(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
2019年12月19日(19.12.2019)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2019/239705 A1

(51) 国際特許分類:
C03B 37/018 (2006.01) *C03B 8/04* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2019/016024

(22) 国際出願日： 2019年4月12日(12.04.2019)

(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 2018-112188 2018年6月12日(12.06.2018) JP

(71) 出願人: 株式会社フジクラ(**FUJIKURA LTD.**) [JP/JP]; 〒1358512 東京都江東区木場１－５－１ Tokyo (JP).

(72) 発明者: 佐藤 信敏(**SATO Nobutoshi**); 〒2858550 千葉県佐倉市六崎１４４０ 株式会社フジクラ佐倉事業所内 Chiba (JP).

(74) 代理人: 棚井 澄雄, 外 (**TANAI Sumio** 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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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.

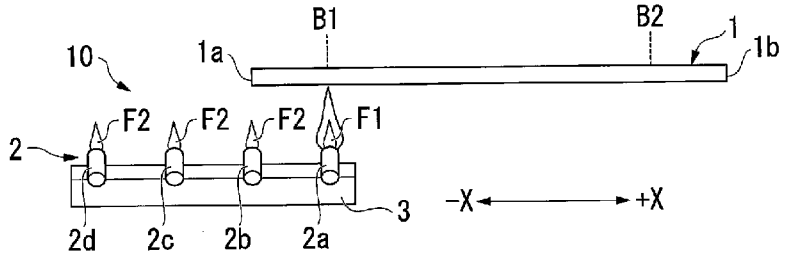
(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 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)）

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING POROUS GLASS MICROPARTICLES AND METHOD FOR PRODUCING OPTICAL FIBER PREFORM

(54) 発明の名称： 多孔質ガラス微粒子体の製造方法および光ファイバ母材の製造方法



(57) Abstract: This method for producing porous glass microparticles has a first layer formation step for forming a first soot layer on the surface of a starting base material, and an outer layer formation step for forming a plurality of soot layers on the outside of the first soot layer. In the first layer formation step, the first soot layer is formed continuously in the longitudinal direction without any breaks. In the outer layer formation step, a burner group is moved in a reciprocating manner in the longitudinal direction relative to the starting base material while a raw material gas is supplied to each burner to form the soot layers.

(57) 要約：多孔質ガラス微粒子体の製造方法は、出発母材の表面に第１スート層を形成する第１層形成工程と、第１スート層の外側に複数のスート層を形成する外層形成工程と、を有する。第１層形成工程では、長手方向で切れ目なく連続的に第１スート層を形成する。外層形成工程では、各バーナーに原料ガスを供給してスート層を形成しながら、バーナー群を出発母材に対して長手方向に往復運動させる。

WO 2019/239705 A1

明　細　書

発明の名称 ：

多孔質ガラス微粒子体の製造方法および光ファイバ母材の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、多孔質ガラス微粒子体の製造方法および光ファイバ母材の製造方法に関する。

本願は、２０１８年６月１２日に、日本に出願された特願２０１８－１１２１８８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] 従来から、特許文献１に示されるように、ガラスロッドなどの出発母材にガラス微粒子を堆積させてスートを形成する、多孔質ガラス微粒子体の製造方法が知られている。この種の多孔質ガラス微粒子体を焼結させると、光ファイバなどを製造するための光ファイバ母材を得ることができる。

また、特許文献１の製造方法では、並べて配置された複数のバーナーを、出発母材に対して往復移動させている。そして、出発母材に対するガラス微粒子（スート）の堆積開始時からいくつかの層を堆積させるまでは、往復移動の折り返し位置を固定とし、その後は往復移動毎に折り返し位置を移動させている。この構成により、出発母材とスートとの界面に生じるずれを抑制することが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開２０１６－４４０８７号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 特許文献１の製造方法により得られる多孔質ガラス微粒子体では、スート層同士の長手方向における境界面と、出発母材とスート層との境界面と、が交差してしまう。このように、２つの境界面が交差すると、当該交差部で界

面ずれ、白濁、気泡の混入などの不良が生じやすくなってしまう。

上記のような不良は、例えば単一のバーナーを往復運動させてスートを堆積させることで改善できるが、この場合にはスートの堆積に要する時間が増大して製造効率が低下してしまう。

[0005] 本発明はこのような事情を考慮してなされ、製造効率を維持しながら、スート層と出発母材との境界面における不良が発生することを抑制した多孔質ガラス微粒子体の製造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

[0006] 上記課題を解決するために、本発明の一態様に係る多孔質ガラス微粒子体の製造方法は、回転する出発母材の長手方向に沿ってバーナー群を前記出発母材に対して移動させ、前記バーナー群の火炎に原料ガスを放出することで前記出発母材の表面に複数のスート層を形成する多孔質ガラス微粒子体の製造方法であって、前記出発母材の表面に第１スート層を形成する第１層形成工程と、前記第１スート層の外側に複数のスート層を形成する外層形成工程と、を有し、前記第１層形成工程では、前記長手方向で切れ目なく連続的に前記第１スート層を形成し、前記外層形成工程では、前記バーナー群に含まれる各バーナーに原料ガスを供給してスート層を形成しながら、前記バーナー群を前記出発母材に対して前記長手方向に往復運動させる。

発明の効果

[0007] 本発明の上記態様によれば、製造効率を維持しながら、スート層と出発母材との境界面における不良が発生することを抑制した多孔質ガラス微粒子体の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1A]第１実施形態に係る多孔質ガラス微粒子体の製造方法を説明する図である。

[図1B]図１Ａに続く工程を示す図である。

[図1C]図１Ｂに続く工程を示す図である。

[図1D]図１Ｃに続く工程を示す図である。

[図2]第１実施形態に係る製造方法により得られる多孔質ガラス微粒子体の図である。

[図3A]第２実施形態に係る多孔質ガラス微粒子体の製造方法を説明する図である。

[図3B]図３Ａに続く工程を示す図である。

[図3C]図３Ｂに続く工程を示す図である。

[図3D]図３Ｃに続く工程を示す図である。

[図3E]図３Ｄに続く工程を示す図である。

[図3F]図３Ｅに続く工程を示す図である。

[図4]第２実施形態に係る製造方法により得られる多孔質ガラス微粒子体の図である。

発明を実施するための形態

[0009] （第１実施形態）

以下、第１実施形態の多孔質ガラス微粒子体の製造方法について図面に基づいて説明する。本実施形態により得られる多孔質ガラス微粒子体は、例えばＯＶＤ法（Outside Vapor Deposition method）またはＶＡＤ法（Vapor phase Axial Deposition method）などに適用することで、光ファイバ母材を得ることができる。なお、本発明は以下の実施形態に限定されない。

[0010] ＯＶＤ法とは、ガラスロッド等の出発母材の外表面にガラス微粒子を堆積させてスート層を形成し、多孔質ガラス微粒子体を得た後、スート層を加熱により焼結して光ファイバ母材を得る方法である。

ＶＡＤ法は、ガラスロッド等の出発母材の先端部からガラス微粒子の堆積を開始して、円柱状のスート層を形成し、多孔質ガラス微粒子体を得た後、スート層を加熱により焼結させることで、光ファイバ母材を得る方法である。

ただし、本実施形態により得られる多孔質ガラス微粒子体の用途は、光ファイバ母材の製造に限定されない。

[0011] 図１Ａに示すように、本実施形態の多孔質ガラス微粒子体の製造装置１０

は、複数のバーナー２ａ～２ｄを有するバーナー群２と、固定台３と、ガス供給装置（不図示）と、を備えている。なお、バーナー群２に含まれるバーナーの数は適宜変更してもよい。

複数のバーナー２ａ～２ｄは、出発母材１の長手方向Ｘに沿って、並べて配置されている。出発母材１は、石英ガラス製のガラスロッドなどである。出発母材１の両端（第１端部１ａおよび第２端部１ｂ）は、一対の回転チャック（不図示）により支持されている。回転チャックにより、出発母材１は反応容器（不図示）内で回転させられる。

[0012]（方向定義）

本明細書では、出発母材１の長手方向を、単に長手方向Ｘという。長手方向Ｘに沿って、バーナー２ａ側を＋Ｘ側といい、バーナー２ｄ側を－Ｘ側という。すなわち、バーナー２ａ（第１バーナー）、バーナー２ｂ（第２バーナー）、バーナー２ｃ（第３バーナー）、およびバーナー２ｄ（第４バーナー）は、＋Ｘ側から－Ｘ側に向けて、この順に配置されている。

[0013] 複数のバーナー２ａ～２ｄは、固定台３に固定されており、長手方向Ｘに等間隔を空けて配置されている。固定台３は、不図示のレールに沿って、長手方向Ｘに移動可能となっている。すなわち、バーナー群２は、出発母材１の長手方向Ｘに沿って、出発母材１に対して相対移動可能である。

本実施形態では、バーナー群２が長手方向Ｘに往復するように移動する。ただし、バーナー群２を静止させたまま、出発母材１を長手方向Ｘに沿って往復させても良い。すなわち、バーナー群２は、長手方向Ｘに沿って出発母材１に対して相対往復運動することができればよい。

[0014] 各バーナー２ａ～２ｄには、不図示のガス供給装置が接続されている。ガス供給装置は、バーナー２ａ～２ｄに、種火Ｆ２の燃料、原料ガス、酸素ガスなどを供給する。なお、種火Ｆ２の燃料の供給装置と原料ガスの供給装置とは別であってもよい。

[0015] ここで本明細書では、バーナー２ａ～２ｄに原料ガスが供給されて、ガラス微粒子を生成している際の火炎を生成火炎Ｆ１という。また、バーナー２

ａ～２ｄに原料ガスが供給されておらず、ガラス微粒子を生成していない状態の火炎を種火Ｆ２という。また、単に「火炎」といった場合には、生成火炎Ｆ１および種火Ｆ２の両方を含むものとする。

なお、火炎（生成火炎Ｆ１また種火Ｆ２）の火力などの設定は、バーナー２ａ～２ｄごとに異なっていてもよいし、共通であってもよい。また当該設定を、バーナー群２の往復運動の回数に伴って変化させてもよい。

[0016] 本実施形態における多孔質ガラス微粒子体の製造方法では、生成火炎Ｆ１を生じさせていない間も、常時、種火Ｆ２を生じさせている。これにより、バーナー２ａ～２ｄに原料ガスが供給されたときに、スムーズにガラス微粒子の生成を開始することができる。ただし、原料ガスを供給する前は種火Ｆ２を消火しておき、原料ガスを供給する直前に種火Ｆ２を生じさせてもよい。また、原料ガスを供給する前は種火Ｆ２の火力を弱くしておき、原料ガスを供給する直前までに種火Ｆ２の火力を強くするなど、種火Ｆ２の火力を変化させてもよい。

[0017] バーナー２ａ～２ｄは、可燃性ガス（例えば、水素ガスやメタンなど）と酸素との混合ガス等で種火Ｆ２を生じさせる。その種火Ｆ２中に原料ガスを放出して生成火炎Ｆ１を生じさせ、酸化反応または加水分解反応によってガラス微粒子を生成する。このガラス微粒子が、出発母材１の表面に堆積（デポジション）してスートを形成することで、多孔質ガラス微粒子体２０が得られる。

[0018] 原料ガスとしては、例えば四塩化ケイ素（$SiCl_4$）や、ケイ素含有有機化合物を用いることができる。ケイ素含有有機化合物としては、環状シロキサンＤ３（ヘキサメチルシクロトリシロキサン）、Ｄ４（オクタメチルシクロテトラシロキサン、ＯＭＣＴＳ）、Ｄ５（デカメチルシクロペンタシロキサン）などのアルキルシロキサンを用いることができる。ここで、上記のケイ素含有有機化合物の「Ｄ」は、［$(CH_3)_2$－Ｓｉ］－Ｏ－のユニットを意味し、例えばＤ４はＤユニットが４つ環状につながった構造を意味する。ケイ素含有有機化合物は、酸化反応させても塩酸を発生させないため、環境

負荷の低減や、塩酸の処理設備が不要となることによる製造コスト低減などに寄与する。特に、Ｄ４は工業的に広く用いられ、比較的安価で入手しやすい。

[0019] 次に、多孔質ガラス微粒子体２０の具体的な製造方法について説明する。

[0020] （第１層形成工程）

まず、図１Ａ～図１Ｂに示す第１層形成工程を行う。より詳しくは、図１Ａに示すように、所定の第１境界位置Ｂ１にバーナー２ａがある状態で、バーナー２ａに原料ガスを供給する。これにより、バーナー２ａに生成火炎Ｆ１が生じ、ガラス微粒子の生成が開始される。このとき、バーナー２ｂ～２ｄには原料ガスを供給せず、種火Ｆ２を生じさせておく。

[0021] 次に、図１Ｂに示すように、バーナー群２（固定台３）を出発母材１に対して＋Ｘ側に移動させる。これにより、バーナー２ａの生成火炎Ｆ１によって生成したガラス微粒子が出発母材１に堆積し、第１スート層１１が形成される。第１スート層１１とは、出発母材１に対して最初に堆積するスート層である。

[0022] 第１層形成工程では、バーナー２ａが第１境界位置Ｂ１から第２境界位置Ｂ２に到達するまで、連続的にバーナー２ａに原料ガスを供給し、ガラス微粒子を生成する。これにより、第１スート層１１は長手方向Ｘで切れ目なく連続的に形成される。

なお、第１層形成工程において、バーナー２ｂ～２ｄに種火Ｆ２を生じさせておくことで、形成された第１スート層１１を加熱することができる。

[0023] （外層形成工程）

第１層形成工程の後で、図１Ｃ～図１Ｄに示す外層形成工程を行う。外層形成工程では、第１スート層１１の外側に複数のスート層１２～１４（図２参照）を形成する。なお、図２では簡略化して表示しているが、外層形成工程で形成するスート層の数は、例えば５０～１０００程度であり、１層あたりの厚みは例えば０．０１～１．０ｍｍ程度である。

[0024] 外層形成工程では、まず図１Ｃに示すように、バーナー２ｂ～２ｄにも原

料ガスを供給して、それぞれに生成火炎Ｆ１を生じさせる。そして図１Ｄに示すように、バーナー群２を出発母材１に対して－Ｘ側に移動させる。これにより、第２スート層１２が形成される。このとき、それぞれのバーナー２ａ～２ｄにより生成されたガラス微粒子が、第１スート層１１上に別個に堆積する。このため、第２スート層１２は領域１２ａ～１２ｄに分かれて形成される。そして第２スート層１２には、領域同士の境界面が長手方向Ｘに間隔をあけて形成される。

[0025] 以降は、第１境界位置Ｂ１と第２境界位置Ｂ２との間で、バーナー群２を出発母材１に対して長手方向Ｘに相対往復移動させる。これにより、図２に示すようにスート層が順次堆積し、多孔質ガラス微粒子体２０が得られる。

[0026] （光ファイバ母材の製造方法）

光ファイバ母材を製造する場合には、多孔質ガラス微粒子体２０を脱水し（脱水工程）、焼結させる（焼結工程）。焼結工程は、脱水工程の後であってもよいし、脱水工程と同時であってもよい。

[0027] 脱水工程では、脱水ガスを用いて、多孔質ガラス微粒子体２０のスート層に含まれる水分を除去する。水分を除去することで、多孔質ガラス微粒子体２０から得られた光ファイバの光の伝送損失を低減することができる。脱水ガスとしては、脱水剤を含む不活性ガスを用いることができる。脱水剤としては、塩素（Cl_2）や、塩化チオニル（$SOCl_2$）などの塩素化合物などを用いることができる。なお、一酸化炭素など、塩素化合物以外の脱水剤を用いてもよい。

[0028] 脱水工程では、例えば脱水ガスの雰囲気下に多孔質ガラス微粒子体２０を設置して加熱する。このとき、多孔質ガラス微粒子体２０が有する細孔に脱水ガスが進入することで、多孔質ガラス微粒子体２０の内部まで脱水を行う。このため、スート層におけるガラス微粒子体の密度が小さいほうが、脱水ガスが進入しやすくなり、効率よく脱水を行うことができる。

[0029] 焼結工程では、高温（例えば１４００℃）で多孔質ガラス微粒子体２０を加熱して、スート層をガラス化させる。これによりスート層が透明なガラス

体となり、光ファイバ母材が得られる。

また、光ファイバ母材を溶融させて線引きすることで、光ファイバを製造することができる。

[0030] ところで、出発母材１と第１スート層１１との境界面では、界面ずれ、気泡の混入、白濁などの不良が発生する場合がある。これらの不良の発生を抑制するためには、例えば第１スート層１１を形成する際の温度を高くして、第１スート層１１を出発母材１に対して強固に付着させることが考えられる。しかしながら、第１スート層１１を形成する際の温度を高くすると、第１スート層１１におけるガラス微粒子体の密度が大きくなってしまう。そして、ガラス微粒子体の密度が大きくなると、上記した脱水工程において、細孔に脱水ガスが進入しにくくなる。結果として、脱水工程の効率が低下したり、脱水が不十分となったりする可能性がある。

[0031] 脱水工程の効率の低下は、光ファイバ母材および光ファイバの製造効率の低下、コストの増大につながる。また、脱水が不十分であると、光ファイバにおける水分による伝送損失の増大（例えば、波長１３８３ｎｍにおけるロス増）につながる。

このような事情から、第１スート層１１を形成する際の温度を高くせずに、第１スート層１１と出発母材１との境界面における不良の発生を抑えることが求められている。

[0032] そこで本実施形態の多孔質ガラス微粒子体の製造方法は、出発母材１の表面に第１スート層１１を形成する第１層形成工程と、第１スート層１１の外側に複数のスート層を形成する外層形成工程と、を有している。そして第１層形成工程では、長手方向Ｘで切れ目なく連続的に第１スート層１１を形成する。

[0033] このように、第１スート層１１を切れ目なく連続的に形成することで、第１スート層１１と出発母材１との界面における界面ずれ、気泡の混入、白濁などの不良の発生を抑制することができる。そして、第１スート層１１を形成する際の温度を高くせずに上記効果が得られるため、第１スート層１１に

おけるガラス微粒子体の密度を小さく抑えることができ、脱水工程を効率的に、そしてより確実に行うことができる。そのうえで、外層形成工程では、バーナー群２を出発母材１に対して長手方向Ｘに相対的に往復運動させながら、各バーナー２ａ～２ｄで生成されたガラス微粒子を堆積させる。これにより、多孔質ガラス微粒子体２０の製造効率を高めることができる。

[0034] また、第１層形成工程において、バーナー２ｂ～２ｄの種火Ｆ２により第１スート層１１を加熱することで、第１スート層１１の温度低下を抑えることができる。このように、第１スート層１１の温度低下を抑えることで、製造途中における温度ムラ（温度分布や温度変化など）に起因する不良の発生を抑制することができる。より詳しくは、温度ムラが生じると、第１スート層１１と出発母材１とで線膨張係数が異なるため、第１スート層１１と出発母材１との界面を起点とするひび割れなどが生じやすい。これに対して、上記の通りバーナー２ｂ～２ｄの種火Ｆ２で第１スート層１１を加熱することで、第１スート層１１の温度を安定させて、ひび割れなどの発生を抑えることができる。

[0035] また、外層形成工程では、第１層形成工程が完了した後、第１スート層１１を形成したバーナー２ａとは異なるバーナー２ｂ～２ｄに原料ガスの供給を開始している。この構成により、長手方向Ｘで多孔質ガラス微粒子体２０の直径を安定させることができる。

[0036] （第２実施形態）

次に、本発明に係る第２実施形態について説明するが、第１実施形態と基本的な構成は同様である。このため、同様の構成には同一の符号を付してその説明は省略し、異なる点についてのみ説明する。

第１実施形態では、第１層形成工程が完了した後で、外層形成工程を行った。これに対して本実施形態では、第１層形成工程および外層形成工程を同時に行う。

[0037] まず、図３Ａに示すように、所定の第１境界位置Ｂ１にバーナー２ａがある状態で、バーナー２ａに原料ガスを供給する。これにより、バーナー２ａ

に生成火炎Ｆ１が生じ、ガラス微粒子の生成が開始される。このとき、バーナー２ｂ～２ｄには原料ガスを供給せず、種火Ｆ２を生じさせておく。なお、種火Ｆ２の火力は一定である必要はなく、適宜変化させてもよい。また、バーナー２ｂ～２ｄに原料ガスを供給するまでは種火Ｆ２を消火あるいは弱火にしておき、原料ガスを供給する直前に種火Ｆ２を点火させたり火力を強くしたりしてもよい。

[0038] 次に、図３Ｂ～図３Ｃに示すように、バーナー群２（固定台３）を出発母材１に対して＋Ｘ側に移動させる。これにより、第１スート層１１が形成される。そして、バーナー２ｂが第１境界位置Ｂ１に到達した時点で、バーナー２ｂに原料ガスを供給する。これにより、バーナー２ｂに生成火炎Ｆ１が生じ、ガラス微粒子の生成が開始され、第１スート層１１の表面に第２スート層１２が形成される。

[0039] 以降も同様に、図３Ｃ～図３Ｄに示すように、バーナー２ｃ、２ｄが第１境界位置Ｂ１に到達した時点で、それぞれのバーナー２ｃ、２ｄに原料ガスを供給する。つまり本実施形態では、複数のバーナー２ａ～２ｄが第１境界位置Ｂ１に到達した時点で、到達したバーナー２ａ～２ｄに対する原料ガスの供給を開始する。このため、第１スート層１１を形成しつつ、第２～第４スート層１２～１４も同時に形成されることとなる。すなわち、第１層形成工程および外層形成工程が同時に行われる。

[0040] 図３Ｅ～図３Ｆに示すように、バーナー２ａが所定の第２境界位置Ｂ２に到達すると、固定台３は－Ｘ側に向けて折り返し移動を開始する。このとき、バーナー２ａは第１スート層１１の上に、第２スート層１２を形成する。つまり、第２スート層１２は、バーナー２ａによって形成された部分と、バーナー２ｂによって形成された部分とに、分かれて形成されることとなる。

第３～第４スート層１３、１４についても同様に、各バーナー２ａ～２ｄによって長手方向Ｘに分かれて形成される。

[0041] 一方、第１スート層１１については、バーナー２ａによって切れ目なく連続的に形成される。したがって、第１実施形態と同様に、第１スート層１１

を切れ目なく連続的に形成することによる作用効果を得ることができる。

また、本実施形態では、第１層形成工程を行っている間に、第１スート層１１を形成するバーナー２ａとは異なるバーナー２ｂ～２ｄに生成火炎Ｆ１を生じさせることで、第１スート層１１を加熱している。したがって、第１実施形態と同様に、第１スート層１１の温度低下を抑えて、温度ムラに起因する不良の発生を抑制することができる。

[0042] また、本実施形態では、第１境界位置Ｂ１に到達した時点でバーナー２ａ～２ｄに原料ガスの供給を開始している。このため、例えば境界位置Ｂ１、Ｂ２の間にバーナー２ａ～２ｄが位置するときに供給を開始する場合と比較して、原料ガスの反応初期における不安定な状態で生成されたガラス微粒子が、多孔質ガラス微粒子体２０の長手方向Ｘにおける中間部に堆積することが抑えられる。したがって、多孔質ガラス微粒子体２０のうち、良品部として使用可能な部分の割合を大きくして、歩留まりを向上させることができる。

[0043] 特に、原料ガスとしてケイ素含有有機化合物を用いた場合には、原料ガスと酸素ガスとの混合比率が不安定であることによる不良が生じやすい。そして、原料ガスの供給開始当初では、酸素ガスと原料ガスとの混合比率が安定しにくいため、上記した不良が生じやすい。したがって、本実施形態の構成は、原料ガスとしてケイ素含有有機化合物を用いる場合に好適である。

[0044] なお、本実施形態の製造方法によって得られる多孔質ガラス微粒子体２０は、図４に示すように、形成されるスート層の数が長手方向Ｘで変化することとなる。しかしながら、１つのスート層の厚みは０．０１～１．０ｍｍ程度であるので、多孔質ガラス微粒子体２０の直径の安定性に与える影響は小さい。

また、例えば多孔質ガラス微粒子体２０の直径が長手方向Ｘでより安定するように、各バーナー２ａ～２ｄによって生成されて出発母材１に堆積するガラス微粒子の量を変化させてもよい。出発母材１に堆積するガラス微粒子の量は、原料ガスの流量、バーナー群２の出発母材１に対する移動速度、反

応容器内の気流など、種々の条件によって調整することができる。

[0045] なお、本発明の技術的範囲は前記実施の形態に限定されず、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更を加えることが可能である。

[0046] 例えば、前記実施形態では、２層目以降のスートを形成する際のバーナー群２の往復運動における折り返し位置を固定していたが、折り返し位置を徐々にずらしてもよい。これにより、多孔質ガラス微粒子体２０の直径が長手方向Ｘで変動することを抑えることができる。

[0047] また、第１スート層１１を形成する際の境界位置Ｂ１、Ｂ２と、外側のスート層を形成する際の境界位置Ｂ１、Ｂ２とは異なっていてもよい。

また、前記実施形態ではバーナー２ａ～２ｄが等間隔に配置されていたが、バーナー２ａ～２ｄ同士の間は等間隔でなくてもよい。

[0048] その他、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、上記した実施の形態における構成要素を周知の構成要素に置き換えることは適宜可能であり、また、上記した実施形態や変形例を適宜組み合わせてもよい。

符号の説明

[0049] １…出発母材　２…バーナー群　２ａ～２ｄ…バーナー　１１…第１スート層　１２～１４…外側スート層　Ｂ１…第１境界位置（境界位置）　Ｘ…長手方向

請求の範囲

[請求項1] 回転する出発母材の長手方向に沿ってバーナー群を前記出発母材に対して移動させ、前記バーナー群の火炎に原料ガスを放出することで前記出発母材の表面に複数のスート層を形成する多孔質ガラス微粒子体の製造方法であって、

前記出発母材の表面に第１スート層を形成する第１層形成工程と、

前記第１スート層の外側に複数のスート層を形成する外層形成工程と、を有し、

前記第１層形成工程では、前記長手方向で切れ目なく連続的に前記第１スート層を形成し、

前記外層形成工程では、前記バーナー群に含まれる各バーナーに原料ガスを供給してスート層を形成しながら、前記バーナー群を前記出発母材に対して前記長手方向に往復運動させる、多孔質ガラス微粒子体の製造方法。

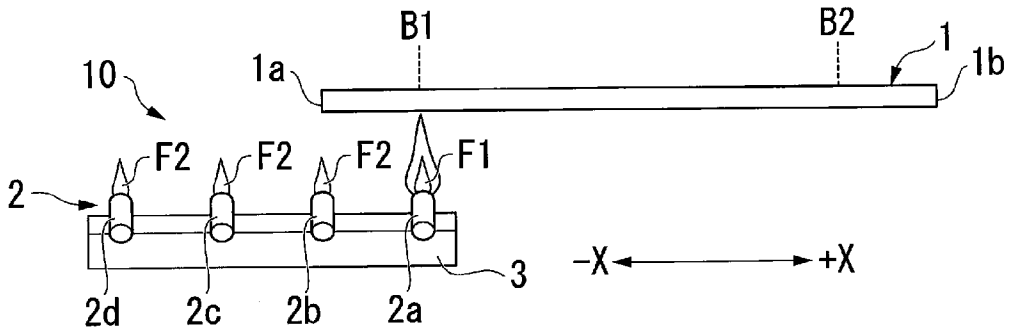
[請求項2] 前記第１層形成工程では、前記第１スート層を形成するバーナーとは異なるバーナーから火炎を生じさせることによって前記第１スート層を加熱する、請求項１に記載の多孔質ガラス微粒子体の製造方法。

[請求項3] 前記外層形成工程では、前記第１層形成工程が完了した後、前記第１スート層を形成したバーナーとは異なるバーナーに原料ガスの供給を開始する、請求項１または２に記載の多孔質ガラス微粒子体の製造方法。

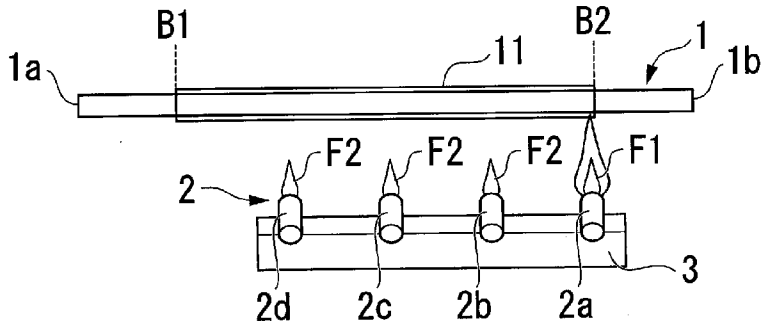
[請求項4] 前記外層形成工程では、前記第１層形成工程を行っている間に、前記バーナー群に含まれるバーナーが、前記長手方向における所定の境界位置に到達したときに、当該バーナーに原料ガスの供給を開始する、請求項１または２に記載の多孔質ガラス微粒子体の製造方法。

[請求項5] 請求項１から４のいずれか１項に記載の方法により得られた多孔質ガラス微粒子体に含まれる水分を除去する脱水工程を有する、光ファイバ母材の製造方法。

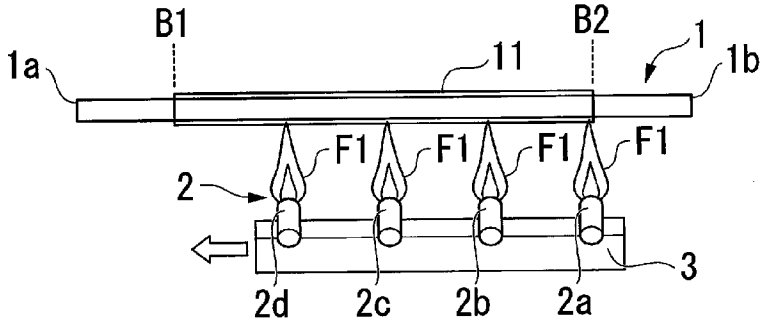
[図1A]


B1
B2
1
1b
1a
10
F2
F2
F2
F1
2
3
-X
+X
2d
2c
2b
2a

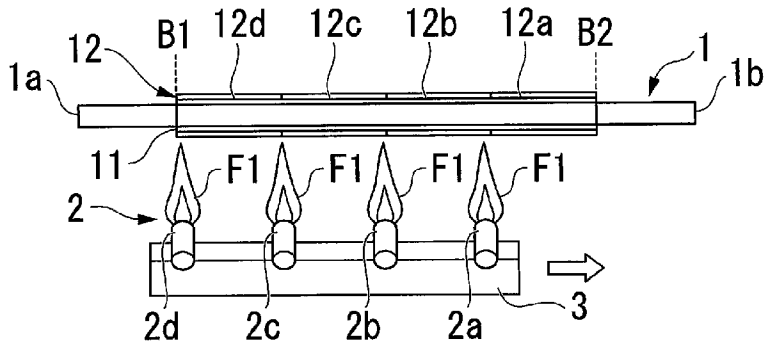
[図1B]


B1
B2
1
1b
1a
11
F2
F2
F2
F1
2
3
2d
2c
2b
2a

[図1C]


B1
B2
1
1b
1a
11
F1
F1
F1
F1
2
3
2d
2c
2b
2a

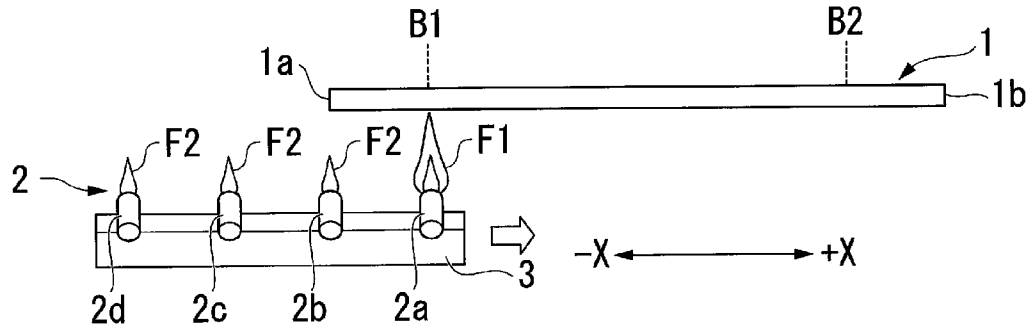
[図1D]


12
B1
12d
12c
12b
12a
B2
1
1a
1b
11
F1
F1
F1
F1
2
2d
2c
2b
2a
3

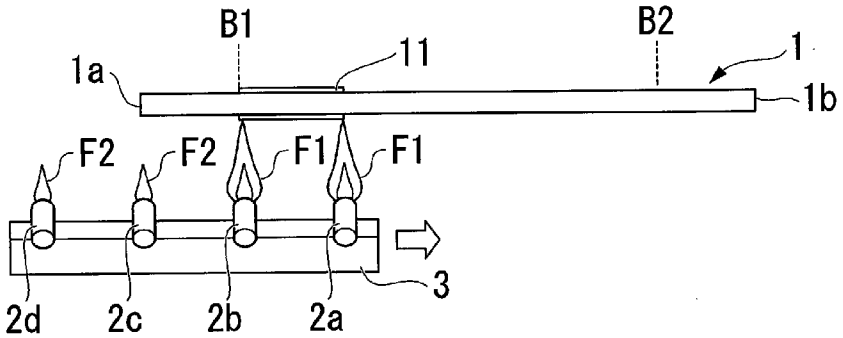
[図2]


20
14
13
12
11
1a
1b
1

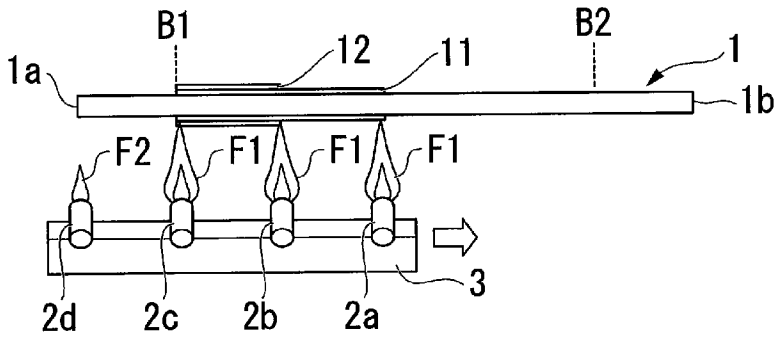
[図3A]


B1
B2
1
1a
1b
F2
F2
F2
F1
2
-X
+X
3
2d
2c
2b
2a

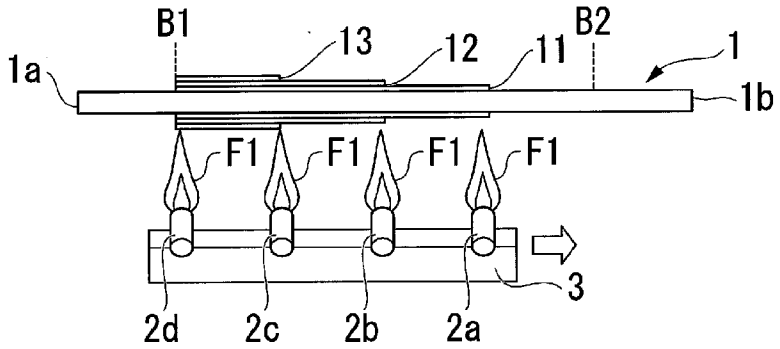
[図3B]


B1
B2
11
1
1a
1b
F2
F2
F1
F1
3
2d
2c
2b
2a

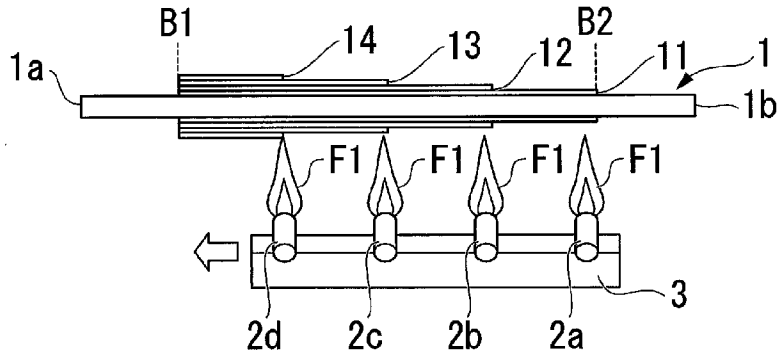
[図3C]


B1
B2
12
11
1
1a
1b
F2
F1
F1
F1
3
2d
2c
2b
2a

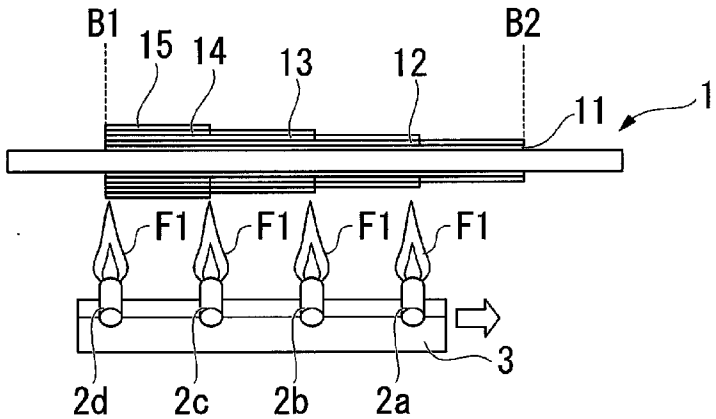
[図3D]


B1
13
12
11
B2
1
1a
1b
F1
F1
F1
F1
3
2d
2c
2b
2a

[図3E]


B1
14
13
12
B2
11
1
1a
1b
F1
F1
F1
F1
3
2d
2c
2b
2a

[図3F]


B1
15
14
13
12
B2
11
1
F1
F1
F1
F1
3
2d
2c
2b
2a

[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2019/016024

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C03B37/018(2006.01)i, C03B8/04(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)
Int.Cl. C03B37/012-37/018, C03B8/04

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

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

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.
X A	JP 63-310745 A (FUJIKURA ELECTRIC WIRE CORPORATION) 19 December 1988, claims, page 1, lower right column, lines 9-12, page 2, upper right column, line 2 to lower right column, last line, fig. 1 (Family: none)	1-2, 4-5 3
A	KR 10-2014-0065292 A (SAMSUNG ELECTRONICS CO., LTD.) 29 May 2014, claims, paragraphs [0026]-[0037], fig. 3 (Family: none)	1-5
A	JP 2006-248880 A (FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD.) 21 September 2006, claims, paragraphs [0001], [0002], drawings (Family: none)	1-5

☐ 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	Date of mailing of the international search report
04.07.2019	16.07.2019

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１９／０１６０２４

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C03B37/018(2006.01)i, C03B8/04(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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C03B37/012-37/018, C03B8/04

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	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１９年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１９年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１９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
X A	JP 63-310745 A (藤倉電線株式会社) 1988.12.19, 特許請求の範囲,第１ページ右下欄第9-12行, 第2ページ右上欄第2行-同右下欄最終行,第1図（ファミリーなし）	1-2,4-5 3
A	KR 10-2014-0065292 A (SAMSUNG ELECTRONICS CO., LTD.) 2014.05.29, 特許請求の範囲,[0026]-[0037],図３（ファミリーなし）	1-5
A	JP 2006-248880 A (古河電気工業株式会社) 2006.09.21, 特許請求の範囲,[0001]-[0002],図面（ファミリーなし）	1-5

☐　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	国際調査報告の発送日
０４．０７．２０１９	１６．０７．２０１９

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　４Ｔ　３０２９
永田　史泰
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６５