孔質体5にフッ素を均一かつ効率的に添加するためには、スート（ガラス微粒子）のかさ密度及び、外付け工程でのバーナ1本により堆積するスート層の厚さdを一定範囲に制御することが重要である。
- [0050] 第一のポイントであるスートのかさ密度について述べる。外付け法で作製した領域のかさ密度は、光ファイバ用コアロッド6への堆積の初期において高くし、外周部に向かってより低くなるように作製することにより、ガラス化時の収縮に伴う歪み低減の効果が得られる。各種条件を検討した結果、かさ密度については、各スート層のかさ密度及び各スート層の平均かさ密度を所定の範囲にする必要があることがわかった。

- [0051] ここで、各スート層のかさ密度とは、1トラバースの間に各バーナで堆積させた1スート層のかさ密度と定義する。例えば、図3のようにバーナ4本（石英多孔質体5の内層側から、バーナ10→バーナ11→バーナ12→バーナ13→バーナ10…、の順にガラス微粒子を堆積させる）で石英多孔質体5を作製する場合、バーナ10とバーナ11の外径、及びガラス微粒子の堆積重量を用いてバーナ11で作製した1層のスート層の厚みを算出する。あるいは簡便のためにバーナ2本毎にスート層の厚み及び堆積重量を算出し、それを2で除した厚さをスート層1層の厚さ及び重量としてもよい。
- [0052] 例えば、上記と同様に4本のバーナでガラス微粒子を堆積させた場合、バーナ10、11によって2層のスート層を堆積した後の石英多孔質体の外径と、バーナ10、11、12、13によって4層のスート層を堆積した後の石英多孔質体の外径をそれぞれ測定する。そのデータから、バーナ12とバーナ13で堆積させた2層のスート層の厚みを求める。その2層のスート層の厚みを2で除した値を、バーナ12とバーナ13で作製したスート層のそれぞれの厚みとしてもよい。
- [0053] 平均かさ密度とは、最終的な石英多孔質体の外径と出発コア材（光ファイバ用コアロッド。光ファイバ用コアロッドの外周面上に石英多孔質体を形成して焼結処理を行って母材を形成した場合には、直近の焼結処理によって形成された母材）の外径から、堆積させた全スート層の厚さを求める。求められたスート層の厚さ、堆積重量、及び母材長から求めた密度をかさ密度と定義する。
- [0054] 本実施形態では、レーザ光源と石英多孔質体との距離を変位センサー（例えばキーエンス製LK-2000）で測定し、石英多孔質体の外径を連続的に求めることにより、1スート層毎のかさ密度及び、全スート層の平均かさ密度を算出している。石英多孔質体（スート層）のかさ密度の調整は、原料ガスの流量、酸水素火炎の流量の調整、出発コア材の径の太径化で行うことができる。本実施形態では、水素ガスの流量を下げ、ガラス微粒子が堆積する際の表面温度を下げることでかさ密度の低減を行っている。

- [0055] 均一なフッ素添加を行い、かつガラス化時に発生する剥離不良を低減する条件として、石英多孔質体の各スート層のかさ密度の最大値（一般的には外付けされた全スート層のうちの最も内層側のスート層になる）を 0.6 g/cm^3 以下とし、平均かさ密度をスート層の厚さに応じて 0.2 g/cm^3 以上、 0.5 g/cm^3 以下の範囲から適宜設定することがよい。
- [0056] 最大かさ密度が 0.6 g/cm^3 より大きい場合、その層より内側のスート層に所望の量のフッ素添加を行うことができなくなり、脱水効果が低減しやすい。そのため、このような光ファイバ母材から作製した光ファイバにおいては、波長 1383 nm における損失（OH損失）が増大する問題がある。一方、各スート層のかさ密度の下限については、 0.2 g/cm^3 より小さくなると、焼結ガラス化時の収縮歪が大きくなるためガラス層が剥離するなどの不良が発生しやすい。そのため、実際の運用としては、スート層のかさ密度を $0.2 \sim 0.6 \text{ g/cm}^3$ とするのが好ましい。
- [0057] 平均かさ密度 $x \text{ (g/cm}^3\text{)}$ については、 0.5 g/cm^3 より大きくなるとフッ素の拡散が遅く、ヒータを通過させる石英多孔質体のトラバース速度が遅くなるなど生産効率が低下する。平均かさ密度の下限については特に制約はないが、 0.2 g/cm^3 より小さくなると、石英多孔質体5が搬送時などに割れやすい、或いは、石英多孔質体5の外径が大きくなり大型の焼結炉が必要になるなどの問題があるため、実際の運用としては、 $0.2 \sim 0.5 \text{ g/cm}^3$ ($0.2 \leq x \leq 0.5$) とするのが好ましい。
- [0058] 第二のポイントであるバーナ1本で作製するスート層1層の厚さ $y \text{ (mm)}$ は、平均かさ密度 $x \text{ (g/cm}^3\text{)}$ が $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲において、 $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$ の範囲であるのが望ましい。特に、平均かさ密度 $x \text{ (g/cm}^3\text{)}$ が $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲において、スート層1層の厚さ $y \text{ (mm)}$ が $0.1 \leq y \leq 0.4$ の範囲である場合、効率よくスート層の堆積を行うことができる。
- スート層1層の厚さが $4.0x^2 - 3.8x + 1.3 \text{ (mm)}$ より厚い場合、スート層1層内でのかさ密度の差が大きくなりやすく、フッ素の添加量に

むらが発生してしまう。結果として屈折率分布測定器（プリフォームアナライザ）で脈理が観測され、正確な屈折率分布の測定ができずにファイバ特性を安定化することが難しくなる。

[0059] 一方、スート層 1 層の厚さを 0.1 mm より薄くするとガラス微粒子の堆積効率が悪く、コストアップにつながりやすい。

また、スート層 1 層の厚みが 0.1 mm 以上であれば、その上に重なるスート層を作製する際のバーナ火炎の熱での焼締めが緩和されるため、複数のスート層を堆積する間にかさ密度が上昇することを避けることができる。

[0060] ここで、脈理の程度を定量的に表すために、光ファイバ母材の屈折率分布における凹凸度を下記数式（2）で定義する。

[0061] [数2]

$$\text{位置}X\text{での凹凸度} = \frac{X\text{での}\Delta}{X \pm 0.1\text{mmの範囲での}\Delta\text{の移動平均}} \times 100 \quad \dots(2)$$

[0062] なお、移動平均に用いる範囲は、測定ステップ、データ数、屈折率分布の形状によって適宜選択すればよい。本実施形態では、ある測定位置を X としたときに、母材径で $X \pm 0.1 \text{ mm}$ の範囲で、比屈折率差 Δ の移動平均をとっている。ここで、上記数式（2）中の「X での Δ 」とは、位置 X におけるコア部に対する比屈折率差 Δ を指している。また、屈折率分布の測定時の測定間隔は、本実施形態において $20 \mu\text{m}$ としている。

[0063] 図 4 A に凹凸度の算出に用いる範囲を示す。また図 5 A, 5 B に実際の光ファイバにおける屈折率分布の一例を示す。

[0064] 図 4 A, 4 B は本実施形態に係る光ファイバ母材 25 と、その屈折率分布を示す図である。図 4 A, 4 B の光ファイバ母材 25 は、図 1 に示した光ファイバ 17 の屈折率分布と比率に関してほぼ同じ屈折率分布構造を有する。すなわち、光ファイバ母材 25 の中心には、光ファイバ 17 のコア 1 となる、半径 a_{21} 、最大屈折率 n_{21} のコア部 21 が設けられている。コア部 21 の外周上には、光ファイバ 17 の第 1 クラッド層 2 となる、外縁の半径 a_{22} 、

最大屈折率 n_{22} の第 1 クラッド部 22 が設けられている。また、第 1 クラッド部 22 の外周上には、光ファイバ 17 の第 2 クラッド層 3 となる、外縁の半径 a_{23} 、最大屈折率 n_{23} の第 2 クラッド部 23 が設けられている。そして、第 2 クラッド部 23 の外周上には、光ファイバ 17 の第 3 クラッド層 4 となる、光ファイバ母材 25 の最外層をなす、外縁の半径 a_{24} 、最大屈折率 n_{24} の第 3 クラッド部 24 が設けられている。

[0065] 光ファイバ母材 25 のコア部 21 の最大屈折率 n_{21} の大きさは、光ファイバ 17 のコア 1 の最大屈折率 n_1 の大きさとほぼ同じである。光ファイバ母材 25 の第 1 クラッド部 22 の最大屈折率 n_{22} の大きさは、光ファイバ 17 の第 1 クラッド層 2 の最大屈折率 n_2 の大きさとほぼ同じである。光ファイバ母材 25 の第 2 クラッド部 23 の最大屈折率 n_{23} の大きさは、光ファイバ 17 の第 2 クラッド層 3 の最大屈折率 n_3 の大きさとほぼ同じである。光ファイバ母材 25 の第 3 クラッド部 24 の最大屈折率 n_{24} の大きさは、光ファイバ 17 の第 3 クラッド層 4 の最大屈折率 n_4 の大きさとほぼ同じである。また、コア部 21 と各クラッド部 22, 23, 24 の大きさの比率 ($a_{21} : a_{22} : a_{23} : a_{24}$) は、光ファイバ 17 のコア 1 と各クラッド層 2, 3, 4 の大きさの比率 ($a_1 : a_2 : a_3 : a_4$) と同じである。なお、光ファイバ母材 25 の構成要素 (コア部 21、第 1 クラッド部 22、第 2 クラッド部 23、第 3 クラッド部 24) と光ファイバ 17 の構成要素 (コア 1、第 1 クラッド層 2、第 2 クラッド層 3、第 3 クラッド層 4) の最大屈折率が「ほぼ同じ」とは、光ファイバ母材 25 を紡糸する際の紡糸張力などの影響を無視した場合に、両者が同じであることを意味する。

[0066] コア部 21 の最大屈折率 n_{21} は、第 1 クラッド部 22 の最大屈折率 n_{22} 、第 2 クラッド部 23 の最大屈折率 n_{23} 、及び第 3 クラッド部 24 の最大屈折率 n_{24} のいずれよりも大きい。一方、第 2 クラッド部 23 の最大屈折率 n_{23} は、第 1 クラッド部 22 の最大屈折率 n_{22} 及び第 3 クラッド部 24 の最大屈折率 n_{24} のいずれよりも小さい。

[0067] コア部 21、第 1 クラッド部 22、第 2 クラッド部 23、第 3 クラッド部

24の各径の定義の方法は、光ファイバ17のコア1、第1クラッド層2、第2クラッド層3、第3クラッド層4の各径の定義の方法と同じである。すなわち、コア部21の半径 a_{21} は、比屈折率差が、コア部21内における比屈折率差の最大値 Δ_{21} の $1/10$ まで減少する位置から母材中心（ファイバ中心）までの距離と定義する。また、第1クラッド部22の外縁の半径 a_{22} 、及び第2クラッド部23の外縁の半径 a_{23} は、それぞれ比屈折率差の径分布 $\Delta(r)$ の微分値である $d\Delta(r)/dr$ （ r は半径を表す。）が極値を取る位置から母材中心（ファイバ中心）までの距離として定義する。また、コア部21、第1クラッド部22、第2クラッド部23、第3クラッド部24の各比屈折率差 n_{21} 、 n_{22} 、 n_{23} 、 n_{24} は、基準となる屈折率が第3クラッド部24の最大屈折率 n_{24} となる点を除いて、式（1）を用いて説明した光ファイバ17のコア1、第1クラッド層2、第2クラッド層3、及び第3クラッド層4の比屈折率差の算出方法と同じである。

[0068] 図5Bに示すように、光ファイバ母材のフッ素添加領域である第2クラッド部（トレンチ部）に大きな脈理が生じている場合（従来の製造方法で作製された光ファイバの場合）、屈折率分布のグラフではキザギザの線が現れる。その場合の凹凸度の変動は $\pm 2\%$ 以上である。一方、図5Aのように第2クラッド部の脈理が小さい場合（本発明の製造方法で作製された光ファイバの場合）、屈折率分布のグラフではスムーズな曲線が現れ、凹凸度の変動も $\pm 0.5\%$ と小さい。

[0069] 本実施形態に関し、第2クラッド部23（第1クラッド部22及び第3クラッド部24の近傍は、屈折率差が大きく変化するため除く）における凹凸度の変動が $\pm 1\%$ 以下となる脈理であれば、プリフォームアナライザで正確な屈折率分布が測定できることがわかった。その結果、光ファイバ母材の段階での光ファイバの特性推定が良好にでき、安定した光ファイバを製造することが容易となる。

[0070] ここで、プリフォームアナライザにより正確な屈折率分布が測定されているか否かの判断は、別途行ったラマン分光測定によるフッ素濃度の分析との

比較により行った。具体的には、ラマン分光測定によりフッ素濃度を算出し、それを比屈折率差に変換してフッ素濃度による屈折率分布を求めた。この結果とプリフォームアナライザに得られた屈折率分布とを比較することで、脈理による測定不良が起こっているかどうかの判断を行った。

[0071] スート1層の厚さを薄くするためには、バーナのトラバース速度や光ファイバ用コアロッド6の主軸回転数でも調整可能である。本発明者の検討した限りでは、バーナトラバース速度を速くすることがより効果的であることを確認している。

[0072] 以上のように、平均かさ密度 x (g/cm^3) が $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲において、バーナ1本で作製するスート1層の厚さ y (mm) を、 $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$ の範囲とすることにより、脈理の発生を抑制できる。特に、平均かさ密度 x (g/cm^3) が $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲において、スート層1層の厚さ y (mm) が $0.1 \leq y \leq 0.4$ の範囲である場合、効率よくスート層の堆積を行うことができる。また、上記の条件を満たす場合には、スート層を重ねて堆積した場合でもかさ密度の収縮を考慮しなくてよい。

実施例

[0073] 以下、実施例により本発明の実施形態を詳しく説明する。

[0074] まず実施例1として、VAD法で作製した $\phi 42 \times 1200$ mmの光ファイバ用コアロッド（平均コア比屈折率差 Δ_1 : 0.35%）に対し、マルチノズル型の石英バーナを8本用いてガラス微粒子の外付けを実施した。ガス流量は SiCl_4 流量: 2~5 SLM、酸素流量: 18~35 SLM、水素流量: 25~45 SLM、シール用のArガス: 1 SLMとした。ターゲットとなる光ファイバ用コアロッドの主軸回転速度は25 rpmとし、各バーナのトラバース速度は220 mm/minとした。

[0075] 外付け中の石英多孔質体の表面温度をサーモトレーサ（NEC三栄製 TH3104MR）を用いて測定したところ、最内層の堆積時で1050℃、最外層の外付け時で880℃であった。

外付け中はかさ密度の測定を以下の方法で連続的に行った。レーザを用いて、レーザ光源と石英多孔質体の表面との距離を測定し、そこから堆積したスート層の厚みを算出した。本実施例ではバーナ 2 本分での堆積層（2 層分に相当）作製毎に石英多孔質体の厚みを求め、求められた厚みを 2 で除した値を、バーナ 1 本で作製された各スート層の厚みとした。スート層の厚み、堆積重量、及び堆積距離から 1 層毎のかさ密度を算出した。

[0076] 外付け終了後の石英多孔質体の外径は $\phi 90\text{ mm}$ 、平均かさ密度は 0.43 g/cm^3 、各スート層のうちの最大のかさ密度は 0.55 g/cm^3 であった。また、算出したスート 1 層の厚さ（平均堆積厚さ）は 0.2 mm であった。

[0077] この石英多孔質母材を石英マッフル中にセットし、 He と SiF_4 の混合ガス中で焼結させ $\phi 50\text{ mm}$ の光ファイバ母材とした。この際、石英マッフル内の SiF_4 濃度は 1.5% とし、焼結が終了するまで SiF_4 ガスを使用した。

[0078] 焼結後の光ファイバ母材を $\phi 35\text{ mm}$ に延伸後、プリフォームアナライザを用いて屈折率分布を測定したところ、光ファイバ母材の径方向、長手方向ともに比屈折率差 Δ_3 は $-0.24\sim -0.26\%$ の範囲で安定していた。また屈折率データを用いて第 2 クラッド部（トレンチ部分）の凹凸度を算出したところ、 $\pm 0.5\%$ の変動となり良好であった。その後、第 3 クラッド部を外付け法により作製し、最終的な光ファイバ母材とした。

[0079] 次に、実施例 1 と同様の方法により、実施例 2 ～ 18 及び比較例 1 ～ 9 に係る光ファイバ母材を作製した。各実施例及び比較例の製造条件を表 1 ～ 表 4 にまとめる。実施例 2 ～ 18 及び比較例 1 ～ 9 に係る光ファイバ母材の作製条件は、表 1 ～ 表 4 に示したものの以外は実施例 1 と同じである。

[0080]

[表1]

[illegible]

[0081] [表2]

項目		実施例11	実施例12	実施例13	実施例14
平均コア Δ_1 (%)		0.35	0.33	0.34	0.37
主軸回転速度 (rpm)		25	25	25	25
バーナトラバース速度 (mm/min)		165	300	220	180
外付け時の温度 (°C)	max	980	1030	1000	1015
	min	840	900	870	880
平均かさ密度 (g/cm ³)		0.21	0.40	0.25	0.35
スート各層のうちの最大かさ密度 (g/cm ³)		0.30	0.51	0.33	0.47
スート層1層の厚さ (mm)		0.35	0.15	0.18	0.25
トレンチ部の比屈折率差 Δ_3 の変動 (%)		-0.24 ~ -0.25	-0.23 ~ -0.25	-0.24 ~ -0.25	-0.23 ~ -0.26
トレンチ部の屈折率分布の凹凸度 (%)		±0.3	±0.4	±0.3	±0.6
屈折率測定の可否		可能	可能	可能	可能
総合判定		良	良	良	良

[0082] [表3]

項目		実施例15	実施例16	実施例17	実施例18
平均コア Δ_1 (%)		0.34	0.36	0.35	0.34
主軸回転速度 (rpm)		25	25	25	25
バーナトラバース速度 (mm/min)		110	60	80	80
外付け時の温度 (°C)	max	1010	970	980	970
	min	890	830	870	820
平均かさ密度 (g/cm ³)		0.38	0.20	0.30	0.21
スート各層のうちの最大かさ密度 (g/cm ³)		0.50	0.32	0.51	0.31
スート層1層の厚さ (mm)		0.43	0.70	0.52	0.49
トレンチ部の比屈折率差 Δ_3 の変動 (%)		-0.25 ~ -0.28	-0.25 ~ -0.26	-0.24 ~ -0.26	-0.24 ~ -0.25
トレンチ部の屈折率分布の凹凸度 (%)		±1.0	±0.3	±0.6	±0.4
屈折率測定の可否		可能	可能	可能	可能
総合判定		良	良	良	良

[0083] [表4]

項目		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
平均コア Δ_1 (%)		0.34	0.35	0.34	0.35	0.34	0.40
主軸回転速度 (rpm)		25	25	30	25	25	25
バーナトラバース速度 (mm/min)		110	220	110	110	330	220
外付け時の温度 (°C)	max	1040	1150	1030	1130	1140	1140
	min	880	970	850	980	950	880
平均かさ密度 (g/cm ³)		0.42	0.55	0.41	0.56	0.56	0.42
スート各層のうちの最大かさ密度 (g/cm ³)		0.53	0.65	0.53	0.65	0.61	0.61
スート層1層の厚さ (mm)		0.45	0.22	0.43	0.46	0.12	0.23
トレンチ部の比屈折率差 Δ_3 の変動 (%)		-0.23	-0.18	-0.23	-0.23	-0.17	-0.12
		~ -0.32	~ -0.25	~ -0.28	~ -0.31	~ -0.25	~ -0.24
トレンチ部の屈折率分布の凹凸度 (%)		±2.5	±0.6	±1.5	±2.5	±0.2	±0.4
屈折率測定可否		不可	可能	不可	不可	可能	可能
総合判定		不良	不良	不良	不良	不良	不良

[0084]

[表5]

項目		比較例7	比較例8	比較例9
平均コア Δ_1 (%)		0.33	0.35	0.35
主軸回転速度 (rpm)		25	25	25
バーナトラバース速度 (mm/min)		100	400	180
外付け時の温度 (°C)	max	1050	1150	880
	min	900	980	730
平均かさ密度 (g/cm ³)		0.41	0.55	0.15
スート各層のうちの最大かさ密度 (g/cm ³)		0.53	0.63	0.19
スート層1層の厚さ (mm)		0.55	0.08	0.30
トレンチ部の比屈折率差 Δ_3 の変動 (%)		-0.25 ~ -0.32	-0.2 ~ -0.32	未測定
トレンチ部の屈折率分布の凹凸度 (%)		±3.2	±1.5	未測定
屈折率測定の可否		不可	不可	未測定
総合判定		不良	不良	不良

[0085] 実施例1、2及び比較例1より、ほぼ同等の平均かさ密度（0.42 g/cm³）であっても、スート層1層の厚みが0.45 mmと厚い場合には（比較例1）、第2クラッド部の屈折率分布の凹凸度が±2.5%と大きくなった。比較例1では脈理の強い影響により光ファイバ母材の屈折率分布測定が正確に行えなかった。図5Bに示すように、母材の比屈折率は光ファイバ母材の外径方向で-0.23~-0.32%と大きく変動する測定結果となった。その結果、光ファイバ母材での特性推定が困難になった。

[0086] 比較例2と実施例3とではスート層1層の厚さが0.21~0.22 mmと薄いため、脈理の影響は見られず、いずれも屈折率測定が可能であった。

実施例 3 では第 2 クラッド部の平均かさ密度が 0.49 g/cm^3 であり、光ファイバ母材の径方向、長手方向ともに第 2 クラッド部の比屈折率差の変動は小さく、良好な特性安定性を示した。

[0087] 一方、比較例 2 では、第 2 クラッド部の外付け時の平均かさ密度が 0.55 g/cm^3 と大きいため、光ファイバ母材の中心付近までフッ素を拡散させることができなかった。そのため、第 2 クラッド部の比屈折率差は第 2 クラッド部の内周側で -0.18% 、外周側で -0.25% となり、径方向でのフッ素添加むらが発生した。

[0088] 比較例 3 では、主軸回転速度を上げることで、比較例 1 と比較して、平均かさ密度はほぼ同程度であったが、スート 1 層の厚さを 0.43 mm と薄くすることができた。しかし第 2 クラッド部の凹凸度が $\pm 1.5\%$ であり、屈折率分布の測定が正確に行えなかった。これより、 $\pm 1.5\%$ の凹凸度では、特性安定化には不十分であることがわかった。

[0089] 比較例 1 と比較例 4 との結果より、スート層 1 層の厚みを変更せず、平均かさ密度を低下しただけでは、第 2 クラッド部の凹凸度はほとんど改善しないことがわかった。すなわち、単純に平均かさ密度を下げるだけでは、脈理は改善せず、光ファイバ母材の特性安定化には寄与できないことがわかった。

[0090] 実施例 4 の結果より、スート層 1 層の厚みが 0.39 mm であれば第 2 クラッド部の脈理の影響は小さく（凹凸度 $\pm 1.2\%$ ）、正確な屈折率分布を測定することができた。また平均かさ密度が 0.5 g/cm^3 と低いため、光ファイバ母材の径方向、長手方向ともに第 2 クラッド部の比屈折率差の変動は小さく、良好な特性安定性を示した。

[0091] 実施例 5 の結果より、平均かさ密度を 0.2 g/cm^3 と低くしても、スート割れなく作製可能なことを確認した。またスート層 1 層の厚さを 0.1 mm まで薄くすることで、脈理がほぼ認められないレベル（凹凸度で $\pm 0.2\%$ ）となった。その結果、第 2 クラッド部の比屈折率差は第 2 クラッド部の内周側で -0.24% 、外周側で -0.25% となり、フッ素添加も均一に

することができた。

- [0092] また、比較例 5 の結果より、スート層 1 層あたりの厚さが 0.12 mm と薄い場合、脈理はほとんど見られなかった。しかし平均かさ密度が 0.56 g/cm^3 と大きいと、フッ素が石英多孔質体の中心側まで拡散せず、第 2 クラッド部の比屈折率差の変動が大きい結果となった。このため、第 2 クラッド部のサイズが設計通りにならずに、曲げ損失の特性が悪化する結果となった。
- [0093] 実施例 6 ～実施例 10 では、コア部の比屈折率差 Δ_1 、外付け法で作製した第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 を変えているが、実施例 1 と同様の凹凸度、比屈折率差 Δ_3 の変動を示し、いずれも良好な結果であった。このことからコア部の比屈折率差 Δ_1 と第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 とによらず、スート層 1 層の厚さと、平均かさ密度を制御することで、フッ素が均一に添加された光ファイバ母材を歩留まりよく作製できることがわかった。
- [0094] 比較例 6 は、外付け開始時の石英多孔質体の表面温度が高く、最大かさ密度が大きくなった以外は実施例 1 と同様の条件である。しかし、屈折率分布の測定の結果、第 2 クラッド部の内側の領域においてフッ素が添加されていないことがわかった。かさ密度が大きくなることで、フッ素系ガスが石英多孔質体の内部に拡散しにくくなり、反応が進まなかったことが原因と考えられる。その結果、第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 の変動量が大きくなり、特性変動が発生した。
- [0095] 実施例 11 では、実施例 2 とバーナトラバース速度が 165 mm/min と同じであるが、外付け時の石英多孔質体の表面温度が低いため、平均かさ密度が低下した。平均かさ密度が低いことで第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 の変動は小さくなった。また、第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度も $\pm 0.3\%$ と低く、屈折率測定も問題なくでき、良好であった。
- [0096] 実施例 12 では、実施例 6 ～10 よりもバーナトラバース速度が 300 mm/min と速く、スート層 1 層の厚さが薄くなった。そのため、第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度も $\pm 0.4\%$ と低くなり、良好な結果となった。

- [0097] 実施例 13 では、実施例 6～10 とバーナトラバース速度が同じであるが、外付け時の石英多孔質体の表面温度が低い。そのため、平均かさ密度が低下した。この結果、第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 の変動が小さくなり、また第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度も低く、良好であった。
- [0098] 実施例 14 では、実施例 6～10 よりもバーナトラバース速度が 180 mm/min と遅く、スート層 1 層の厚さが厚くなった。しかし、平均かさ密度が 0.35 g/cm^3 と低かった。そのため、第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 の変動、及び第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度は同程度となり、良好であった。
- [0099] 実施例 15 では、比較例 1, 3 と同じバーナトラバース速度であるが、スート層 1 層の厚さが 0.4 mm 以上となった。しかし、外付け時の温度を低くしたため、平均かさ密度が 0.38 g/cm^3 と小さくなった。その結果、第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度も $\pm 1.0\%$ に抑えられた。そのため屈折率測定も問題なくでき、良好であった。このことから、スート層 1 層の厚さが 0.4 mm 以上であっても、平均かさ密度が 0.4 g/cm^3 以下であればよいことがわかった。
- [0100] 実施例 16～18 では、バーナトラバース速度を遅くすることで、スートの厚さを $0.49 \sim 0.70 \text{ mm}$ と厚めとした。また、外付け時の温度を低く調整することで、平均かさ密度も $0.20 \sim 0.30 \text{ g/cm}^3$ に低くできた。その結果、第 2 クラッド部の比屈折率差 Δ_3 の変動も小さく、第 2 クラッド部の屈折率の凹凸度も小さく抑えることができ、良好な結果が得られた。
- [0101] 実施例 1～10 及び比較例 1～6 の結果を表 6 にまとめる。また、全ての実施例及び比較例の結果をまとめると図 7 のようになる。表 6 及び図 7 によれば、かさ密度の平均値（石英多孔質体に含まれる全てのスート層のかさ密度の平均である平均かさ密度） $x \text{ (g/cm}^3\text{)}$ を、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲として且つ、複数のスート層の平均堆積厚さ $y \text{ (mm)}$ を $0.1 \leq y \leq 4.0x^2 - 3.8x + 1.3$ の範囲（図 7 において破線で囲まれた範囲）とすることが良好な結果を得る上で有効であることがわかる。特に、平均かさ密

度 x (g/cm^3) が $0.2 \leq x \leq 0.5$ の範囲において、スート層 1 層の厚さ y (mm) を $0.1 \leq y \leq 0.4$ の範囲とすることにより、効率よくスート層の堆積を行うことができる。また、この範囲であっても、各スート層におけるかさ密度の最大値が $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ よりも大きい場合には第 2 クラッド部の比屈折率差の変動が大きくなるため（比較例 6）、かさ密度の最大値は $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下であることが必要である。

[0102] [表6]

		スート層 1 層の厚さ(mm)			
		0.10~0.12	0.20~0.23	0.39~0.40	0.43~0.46
平均 かさ密度 (g/cm^3)	0.2	実施例 5: 良			
	0.40~0.44		実施例 1: 良 比較例 6: 不良 実施例 6~10: 良	実施例 2: 良	比較例 1: 不良 比較例 3: 不良
	0.49~0.50		実施例 3: 良	実施例 4: 良	
	0.55~0.56	比較例 5: 不良	比較例 2: 不良		比較例 4: 不良

[0103] 以上のように、本実施形態の石英多孔質体、光ファイバ母材、石英多孔質体の製造方法、及び、光ファイバ母材の製造方法によれば、スート層の内部に均一且つ効率的にフッ素添加を行うことができる。そのため、このような光ファイバ母材を線引きして光ファイバを作製すれば、曲げによる損失が少なく、一般的な伝送用光ファイバとの接続性に優れた図 1 に示したような光ファイバを低コストで提供することが可能となる。

産業上の利用可能性

[0104] 本発明によれば、スート層の内部に均一且つ効率的にフッ素添加を行うことができ、曲げによる損失が少なく、一般的な伝送用光ファイバとの接続性に優れた光ファイバを提供できる。

符号の説明

- [0105]
- 1 コア
 - 2 第 1 クラッド層
 - 3 第 2 クラッド層
 - 4 第 3 クラッド層
 - 5 石英多孔質体

6 光ファイバ用コアロッド

8, 10, 11, 12, 13 バーナ

14, 15, 16 スート層（バーナ 1 本あたりで堆積されるガラス微粒子の層）

17 光ファイバ

21 コア部

22 第 1 クラッド部

23 第 2 クラッド部

24 第 3 クラッド部

25 光ファイバ母材

61, 62 脈理

請求の範囲

- [請求項1] 光ファイバ用コアロッドの周囲に複数のバーナを配置する工程と；
前記複数のバーナによって前記光ファイバ用コアロッドの外周面上に複数のスート層を堆積させる堆積工程と；
を備える石英多孔質体の製造方法であって、
前記堆積工程では、前記複数のスート層それぞれを、前記複数のバーナの1によって形成して且つ、前記各スート層を、平均かさ密度を x (g/cm^3)、堆積厚さを y (mm) としたときに、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 4.0$ 、 $x^2 - 3.8x + 1.3$ を満たし、前記複数のスート層のかさ密度の最大値が $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下となるように堆積することを特徴とする石英多孔質体の製造方法。
- [請求項2] 前記各スート層を、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 0.4$ を満たすように堆積することを特徴とする請求項1に記載の石英多孔質体の製造方法。
- [請求項3] 前記光ファイバ用コアロッドをVAD法により作製することを特徴とする請求項1に記載の石英多孔質体の製造方法。
- [請求項4] 請求項1又は3に記載の製造方法により製造された石英多孔質体をフッ素系ガス中で脱水及び焼結することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。
- [請求項5] 光ファイバ用コアロッドの外周面上に堆積させた複数のスート層を有する石英多孔質体であって、
前記複数のスート層のかさ密度の最大値が $0.6 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下であり、
前記各スート層は、平均かさ密度を x (g/cm^3)、堆積厚さを y (mm) としたときに、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 4.0$ 、 $x^2 - 3.8x + 1.3$ を満たすことを特徴とする石英多孔質体。
- [請求項6] 前記各スート層が、 $0.2 \leq x \leq 0.5$ 及び $0.1 \leq y \leq 0.4$ を

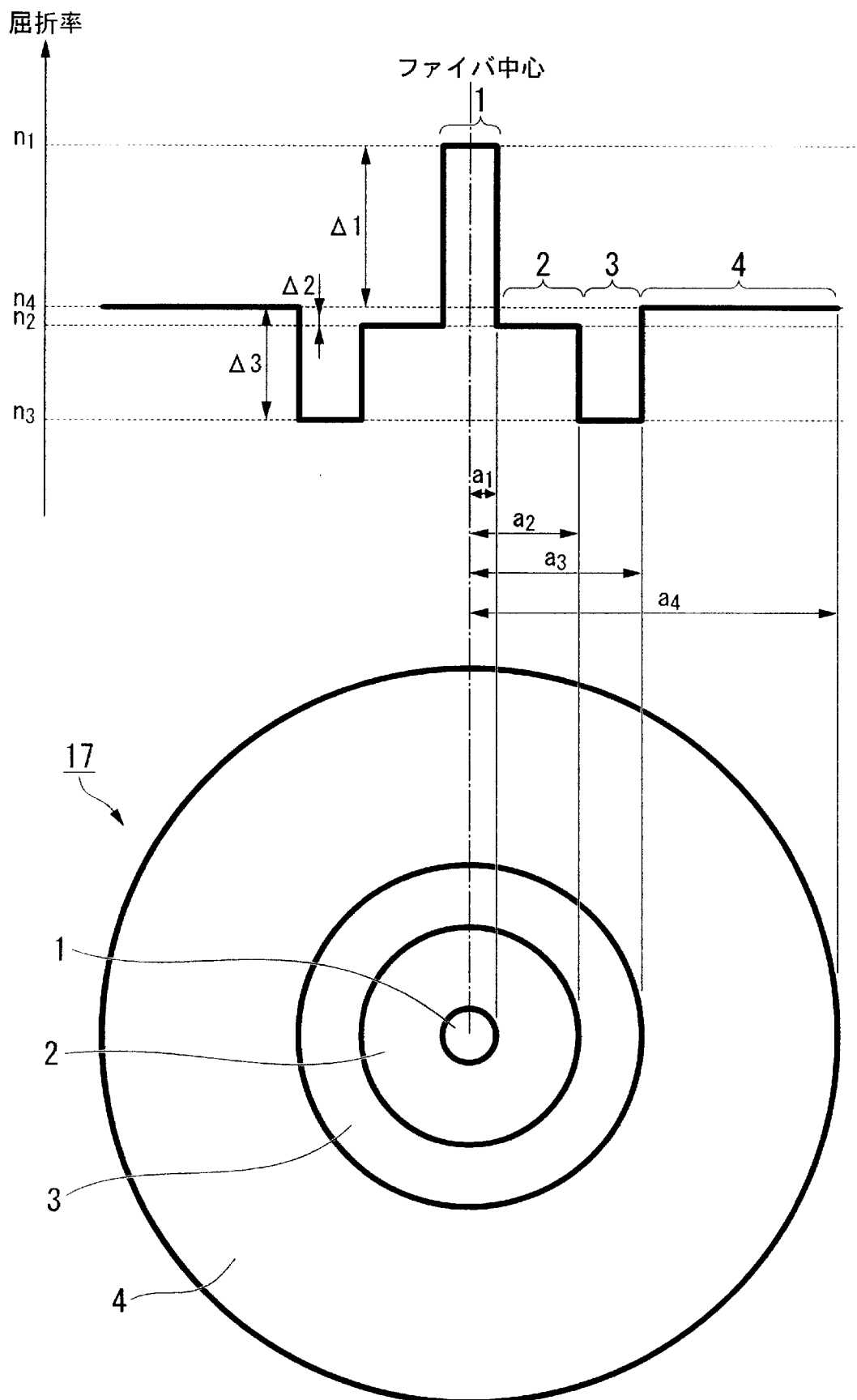
満たす

ことを特徴とする請求項 5 に記載の石英多孔質体。

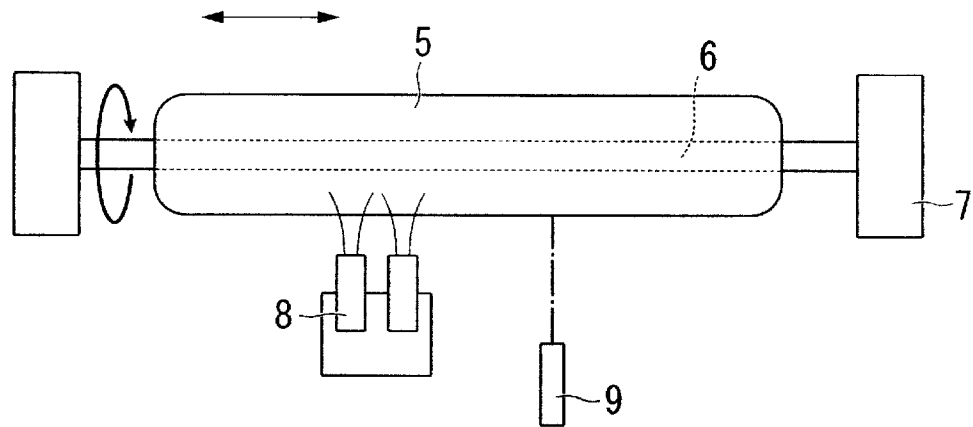
[請求項 7] 請求項 5 に記載の石英多孔質体がフッ素系ガス中で脱水及び焼結されてなる

ことを特徴とする光ファイバ母材。

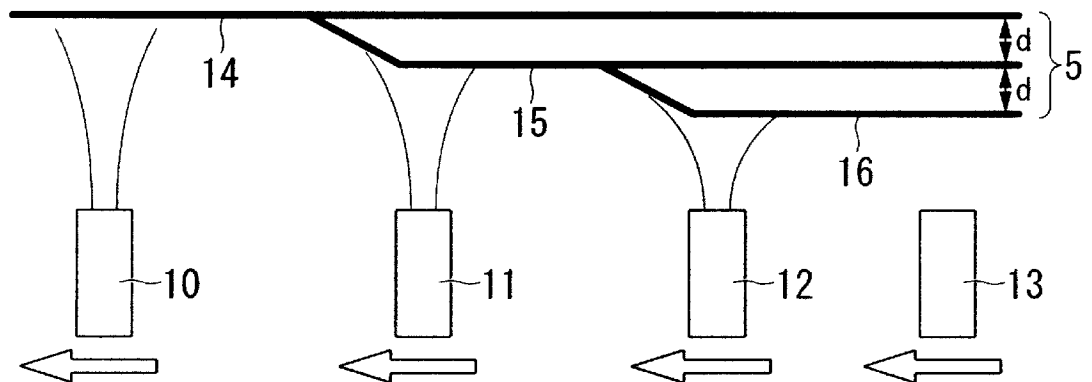
[図1]



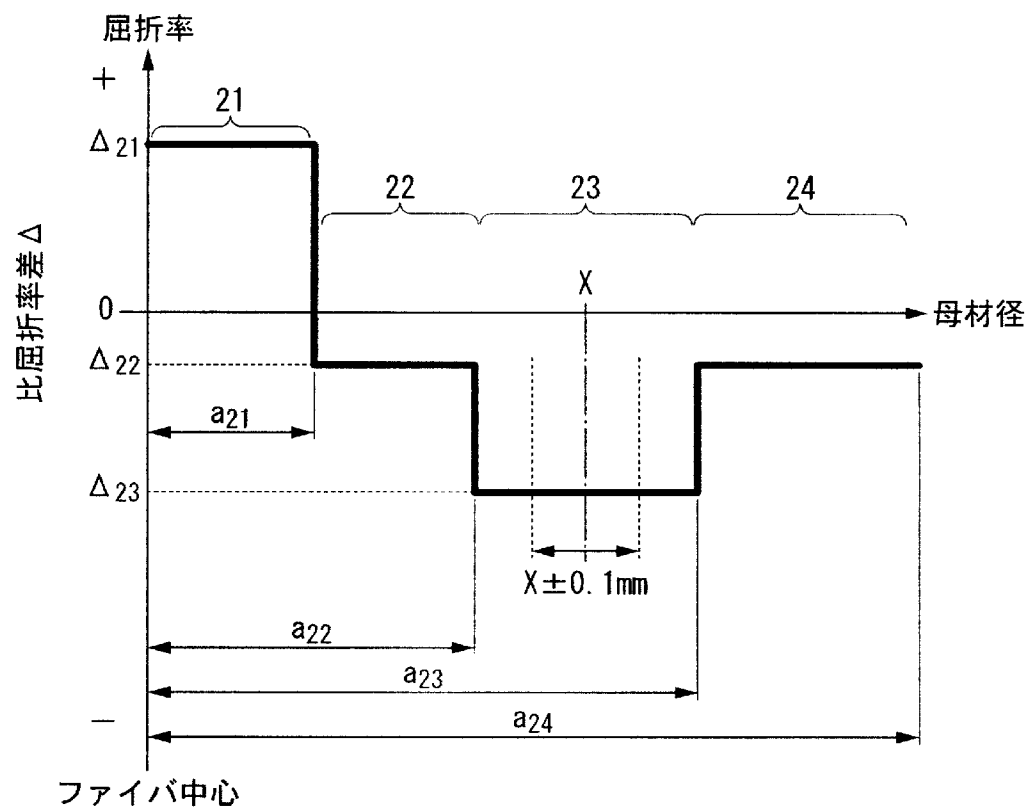
[図2]



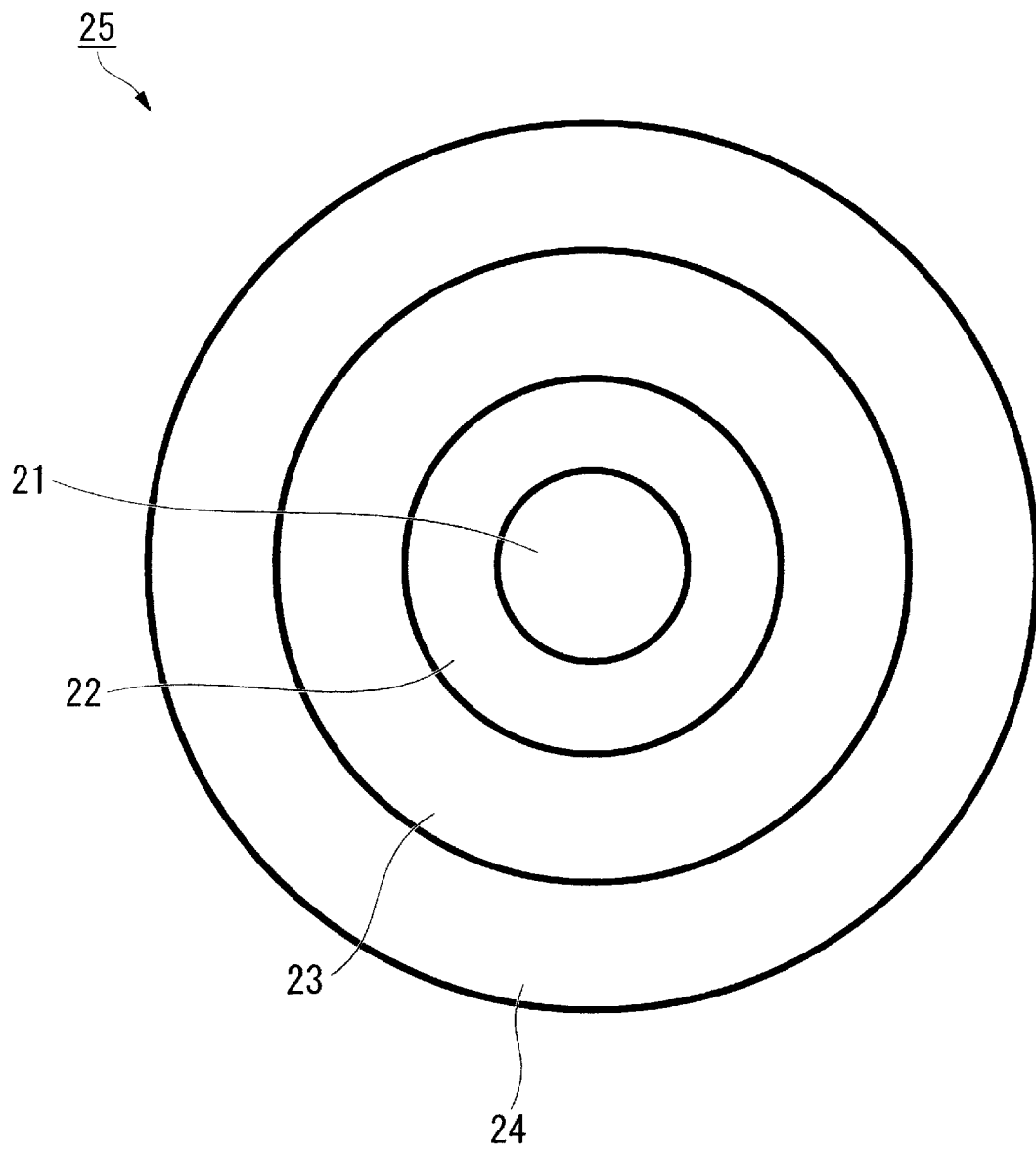
[図3]



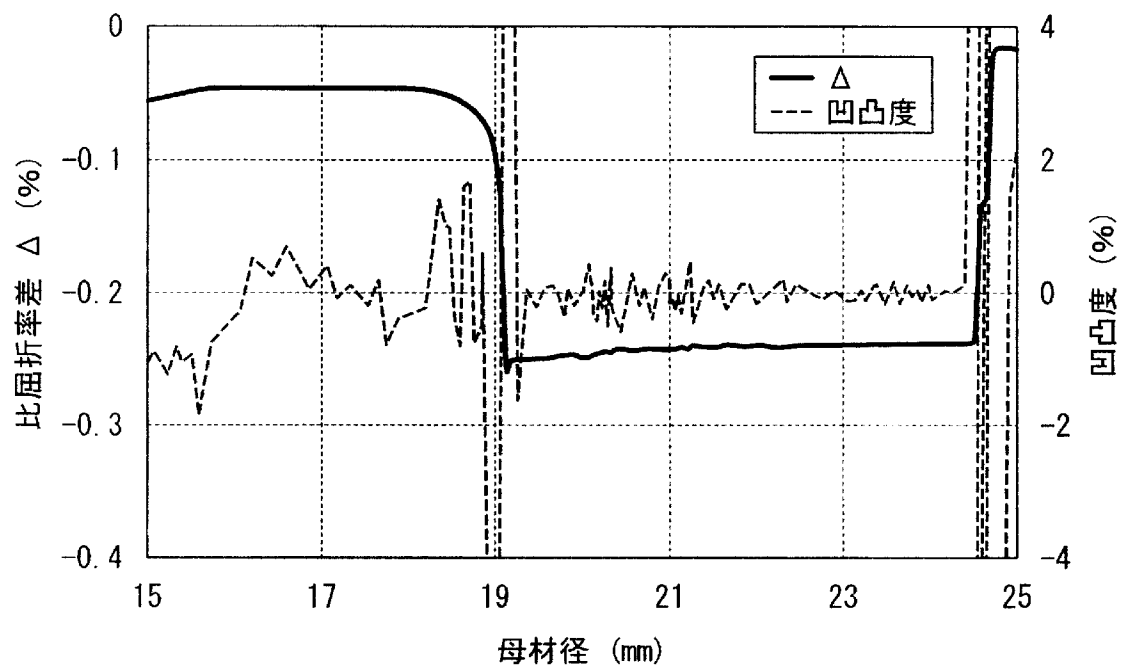
[図4A]



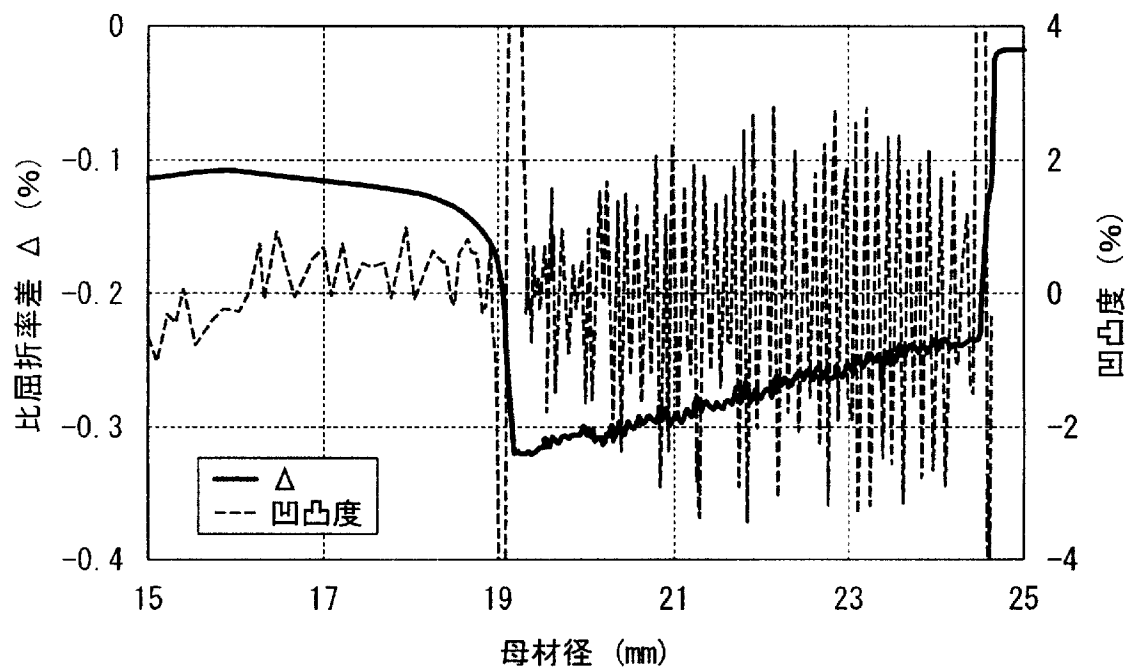
[図4B]



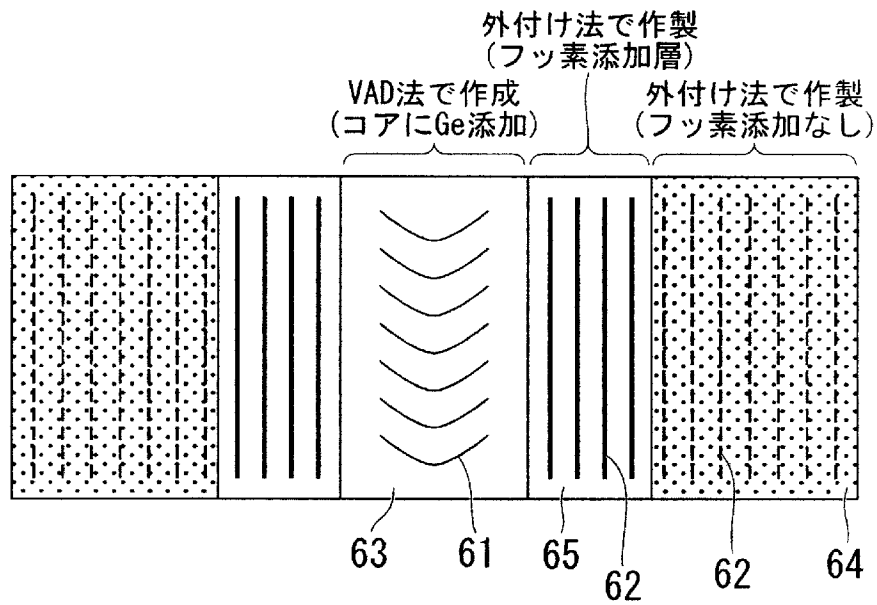
[図5A]



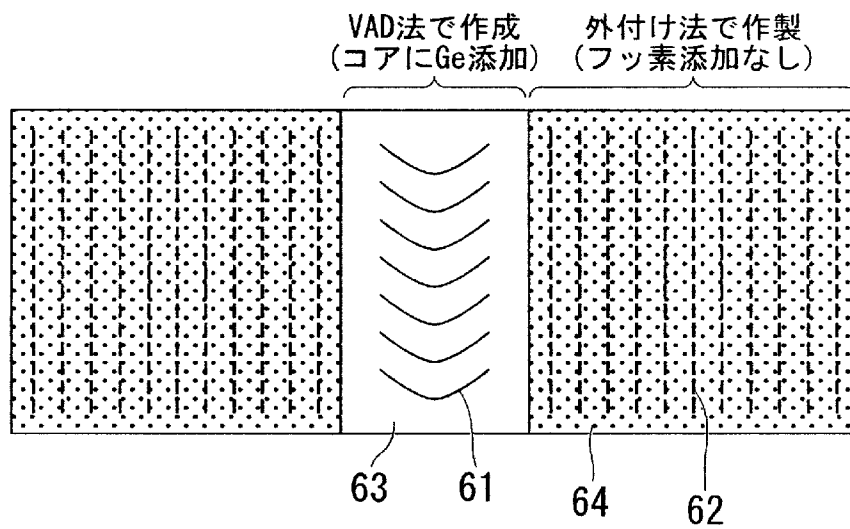
[図5B]



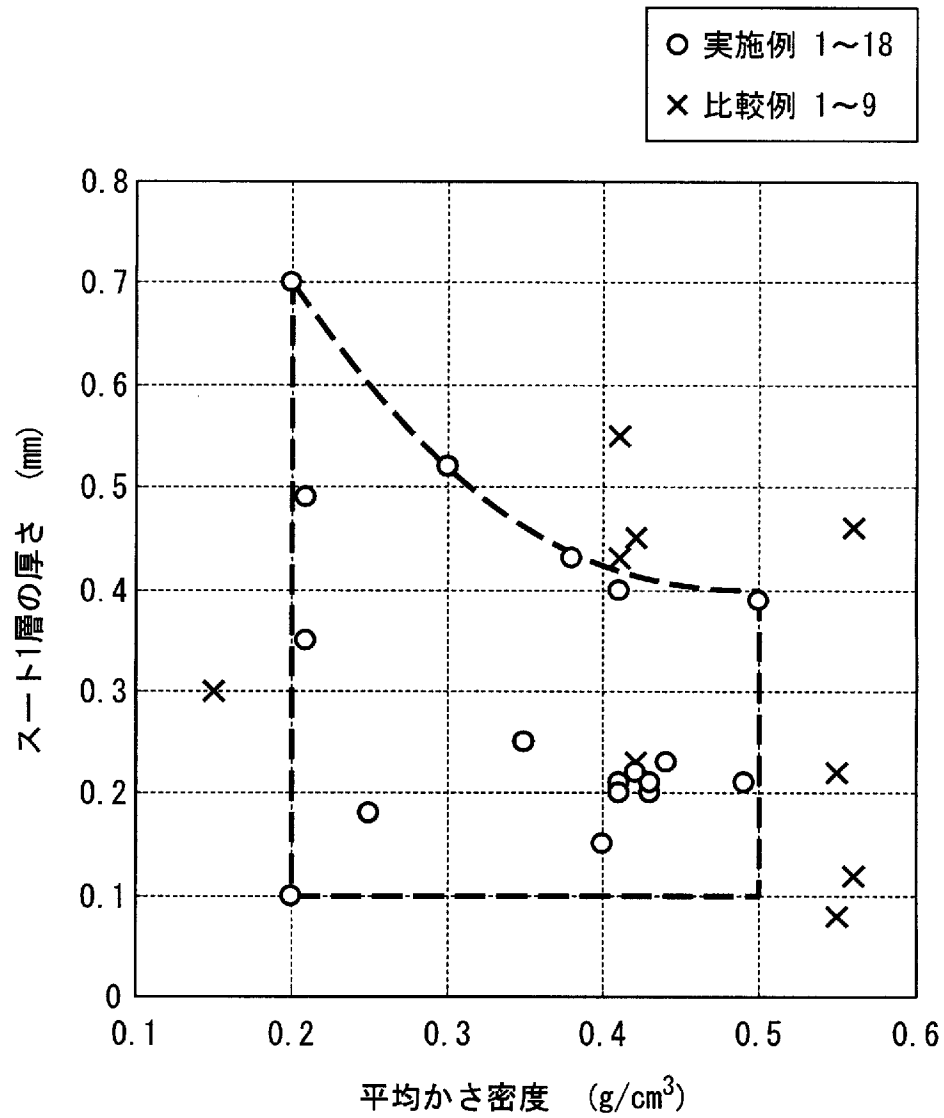
[図6A]



[図6B]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/054901

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C03B37/018(2006.01) i, C03B37/014(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 1996-2011

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

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	JP 11-157865 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 15 June 1999 (15.06.1999), paragraphs [0009] to [0012] (Family: none)	1-7
Y	JP 62-191434 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 21 August 1987 (21.08.1987), page 2, lower right column, lines 3 to 6; page 3, upper right column, lines 2 to 16 (Family: none)	1-7

☒ 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
04 April, 2011 (04.04.11)Date of mailing of the international search report
12 April, 2011 (12.04.11)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/054901

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 2003-020241 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 24 January 2003 (24.01.2003), paragraph [0003] (Family: none)	1-7
A	JP 63-074931 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 05 April 1988 (05.04.1988), claims (Family: none)	1-7
A	JP 2000-272930 A (Mitsubishi Cable Industries, Ltd.), 03 October 2000 (03.10.2000), claims (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））
Int.Cl. C03B37/018(2006.01)i, C03B37/014(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 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 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	JP 11-157865 A（古河電気工業株式会社）1999.06.15, [0009]-[0012] （ファミリーなし）	1-7
Y	JP 62-191434 A（住友電気工業株式会社）1987.08.21, 第2頁右下 欄3行-6行, 第3頁右上欄2行-16行（ファミリーなし）	1-7
Y	JP 2003-020241 A（古河電気工業株式会社）2003.01.24, [0003]（フ ァミリーなし）	1-7

☒ 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

0 4 . 0 4 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

1 2 . 0 4 . 2 0 1 1

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100-8915

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

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

4 T

4 4 2 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
A	JP 63-074931 A (住友電気工業株式会社) 1988. 04. 05, 特許請求の 範囲 (ファミリーなし)	1-7
A	JP 2000-272930 A (三菱電線工業株式会社) 2000. 10. 03, 特許請求 の範囲 (ファミリーなし)	1-7