(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
2022年3月10日(10.03.2022)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2022/050190 A1

(51) 国際特許分類:
C03B 37/012 (2006.01) *C03B 37/018* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2021/031564

(22) 国際出願日： 2021年8月27日(27.08.2021)

(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 2020-148202 2020年9月3日(03.09.2020) 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: 佐久間 洋宇 (**SAKUMA Hirotaka**); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP). 川口 雄揮 (**KAWAGUCHI Yuki**); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).

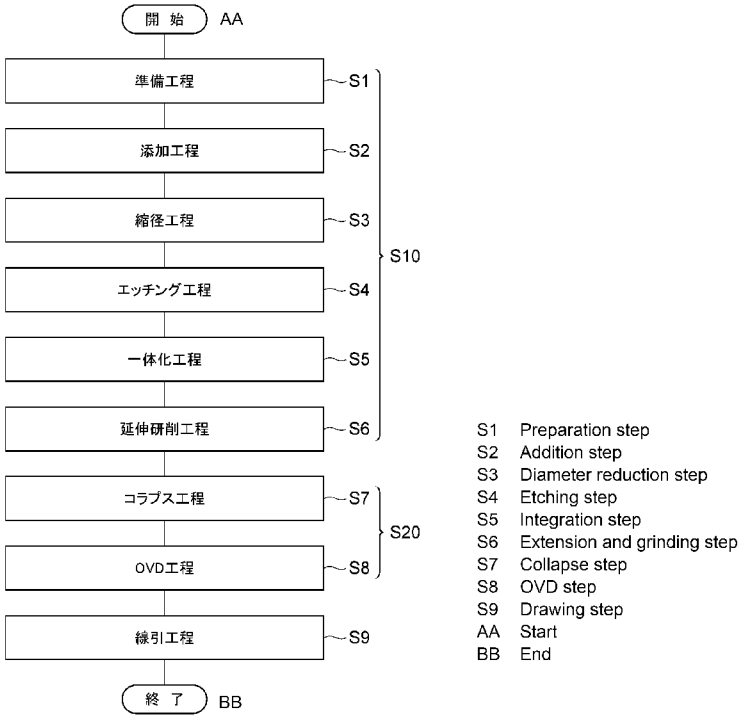
(74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外 (**HASEGAWA Yoshiki et al.**); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目１番１号丸の内 ＭＹ ＰＬＡＺＡ（明治安田生命ビル） ９階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

(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,

WO 2022/050190 A1

(54) **Title:** PRODUCTION METHOD FOR OPTICAL FIBER BASE MATERIAL, AND OPTICAL FIBER BASE MATERIAL

(54) 発明の名称： 光ファイバ母材の製造方法及び光ファイバ母材



(57) **Abstract:** A production method for an optical fiber base material made of silica glass, the method comprising: forming a core part; forming, around the core part, a cladding part having a refractive index lower than that of the core part, wherein the forming the core part includes adding alkali elements including an alkali metal element and an alkaline-earth metal element to an inner surface of a glass pipe made of silica glass, and, after the adding, integrating the glass pipe with a glass rod disposed inside the glass pipe to form an integrated rod.

［続葉有］

EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

(57) 要約:光ファイバ母材の製造方法は、シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材の製造方法であって、コア部を形成することと、コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、コア部を取り囲むクラッド部を形成することと、を含み、コア部を形成することは、シリカ系ガラスからなるガラスパイプの内表面に、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を添加することと、添加することの後、ガラスパイプと、ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化し一体化ロッドを形成することと、を含む。

明　細　書

発明の名称 ： 光ファイバ母材の製造方法及び光ファイバ母材

技術分野

[0001] 本出願は、２０２０年９月３日出願の日本出願第２０２０－１４８２０２号に基づく優先権を主張し、前記日本出願に記載された全ての記載内容を援用するものである。

[0002] 本開示は、光ファイバ母材の製造方法及び光ファイバ母材に関する。

背景技術

[0003] シリカ系ガラスからなるコア部がアルカリ金属元素又はアルカリ土類金属元素を含んでいると、光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する際にコアの粘性が低減されるとともにガラスの再配列が促進される。よって、光ファイバのレイリ散乱起因の伝送損失が低減される。その結果、伝送損失を下げることができる。

[0004] 特許文献１、特許文献２、及び特許文献３には、拡散法により光ファイバ母材のコア部にアルカリ金属元素又はアルカリ土類金属元素を添加する方法が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：国際公開第２００４／０２０３５７号

特許文献2：国際公開第２００５／０２１４５５号

特許文献3：国際公開第２０１３／１１１４７０号

発明の概要

[0006] 本開示の光ファイバ母材の製造方法は、シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材の製造方法であって、コア部を形成することと、コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、コア部を取り囲むクラッド部を形成することと、を含む。コア部を形成することは、シリカ系ガラスからなるガラスパイプの内表面に、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群

を添加することと、添加することの後、ガラスパイプと、ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化し一体化ロッドを形成することと、を含む。

[0007] 本開示の光ファイバ母材は、シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材であって、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を含むコア部と、コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、コア部を取り囲むクラッド部と、を備える。コア部は、コア部の中心軸上における塩素の質量分率よりも低い塩素の質量分率を有する領域を含む。コア部におけるアルカリ元素群の質量分率は、中心軸以外において最大値を有する。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]図１は、実施形態に係る光ファイバの製造方法を示すフローチャートである。

[図2]図２は、実施形態に係る光ファイバ母材の断面図である。

[図3]図３は、コア部におけるアルカリ元素濃度分布及び塩素濃度分布を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0009] ［本開示が解決しようとする課題］

特許文献１、特許文献２、及び特許文献３に記載の方法では、ガラスパイプの内表面にアルカリ金属元素又はアルカリ土類金属元素を添加し、縮径及びエッチング等を行った後に中実化することにより、光ファイバ母材のコア部となるガラス体を作製している。しかしながら、ガラスパイプの内部は空洞であるため、ガラスパイプの体積（ガラス量）は、同じ外径のガラス円柱体と比べて少ない。よって、生産性が低い。

[0010] 本開示は、伝送損失を抑制しながら、生産性を向上可能な光ファイバ母材の製造方法を提供することを目的とする。

[0011] ［本開示の効果］

本開示によれば、伝送損失を抑制しながら、生産性を向上可能な光ファイバ母材の製造方法及び光ファイバ母材を提供することができる。

［本開示の実施形態の説明］

最初に本開示の実施態様を列記して説明する。本開示の一実施形態に係る光ファイバ母材の製造方法は、シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材の製造方法であって、コア部を形成することと、コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、コア部を取り囲むクラッド部を形成することと、を含む。コア部を形成することは、シリカ系ガラスからなるガラスパイプの内表面に、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を添加することと、添加することの後、ガラスパイプと、ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化し一体化ロッドを形成することと、を含む。

[0012] この光ファイバ母材の製造方法では、ガラスパイプの内面にアルカリ元素群を添加するので、伝送損失を下げることができる。また、ガラスパイプと、ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化するので、ガラスパイプを中実化してコア部となるガラス体を形成する場合に比べて、生産性を向上できる。

[0013] コア部を形成することは、添加することと一体化することとの間に、ガラスパイプを縮径することを更に含んでもよい。使用するガラスロッドの直径がガラスパイプの孔径と大きく異なると、一体化後のコア部に非円が生じやすい。この場合、縮径により、ガラスパイプの孔径をガラスロットの直径に近づけることができるので、コア部に非円が生じることが抑制される。

[0014] コア部を形成することは、添加することと一体化することとの間に、ガラスパイプの内表面をエッチングすることを更に含んでもよい。この場合、アルカリ元素群と共にガラスパイプの内面に添加された不純物を除去することができる。

[0015] ガラスロッドにおける塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２００Ｏｐｐｍ以下であってもよい。

[0016] ガラスパイプにおける塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２００Ｏｐｐｍ以下であってもよい。

[0017] ガラスロッドにおけるフッ素の質量分率の平均値は、２００ｐｐｍ以上５

０００ｐｐｍ以下であってもよい。この場合、光ファイバ母材の異常部数を抑制することができる。ここで異常部とは、例えば異物、あるいはアルカリ元素群と塩素やフッ素との化合物が起因で生じるガラスの結晶であり、後に光ファイバになった際に不良部となる部分を指す。

[0018] ガラスパイプにおけるフッ素の質量分率の平均値は、２００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下であってもよい。この場合、光ファイバ母材の異常部数を抑制することができる。

[0019] ガラスロッドは、ガラスロッドの外周面を含み、厚さ０．５ｍｍの外周部を有し、外周部における塩素の質量分率の平均値は、ガラスロッド全体での塩素の質量分率の平均値よりも低くてもよい。この場合、光ファイバ母材の異常部数を抑制することができる。

[0020] 外周部における塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下であってもよい。この場合、光ファイバ母材の異常部数を抑制することができる。

[0021] コア部を形成することは、一体化ロッドの周りに、クラッド部よりも高い屈折率を有するガラス層を付与することを更に含んでもよい。この場合、有効断面積（Ａｅｆｆ）又はカットオフ波長などの光学特性を設計する際の自由度を増すことができる。

[0022] ガラスロッドにおける塩素の質量分率の平均値は、１００ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下であってもよい。この場合、１００ｐｐｍ以上であることにより、ガラス欠陥によるロス増を抑制することができ、伝送損失を抑制することができる。２０００ｐｐｍよりも高い場合には母材異常の発生頻度が上がり歩留まりが落ちる。

[0023] 一体化ロッドに含まれるアルカリ元素群の平均の質量分率は、０．２ｐｐｍ以上３００ｐｐｍ以下であってもよい。この場合、伝送損失を抑制することができる。

[0024] 一体化ロッドにおけるアルカリ元素群の質量分率は、一体化ロッドの中心軸以外において最大値を有してもよい。これは一体化した直後、ガラスロッ

ドの外周部にアルカリ元素群が配置されているためである。中心軸以外で最大値を有することにより、同じ総量で中心軸で質量分率最大となるように添加した場合に比べて最大値を低く抑え、結晶化などの不良を抑制できる。

[0025] コア部は、アルカリ元素群としてナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、及びカルシウムのいずれかを含んでもよい。この場合、伝送損失を抑制することができる。

[0026] 本開示の一実施形態に係る光ファイバ母材は、シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材であって、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を含むコア部と、コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、コア部を取り囲むクラッド部と、を備える。コア部は、コア部の中心軸上における塩素の質量分率よりも低い塩素の質量分率を有する領域を含む。コア部におけるアルカリ元素群の質量分率は、中心軸以外において最大値を有する。コア部におけるアルカリ元素群の質量分率は、コア部の半径の５０％以内の領域における中心軸以外において最大値を有してもよい。コア部におけるアルカリ元素群の質量分率は、コア部の半径の３０％以内の領域における中心軸以外において最大値を有してもよい。

[0027] この光ファイバ母材では、異常部が少ないこととコア部の平均塩素濃度を高めることによるガラス欠陥ロスの低減を両立することができる。

[0028] ［本開示の実施形態の詳細］

本開示の光ファイバ母材の製造方法及び光ファイバ母材の具体例を、以下に図面を参照しつつ説明する。なお、本開示はこれらの例示に限定されるものではなく、請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味及び範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。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。

[0029] 図１は、本実施形態に係る光ファイバの製造方法を説明するフローチャートである。以下の説明では、具体的な条件の一例についても記載している。本実施形態に係る光ファイバは、準備工程Ｓ１、添加工程Ｓ２、縮径工程Ｓ３、エッチング工程Ｓ４、一体化工程Ｓ５、延伸研削工程Ｓ６、コラプス工

程Ｓ７、ＯＶＤ（Outside Vapor Deposition）工程Ｓ８及び線引工程Ｓ９を順に経て製造される。

[0030] 本実施形態に係る光ファイバ母材１（図２参照）は、シリカ（石英）系ガラスからなるコア部１０（図２参照）を形成するコア部形成工程Ｓ１０と、コア部１０を取り囲むクラッド部２０を形成するクラッド部形成工程Ｓ２０とを順に経て製造される。つまり、光ファイバ母材１の製造方法は、コア部形成工程Ｓ１０及びクラッド部形成工程Ｓ２０を含む。コア部形成工程Ｓ１０は、準備工程Ｓ１、添加工程Ｓ２、縮径工程Ｓ３、エッチング工程Ｓ４、一体化工程Ｓ５、及び延伸研削工程Ｓ６を含む。クラッド部形成工程Ｓ２０は、コラプス工程Ｓ７及びＯＶＤ工程Ｓ８を含む。

[0031] 準備工程Ｓ１は、コア部１０を形成するためのガラスパイプ及びガラスロッドを準備する工程である。本実施形態では、準備工程Ｓ１は添加工程Ｓ２の前に実施されるが、ガラスロッドは、一体化工程Ｓ５までに準備されればよい。すなわち、準備工程Ｓ１は、添加工程Ｓ２よりも前に実施されるガラスパイプ準備工程と、一体化工程Ｓ５よりも前に実施されるガラスロッド準備工程からなっていてもよい。

[0032] ガラスパイプは、シリカ系ガラスからなる。ガラスパイプは、ドーパントとしてアルカリ元素群を拡散させるべきガラスパイプである。ここで、アルカリ元素群は、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素の総称である。つまり、アルカリ元素群は、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなる。ガラスパイプの外直径（２ｄ）は、３０ｍｍ以上５０ｍｍ以下である。ガラスパイプの内直径（２ｉ）は１０ｍｍ以上３０ｍｍ以下である。

[0033] ガラスロッドは、シリカ系ガラスからなる。ガラスロッドは、例えばＶＡＤ（Vapor Phase Axial Deposition）法によって合成される。ガラスロッドの直径を所望の値にするために延伸、研削等の加工が行われてもよい。ガラスロッドは、一体化工程Ｓ５でガラスパイプと一体化され、一体化ロッドを形成するために用いられる。ガラスロッドの直径は、３ｍｍ以上１５ｍｍ以下である。

[0034] ガラスパイプ及びガラスロッドのそれぞれは、ある質量分率の塩素及びフッ素を含む。ガラスパイプ及びガラスロッドのそれぞれに含まれるその他のドーパント及び不純物の質量分率は、１０ｐｐｍ以下である。「質量分率」は、対象物全体の質量に対する注目する元素の質量の割合であり、（注目する元素の質量）／（全体の質量）で示される。以下では、質量分率を「濃度」ともいう。

[0035] ガラスパイプの平均塩素濃度は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。これにより、コア部１０の屈折率をクラッド部２０の屈折率よりも高くすることができる。その結果、伝送損失を抑制することができる。ガラスパイプの平均フッ素濃度は、２００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下である。これにより、光ファイバ母材１の異常部数を抑制することができる。

[0036] ガラスロッドの平均塩素濃度は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。これにより、コア部１０の屈折率をクラッド部２０の屈折率よりも高くすることができる。その結果、伝送損失を抑制することができる。ガラスロッドの平均フッ素濃度は、２００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下である。これにより、光ファイバ母材１の異常部数を抑制することができる。

[0037] ガラスロッドは、ガラスロッドの外周面を含み、厚さ０．５ｍｍの外周部を有している。外周部は、例えば、ガラスロッドの半径の７０％以上１００％以下や９０％以上１００％以下の部分である。外周部の平均塩素濃度は、ガラスロッド全体での平均塩素濃度よりも低い。外周部の平均塩素濃度は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。

[0038] ここで、平均濃度とは、例えば、平均塩素濃度であれば、以下の式で表される濃度とする。

[0039] [数1]

$$\frac{2\int_i^d Cl(r)\cdot r\cdot dr}{d^2-i^2}$$

[0040] 上記式において、Ｃｌ（ｒ）は、半径ｒの位置での局所的な塩素濃度を表す。ｉはガラスパイプの内半径を表す。ｄはガラスパイプの外半径を表す。

フッ素についても同様の考え方で計算する。ガラスロッドの場合は、ｉを０とし、ｄをガラスロッドの半径とすることで、上記式により平均の塩素濃度及びフッ素濃度を計算する。局所的な濃度は、ガラスパイプ及びガラスロッドのある端面において、中心位置を通る直線に沿った各位置における濃度として、電子線マイクロアナライザ（ＥＰＭＡ： Electron Probe Micro Analyzer）によって測定される。ＥＰＭＡによる測定の条件は、例えば、加速電圧が２０ｋＶであり、プローブビーム径が０．５μｍ以上１μｍ以下であり、測定間隔が１００ｎｍ以下である。

[0041] 添加工程Ｓ２は、シリカ系ガラスからなるガラスパイプの内表面にアルカリ元素群を添加する工程である。アルカリ元素群のドーパントとしてカリウム（Ｋ）元素を添加する場合、原料として、例えば、６ｇ以上２０ｇ以下の臭化カリウム（ＫＢｒ）を用いる。添加したいアルカリ元素群の種類によって、ＫＢｒ、ヨウ化カリウム（ＫＩ）、臭化ルビジウム（ＲｂＢｒ）及びヨウ化ルビジウム（ＲｂＩ）等の中から１つあるいは複数を原料として用いてもよい。

[0042] 添加工程Ｓ２では、第１外部熱源によって原料を温度７００℃以上８５０℃以下に加熱して、原料蒸気を発生させる。第１外部熱源は、例えば、電気炉であり、原料を加熱するために設けられている。発生させた原料蒸気を酸素からなるキャリアガスと共にガラスパイプの内部に導入しながら、第２外部熱源によってガラスパイプを外部から加熱する。第２外部熱源は、例えば、酸水素バーナ、誘導炉、又は抵抗炉であり、ガラスパイプを加熱するために設けられている。キャリアガスの流量は、１ＳＬＭ（標準状態（０℃、１．０１×10^5Ｐａ）に換算して１リットル／ｍｉｎ）とされる。

[0043] 添加工程Ｓ２では、第２外部熱源をガラスパイプの長手方向に沿って移動させることにより、ガラスパイプが加熱される。ガラスパイプの加熱は、ガラスパイプの外表面の温度が１４００℃以上２０００℃以下となるように、第２外部熱源を３０ｍｍ／ｍｉｎ以上６０ｍｍ／ｍｉｎ以下の速さでトラバースさせて合計８ターン以上１５ターン以下で行われる。これにより、Ｋ元

素等のアルカリ元素群をガラスパイプの内表面に拡散添加させる。

[0044] 縮径工程Ｓ３は、添加工程Ｓ２によりアルカリ元素群が添加されたガラスパイプを縮径する工程である。縮径工程Ｓ３は、添加工程Ｓ２と一体化工程Ｓ５との間に行われる。このとき、ガラスパイプの内部に酸素を０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下流しながら、ガラスパイプを第２外部熱源によって外部から加熱する。縮径工程Ｓ３では、第２外部熱源をガラスパイプの長手方向に沿って移動させることにより、ガラスパイプが加熱される。ガラスパイプの加熱は、ガラスパイプの外表面が１３００℃以上２０００℃以下となるように、第２外部熱源をトラバースさせて合計６ターン以上１０ターン以下で行われる。ガラスパイプは、内径（内直径）が一体化工程Ｓ５で一体化されるガラスロッドの直径よりも１ｍｍ以上３ｍｍ以下程度大きくなるまで縮径される。

[0045] エッチング工程Ｓ４は、縮径工程Ｓ３後にガラスパイプの内表面をエッチングする工程である。エッチング工程Ｓ４は、添加工程Ｓ２と一体化工程Ｓ５との間に行われる。エッチング工程Ｓ４では、SF_6（０．２ＳＬＭ以上０．４ＳＬＭ以下）及び塩素（０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下）の混合ガスをガラスパイプの内部に導入しながら、第２外部熱源によって外部からガラスパイプを加熱して気相エッチングを行う。このようにすることで、目的のドーパントと共に添加された不純物を高濃度に含むガラスパイプの内表面を削ることができ、この不純物を除去することができる。エッチング工程Ｓ４では、第２外部熱源をガラスパイプの長手方向に沿って移動させることにより、ガラスパイプが加熱される。ガラスパイプの加熱は、ガラスパイプの外表面が１３００℃以上２０００℃以下となるように、第２外部熱源をトラバースさせて合計１ターン以上５ターン以下で行われる。

[0046] 一体化工程Ｓ５は、エッチング工程Ｓ４後、ガラスパイプと、ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化する工程である。一体化工程Ｓ５では、まず、ガラスロッドをガラスパイプ内に挿入し、ガラスパイプの中心に固定する。続いて、酸素（０．１ＳＬＭ以上０．５ＳＬＭ以下）及びＨｅ（

０．５ＳＬＭ以上１．０ＳＬＭ以下）の混合ガスをガラスパイプの内部に導入し、ガラスパイプ内の絶対圧を９７ｋＰａ以下に減圧しながら、表面温度を２０００以上２３００℃以下として、ガラスパイプとガラスロッドとを一体化する。これにより、ガラスパイプとガラスロッドとが一体化されてなる一体化ロッドが形成される。一体化ロッドの直径は、２０ｍｍ以上４０ｍｍ以下である。一体化ロッドに含まれるアルカリ元素群の平均の質量分率は、０．２ｐｐｍ以上３００ｐｐｍ以下である。これにより、伝送損失を抑制することができる。

[0047] 延伸研削工程Ｓ６では、一体化ロッドを延伸して直径２０ｍｍ以上２５ｍｍ以下とし、更に一体化ロッドの外周部を研削して直径１５ｍｍ以上２０ｍｍ以下とする。これにより、光ファイバ母材１のコア部１０（図２参照）を構成するコアロッドが得られる。

[0048] 変形例として、コア部形成工程Ｓ１０は、延伸研削工程Ｓ６後の一体化ロッドの周りにガラス層を付与するガラス層付与工程を更に含んでもよい。この場合、光ファイバ母材１のコア部１０（図２参照）を構成するコアロッドとして、ガラス層及び一体化ロッドがまとめて用いられる。ガラス層は、例えばＯＶＤ法又はコラプス法といった公知の方法で付与される。

[0049] ガラス層は、クラッド部２０（第１クラッド部２１及び第２クラッド部２２；図２参照）よりも高い屈折率を有する。ガラス層は、アルカリ元素群を含まない。ガラス層は、塩素を含む。ガラス層の平均塩素濃度は、１００ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。

[0050] ロッドインコラプス工程Ｓ７では、コア部１０の外側に第１クラッド部２１（図２参照）を設ける。このとき、フッ素が添加されたシリカ系ガラスのガラスパイプの内部にコア部１０を挿入して、外部熱源によって両者を加熱し一体化するロッドインコラプス法を用いる。コア部１０と第１クラッド部２１との純シリカガラスの屈折率で規格化した屈折率の差は最大で０．３４％程度である。このロッドインコラプス法による第１クラッド部２１の付加の結果、コア部１０及びその近傍の第１クラッド部２１の水分量を十分に低

く抑制することが可能である。

[0051] ＯＶＤ工程Ｓ８では、コア部１０及び第１クラッド部２１が一体化されてなるロッドを延伸して所定径とした後、そのロッドの外側にフッ素を含む第２クラッド部２２（図２参照）をＯＶＤ法により合成して、光ファイバ母材１を製造する。

[0052] 線引工程Ｓ９では、光ファイバ母材１を線引することで光ファイバを得ることができる。線引き速度は８００ｍ／ｍｉｎ以上２３００ｍ／ｍｉｎ以下であり、線引き張力は、例えば０．５Ｎである。

[0053] 図２は、本実施形態に係る光ファイバ母材の断面図である。図２に示されるように、光ファイバ母材１は、中心軸Ｃを含むコア部１０と、クラッド部２０とを備える。コア部１０は、アルカリ元素群、塩素、及びフッ素を含んでいる。これにより、線引時にコアの粘性が低減されるとともに、ガラスの再配列が促進される。よって、光ファイバのレイリ散乱起因の伝送損失が低減される結果、伝送損失を下げることができる。コア部１０は、アルカリ元素群として、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、及びカルシウムのいずれかを含む。コア部１０におけるアルカリ元素群の平均濃度は、３ｐｐｍ以上２００ｐｐｍ以下である。コア部１０における塩素の平均濃度は、３０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である。コア部１０におけるフッ素の平均濃度は、５００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下である。

[0054] クラッド部２０は、コア部１０の外側に設けられ、コア部１０を取り囲んでいる。クラッド部２０は、コア部１９の屈折率よりも低い屈折率を有する。クラッド部２０は、第１クラッド部２１と、第２クラッド部２２とを有する。第１クラッド部２１は、コア部１０の外側に設けられ、コア部１０を取り囲んでいる。第１クラッド部２１は、シリカ系ガラスからなる。第１クラッド部２１は、フッ素を含んでいる。コア部１０と第１クラッド部２１との純シリカガラスの屈折率で規格化した屈折率の差は最大で０．３４％程度である。

[0055] 第２クラッド部２２は、第１クラッド部２１の外側に設けられ、第１クラ

ッド部２１を取り囲んでいる。第２クラッド部２２は、シリカ系ガラスからなる。第２クラッド部２２は、フッ素を含んでいる。第１クラッド部２１と第２クラッド部２２との純シリカガラスの屈折率で規格化した屈折率の差は、０．０５％から０．２％程度である。

[0056] 図３は、コア部におけるアルカリ元素濃度分布及び塩素濃度分布の一例を示すグラフである。横軸は、コア部１０の中心軸Ｃからの距離（径方向位置）を示す。縦軸は、アルカリ元素濃度又は塩素濃度を示す。塩素濃度分布の最も低い部分が、ガラスロッドとガラスパイプの境界である。その境界のパイプ側にはアルカリ元素群が添加された領域が存在する。また、結晶化の抑制とガラス欠陥の抑制の両立を目的に、アルカリ元素群が添加されていないロッド中心部の塩素濃度は高く、パイプ部を含めたその他の塩素濃度はロッド中心部よりも低い濃度になっている。

[0057] コア部１０におけるアルカリ元素群の濃度は、中心軸Ｃ以外において最大値を有する。コア部１０におけるアルカリ元素群は、添加工程Ｓ２でガラスパイプの内面に添加されたものである。よって、最大値の位置は、一体化工程Ｓ５で用いられたガラスパイプの内周部に対応する位置である。コア部１０におけるアルカリ元素群の濃度は、コア部１０の半径の５０％以内の領域における中心軸Ｃ以外の位置に最大値を有する。コア部１０におけるアルカリ元素群の濃度は、コア部１０の半径の３０％以内の領域における中心軸Ｃ以外の位置に最大値を有していてもよい。

[0058] 表１は、上述の製造方法により製造した一体化ロッド（一体化工程Ｓ５の直後で延伸研削工程Ｓ６前の一体化ロッド）の試作例１から８について、一体化工程Ｓ５で用いられたガラスロッドにおける厚さ０．５ｍｍの外周部の平均塩素濃度と、一体化後の状態（異常部数）をまとめた表である。一体化工程Ｓ５において、ガラスロッドは、ガラスパイプの内周面に添加されたアルカリ元素群と接触する。このため、ガラスロッドの外周部の塩素濃度が高いと、不良（異常部）の発生率が上昇する。塩素の質量分率が２５００ｐｐｍになると、不良の発生率の上昇が顕著になり、異常部数が増える。

[0059] [表1]

試作例	ガラスロッド外周部の平均Cl濃度[ppm]	異常部数
1	2510	13
2	2030	8
3	1460	5
4	1090	4
5	550	2
6	220	0
7	110	0
8	20	0

[0060] 試作例１から８では、添加工程Ｓ２において、アルカリ元素群のドーパントとしてカリウム（Ｋ）元素を用い、ガラスパイプの内周面に添加された局所的なＫ濃度を１００ｐｐｍ以上２００ｐｐｍ以下の範囲に統一した。このため、異常部数の増加は、Ｋ濃度の影響に起因するものではなく、ガラスロッドの外周部の塩素濃度に起因するものと考えられる。

[0061] 表２は、上述の製造方法により製造した一体化ロッドの試作例９から１３について、諸特性をまとめた表である。試作例９から１３では、一体化ロッド以外の大きさ及び組成を互いに同等にした。一体化ロッドの平均塩素濃度を上げると、伝送損失が低減することがわかる。これは、一体化ロッドに含まれる塩素が線引時に生じるガラスの構造欠陥を修復し、欠陥起因の伝送損失を低減できるからと考えられる。また、試作例９から１３では、ガラスロッドの厚さ０．５ｍｍの外周部の平均塩素濃度を約１０００ｐｐｍに統一させたことにより、一体化後の異常部数も少ない個数に抑制されている。

[表2]

試作例	一体化ロッドの平均Cl濃度[ppm]	ガラスロッド外周部の平均Cl濃度[ppm]	ガラスパイプの平均Cl濃度[ppm]	ガラスパイプの平均F濃度[ppm]	異常部数	伝送損失[dB/km]
9	2020	970	980	2510	2	0.145
10	1510	1010	970	2470	3	0.146
11	1010	1030	1010	2500	2	0.148
12	680	980	970	2480	2	0.149
13	380	980	990	2510	1	0.151

[0062] 表３は、上述の製造方法により製造した一体化ロッドの試作例１４から１９について、諸特性をまとめた表である。ガラスロッドの平均フッ素濃度を増加させると、母材異常（異常部数）が増加することがわかる。よって、ガラスロッドの平均フッ素濃度は、７０００ｐｐｍ以下が好ましく、５５００ｐｐｍ以下がより好ましい。

[0063] [表3]

試作例	ガラスロッド外周部の平均Cl濃度[ppm]	ガラスロッドの平均F濃度[ppm]	異常部数
14	1010	290	1
15	1020	680	1
16	1040	1520	2
17	1020	3090	1
18	1000	5480	4
19	1010	7430	8

符号の説明

[0064] １…光ファイバ母材

１０…コア部

２０…クラッド部

２１…第１クラッド部

２２…第２クラッド部

Ｃ…中心軸

請求の範囲

[請求項1] シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材の製造方法であって、

コア部を形成することと、

前記コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、前記コア部を取り囲むクラッド部を形成することと、を含み、

前記コア部を形成することは、

シリカ系ガラスからなるガラスパイプの内表面に、アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を添加することと、

前記添加することの後、前記ガラスパイプと、前記ガラスパイプ内に配置されたガラスロッドとを一体化し一体化ロッドを形成することと、を含む、

光ファイバ母材の製造方法。

[請求項2] 前記コア部を形成することは、前記添加することと前記一体化することとの間に、前記ガラスパイプを縮径することを更に含む、

請求項１に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項3] 前記コア部を形成することは、前記添加することと前記一体化することとの間に、前記ガラスパイプの内表面をエッチングすることを更に含む、

請求項１または請求項２に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項4] 前記ガラスロッドにおける塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である、

請求項１から請求項３のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項5] 前記ガラスパイプにおける塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である、

請求項１から請求項４のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項6] 前記ガラスロッドにおけるフッ素の質量分率の平均値は、２００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下である、

請求項１から請求項５のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項7] 前記ガラスパイプにおけるフッ素の質量分率の平均値は、２００ｐｐｍ以上５０００ｐｐｍ以下である、

請求項１から請求項６のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項8] 前記ガラスロッドは、前記ガラスロッドの外周面を含み、厚さ０．５ｍｍの外周部を有し、

前記外周部における塩素の質量分率の平均値は、前記ガラスロッド全体での塩素の質量分率の平均値よりも低い、

請求項１から請求項７のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項9] 前記外周部における塩素の質量分率の平均値は、２０ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である、

請求項８に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項10] 前記コア部を形成することは、前記一体化ロッドの周りに、前記クラッド部よりも高い屈折率を有するガラス層を付与することを更に含む、

請求項１から請求項９のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項11] 前記ガラス層における塩素の質量分率の平均値は、１００ｐｐｍ以上２０００ｐｐｍ以下である、

請求項１０に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項12] 前記一体化ロッドに含まれる前記アルカリ元素群の平均の質量分率は、０．２ｐｐｍ以上３００ｐｐｍ以下である、

請求項１から請求項１１のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の

製造方法。

[請求項13] 前記一体化ロッドにおける前記アルカリ元素群の質量分率は、前記一体化ロッドの中心軸以外において最大値を有する、

請求項１から請求項１２のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項14] 前記コア部は、前記アルカリ元素群としてナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、及びカルシウムのいずれかを含む、

請求項１から請求項１３のいずれか一項に記載の光ファイバ母材の製造方法。

[請求項15] シリカ系ガラスからなる光ファイバ母材であって、

アルカリ金属元素及びアルカリ土類金属元素からなるアルカリ元素群を含むコア部と、

前記コア部の屈折率よりも低い屈折率を有し、前記コア部を取り囲むクラッド部と、を備え、

前記コア部は、前記コア部の中心軸上における塩素の質量分率よりも低い塩素の質量分率を有する領域を含み、

前記コア部における前記アルカリ元素群の質量分率は、前記中心軸以外において最大値を有する、

光ファイバ母材。

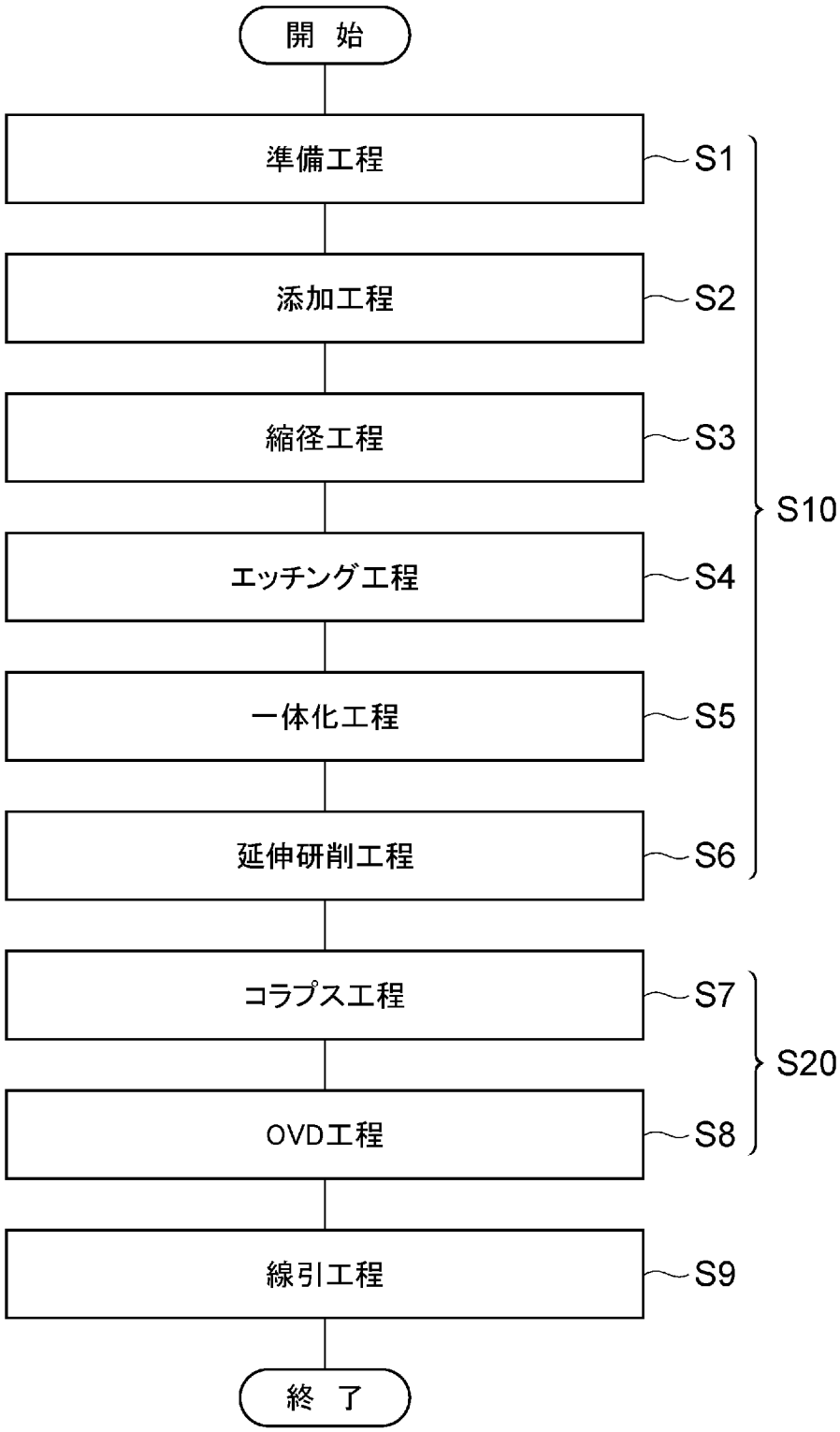
[請求項16] 前記コア部における前記アルカリ元素群の質量分率は、前記コア部の半径の５０％以内の領域における前記中心軸以外において最大値を有する、

請求項１５に記載の光ファイバ母材。

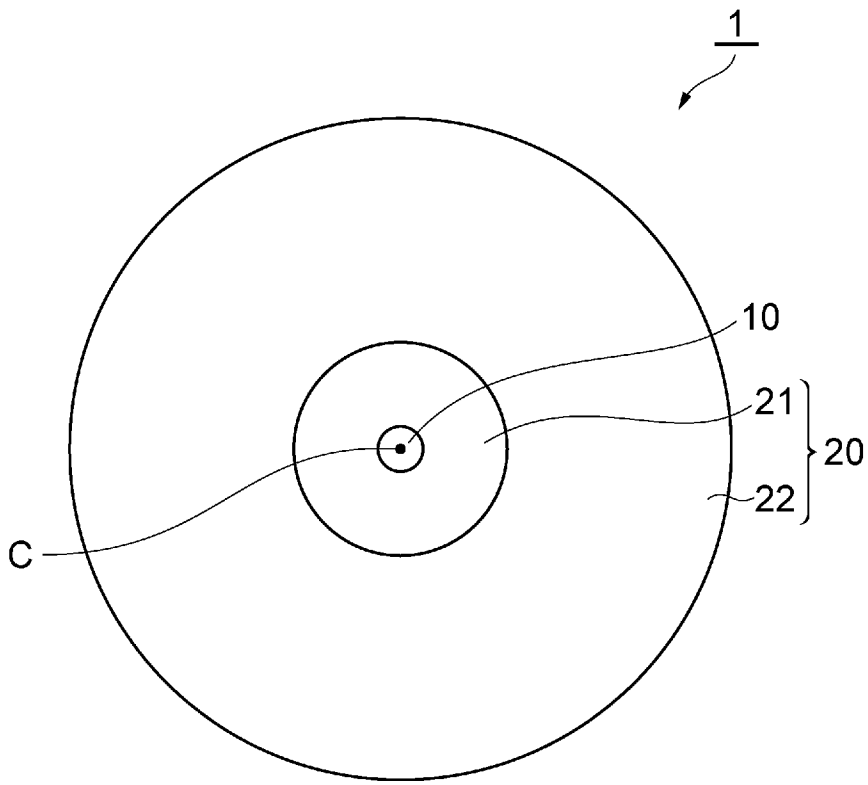
[請求項17] 前記コア部における前記アルカリ元素群の質量分率は、前記コア部の半径の３０％以内の領域における前記中心軸以外において最大値を有する、

請求項１５に記載の光ファイバ母材。

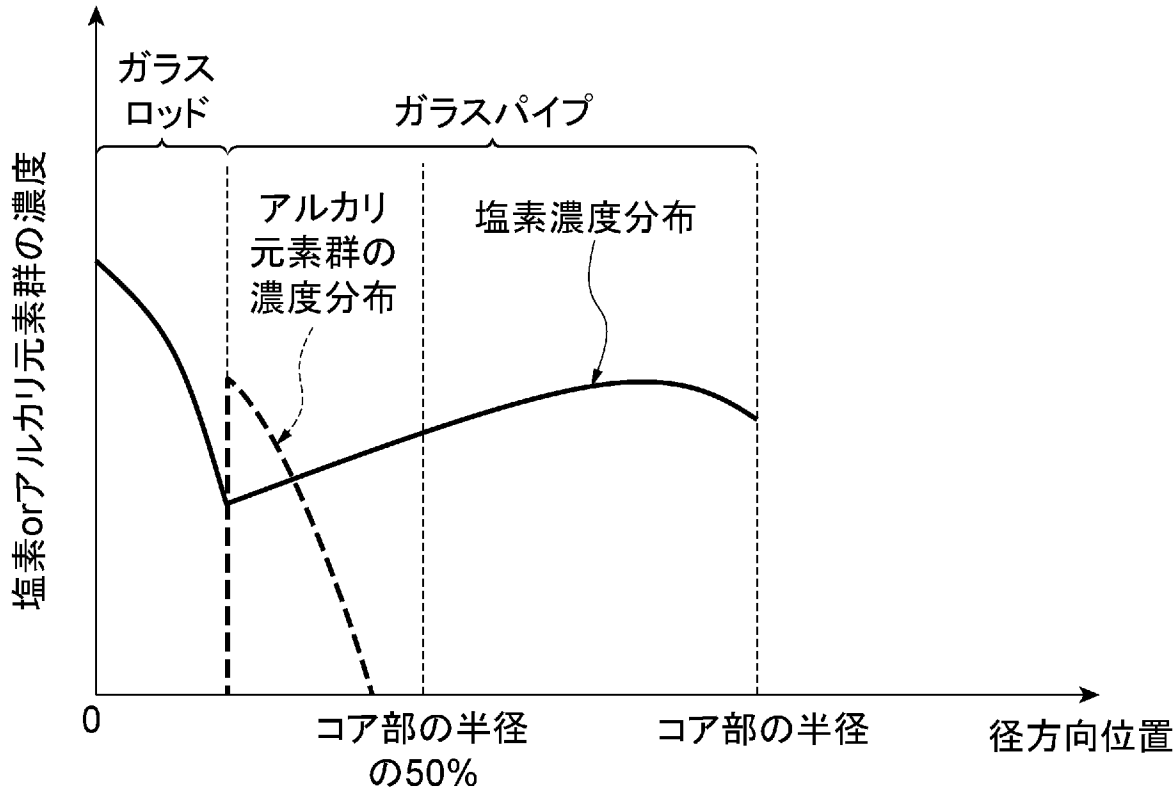
[図1]


開 始
準備工程
S1
添加工程
S2
縮径工程
S3
エッチング工程
S4
一体化工程
S5
延伸研削工程
S6
S10
コラプス工程
S7
OVD工程
S8
S20
線引工程
S9
終 了

[図2]



[図3]


ガラス
ロッド
ガラスパイプ
アルカリ
元素群の
濃度分布
塩素濃度分布
塩素orアルカリ元素群の濃度
0
コア部の半径
の50%
コア部の半径
径方向位置

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2021/031564

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C03B 37/012(2006.01)i; ***C03B 37/018***(2006.01)i
FI: C03B37/012 A; C03B37/018 C

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)

C03B37/012; C03B37/018

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 1971-2021
Registered utility model specifications of Japan 1996-2021
Published registered utility model applications of Japan 1994-2021

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	WO 2017/164025 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 28 September 2017 (2017-09-28) claims 1, 2, paragraphs [0001], [0006], [0007], [0009], [0016], [0024]-[0026], [0029]-[0039], fig. 3, 4	1-3, 5-8, 12-17
Y		6-7, 10
A		4, 9, 11
X	JP 2019-019013 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 07 February 2019 (2019-02-07) claim 1, paragraphs [0001], [0009], [0010], [0016], [0022]-[0024], [0035]-[0044], fig. 1, 6	1-3, 5, 10, 13-14
Y		6-7, 10
A		4, 8-9, 11-12, 15-17
A	JP 2015-157726 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 03 September 2015 (2015-09-03) entire text, all drawings	1-17

☑ 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
21 October 2021	**09 November 2021**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/111470 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 01 August 2013 (2013-08-01) entire text, all drawings	1-17
A	JP 2005-537210 A (CORNING INCORPORATED) 08 December 2005 (2005-12-08) entire text, all drawings	1-17
A	WO 2016/021576 A1 (FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD.) 11 February 2016 (2016-02-11) entire text, all drawings	1-17
A	US 2015/0316712 A1 (CORNING INCORPORATED) 05 November 2015 (2015-11-05) entire text, all drawings	1-17
A	WO 2020/027063 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 06 February 2020 (2020-02-06) entire text, all drawings	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2021/031564

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO 2017/164025 A1	28 September 2017	US 2018/0362392 A1 claims 1, 2, paragraphs [0002], [0006], [0007], [0009], [0024]-[0026], [0029]-[0039], fig. 3, 4 EP 3435126 A1 CN 108700704 A	
JP 2019-019013 A	07 February 2019	US 2019/0016630 A1 claim 1, paragraphs [0001], [0007], [0008], [0020], [0039]-[0048], fig. 2, 7 GB 2565645 A FR 3068907 A1 CN 109250898 A	
JP 2015-157726 A	03 September 2015	US 2015/0241629 A1 whole document EP 2910533 A1 CN 104865632 A	
WO 2013/111470 A1	01 August 2013	US 2014/0370287 A1 whole document EP 2808310 A1 CN 104093674 A	
JP 2005-537210 A	08 December 2005	US 2004/0057692 A1 whole document WO 2004/020357 A2 EP 1530552 A2 KR 10-2005-0031110 A CN 1692086 A	
WO 2016/021576 A1	11 February 2016	US 2017/0137316 A1 whole document EP 3178793 A1	
US 2015/0316712 A1	05 November 2015	WO 2005/021455 A2 whole document JP 2013-14505 A KR 10-2006-0123712 A CN 1842499 A	
WO 2020/027063 A1	06 February 2020	US 2021/0171390 A1 whole document	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2021/031564

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））
C03B 37/012(2006.01)i; C03B 37/018(2006.01)i
FI: C03B37/012 A; C03B37/018 C

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））
C03B37/012; C03B37/018

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　１９７１－２０２１年
日本国実用新案登録公報　１９９６－２０２１年
日本国登録実用新案公報　１９９４－２０２１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	WO 2017/164025 A1 (住友電気工業株式会社) 28.09.2017 (2017-09-28) 請求項１、２、段落［０００１］、［０００６］－［０００７］、［０００９］、［００１６］、［００２４］－［００２６］、[００２９]-[００３９]、図３、４	1-3, 5-8, 12-17
Y		6-7, 10
A		4, 9, 11
X	JP 2019-019013 A (住友電気工業株式会社) 07.02.2019 (2019-02-07) 請求項１、段落［０００１］、［０００９］－［００１０］、［００１６］、［００２２］－［００２４］、［００３５]-[００４４]、図１、６	1-3, 5, 10, 13-14
Y		6-7, 10
A		4, 8-9, 11-12, 15-17
A	JP 2015-157726 A (住友電気工業株式会社) 03.09.2015 (2015-09-03) 全文、全図	1-17
A	WO 2013/111470 A1 (住友電気工業株式会社) 01.08.2013 (2013-08-01) 全文、全図	1-17

☑ 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抵触するものではなく、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
21.10.2021	09.11.2021

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
大塚　晴彦 4T 1784

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

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
A	JP 2005-537210 A (コーニング インコーポレイテッド) 08.12.2005 (2005-12-08) 全文、全図	1-17
A	WO 2016/021576 A1 (古河電気工業株式会社) 11.02.2016 (2016-02-11) 全文、全図	1-17
A	US 2015/0316712 A1 (CORNING INCORPORATED) 05.11.2015 (2015-11-05) 全文、全図	1-17
A	WO 2020/027063 A1 (住友電気工業株式会社) 06.02.2020 (2020-02-06) 全文、全図	1-17

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2021/031564

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2017/164025 A1	28.09.2017	US 2018/0362392 A1 claims 1, 2, paragraphs 0002, 0006-0007, 0009, 0024-0026, 0029-0039, FIGs.3, 4 EP 3435126 A1 CN 108700704 A	
JP 2019-019013 A	07.02.2019	US 2019/0016630 A1 claim 1, paragraphs 0001, 0007-0008, 0020, 0039-0048, FIGs.2, 7 GB 2565645 A FR 3068907 A1 CN 109250898 A	
JP 2015-157726 A	03.09.2015	US 2015/0241629 A1 whole document EP 2910533 A1 CN 104865632 A	
WO 2013/111470 A1	01.08.2013	US 2014/0370287 A1 whole document EP 2808310 A1 CN 104093674 A	
JP 2005-537210 A	08.12.2005	US 2004/0057692 A1 whole document WO 2004/020357 A2 EP 1530552 A2 KR 10-2005-0031110 A CN 1692086 A	
WO 2016/021576 A1	11.02.2016	US 2017/0137316 A1 whole document EP 3178793 A1	
US 2015/0316712 A1	05.11.2015	WO 2005/021455 A2 whole document JP 2013-14505 A KR 10-2006-0123712 A CN 1842499 A	
WO 2020/027063 A1	06.02.2020	US 2021/0171390 A1 whole document	