(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
2006 年5 月26 日 (26.05.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/054685 A1

(51) 国際特許分類:
C03B 8/04 (2006.01) *C03B 37/07* (2006.01)
C03B 37/014 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/021220

(22) 国際出願日: 2005 年11 月18 日 (18.11.2005)

(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 2004-335334
2004 年11 月19 日 (19.11.2004) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 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; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 森田 圭省 (MORITA, Keisei). 星野 寿美夫 (HOSHINO, Sumio).

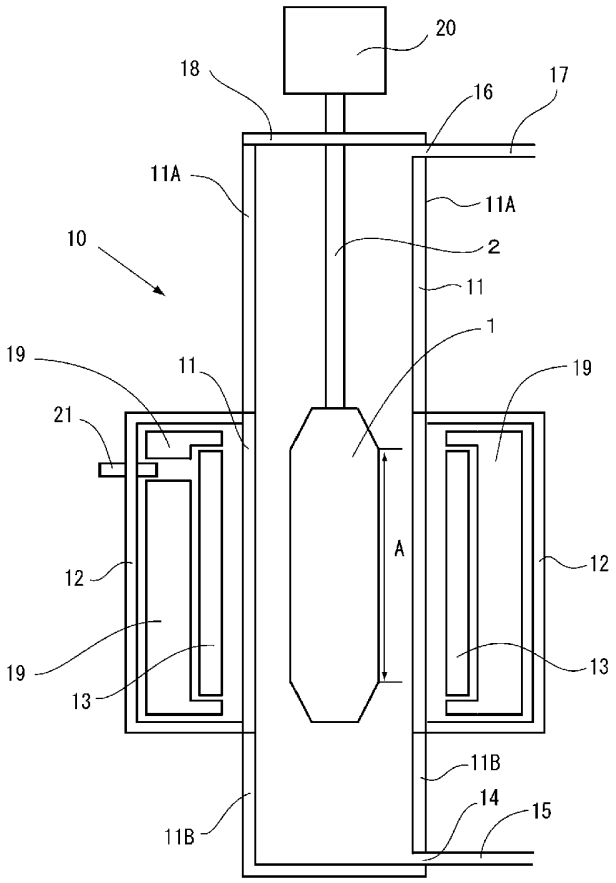
(74) 代理人: 中野 稔, 外(NAKANO, Minoru et al.); 〒5540024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目１番３号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).

(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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING GLASS

(54) 発明の名称: ガラスの製造方法



(57) Abstract: This invention provides a production process of glass that can shorten the time necessary for the addition of a refractive index control material such as fluorine to a glass fine particle deposited product. This process comprises the steps of (1) placing a glass fine particle deposited product in a vessel, (2) supplying an addition gas containing a refractive index control material into the vessel and evacuating gas within the vessel to add the refractive index control material to the glass fine particle deposited product, and (3) heating the glass fine particle deposited product for clearing. In the step in which a final setting concentration of the refractive index control material in the addition gas is determined from a target glass refractive index and the refractive index control material is added, an addition gas containing a refractive index control material having a higher setting concentration than the final setting concentration is supplied to the vessel, and an addition gas containing a refractive index control material having a final setting concentration is then supplied into the vessel to add the refractive index control material to the glass fine particle deposited product.

(57) 要約: フッ素等の屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加する時間を短縮することのできるガラスの製造方法を提供する。この方法は、（１）ガラス微粒子堆積体を容器に入れ、（２）屈折率制御物質を含む添加ガスを容器に供給しかつ容器内のガスを排気して屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加し、（３）ガラス微粒子堆積体を加熱して透明化する工程からなり、目標とするガラスの屈折率により添加ガス中の屈折率制御物質の最終設定濃度を求めておき、屈折率制御物質を添加する工程において、最終設定濃度よりも高い設定濃度の屈折率制御物質を含む添加ガスを容器に供給し、その後、最終設定濃度の屈折率制御物質を含む添加ガスを容器内に供給して屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体

[続葉有]

WO 2006/054685 A1

BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, 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, 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 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

２文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

に添加する。

明 細 書

ガラスの製造方法

技術分野

[0001] 本発明はガラスの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 日本国特開平9－48630号公報は、フッ素添加ガラスを製造する方法を開示している。この方法では、ガラス微粒子堆積体を容器に入れ、容器内を加熱しながら容器にフッ素化合物ガスを供給してガラス微粒子堆積体にフッ素を添加し、その後ガラス微粒子堆積体を透明ガラス化する。フッ素をガラス微粒子堆積体に添加する間は容器内のフッ素原料濃度を4体積％にする。日本国特開昭62－230638号公報は、フッ素化合物を含む雰囲気中でガラス微粒子積層体を加熱処理するときにフッ素化合物の分圧を変化させる方法を開示している。この方法では、温度の変化とともにフッ素化合物の分圧を変化させる。

[0003] これらの文献に開示された方法では、大部分のフッ素化合物が容器を素通りして排気されてしまう。そのため、容器に供給するフッ素の量に対するガラス微粒子堆積体に添加されるフッ素の量の比（収率）が非常に小さくなり、高価なフッ素化合物の大部分が無駄になっていた。

[0004] 特許文献1：特開平9－48630号公報

特許文献1：特開昭62－230638号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、フッ素等の屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加する時間を短縮することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明は、（1）ガラス微粒子堆積体を容器に入れ、（2）屈折率制御物質を含む添加ガスを前記容器に供給しかつ前記容器内のガスを排気して前記屈折率制御物質を前記ガラス微粒子堆積体に添加し、（3）前記ガラス微粒子堆積体を加熱して透明

化するガラスの製造方法に関する。本発明では、目標とする前記ガラスの屈折率により前記添加ガス中の前記屈折率制御物質の最終設定濃度を求めておき、屈折率制御物質を添加する工程において、前記最終設定濃度よりも高い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器に供給し、その後、前記最終設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給して前記屈折率制御物質を前記ガラス微粒子堆積体に添加する。

[0007] この場合、前記屈折率制御物質ガスの流量をf(スタンダード リットル／分:標準状態(0℃、一気圧)での流量、略称slm)、前記ガラス微粒子堆積体の有効部を取り囲む部分の前記容器の容積から前記ガラス微粒子堆積体の有効部の体積を引いた体積をV(リットル)として、f／V≦0.012(分$^{-1}$)を満たす流量fで前記屈折率制御物質ガスを流すことが効果的である。なお、ガスの体積は、以降全て標準状態での体積として表す。

[0008] また、屈折率制御物質を添加する添加する工程において、前記最終設定濃度よりも高い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給した後、前記最終設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給する前に、前記最終設定濃度よりも低い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスまたは前記屈折率制御物質を含まないガスを前記容器内に供給すると径の大きなガラス微粒子堆積体でも均一かつ短時間で前記屈折率制御物質を添加することができるので好ましい。

発明の効果

[0009] 本発明により、ガラス微粒子堆積体に屈折率制御物質を添加する時間が短縮される。特に、屈折率制御物質の流量を少なくする場合に、本発明は効果的である。また、前記屈折率制御物質を添加する工程で、前記最終設定濃度よりも低い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスまたは前記屈折率制御物質を含まないガスを前記容器内に供給することにより、径の大きなガラス微粒子堆積体に短時間で均一に屈折率制御物質を添加することが可能となる。

発明を実施するための最良の形態

[0010] 本発明の実施形態が、以下において、図面を参照して説明される。図面は、説明を

目的とし、発明の範囲を限定しようとするものではない。図面において、説明の重複を避けるため、同じ符号は同一部分を示す。図面中の寸法の比率は、必ずしも正確ではない。

[0011] 図1を参照して、本発明でガラス微粒子堆積体に屈折率制御物質を添加する第一の態様を説明する。加熱装置10は炉心管11、上部延長部11A、下部延長部11Bからなる容器を中央部に有し、炉心管11の外部には熱源13が配置される。熱源13は外壁12で覆われる。熱源13と外壁12との間には断熱材19が置かれる。外壁12の一部に切り欠きがつけられて、そこに放射温度計21が取り付けられる。放射温度計21と熱源13の間には断熱材が置かれない。炉心管11に接続された下部延長部11Bの下部には供給口14が設けられ、そこに供給管15が取り付けられる。炉心管11に接続された上部延長部11Aの上部には排出口16が設けられ、そこに排出管17が取り付けられる。

[0012] ガラス微粒子堆積体1を、ダミーロッド2を介して昇降装置20で吊り下げて容器内に入れて、蓋18を閉める。ダミーロッド2は蓋18を貫通するが、ダミーロッド2と蓋18とは隙間なく密封する。昇降装置20を駆動させて熱源13に囲まれる位置までガラス微粒子堆積体1を降下させる。ガラス微粒子堆積体1の外径定常部分Aが熱源13に囲まれる位置で昇降装置20を止め、ガラス微粒子堆積体1の位置を固定する。

[0013] 塩素や四塩化珪素等の脱水ガスを含むガスを、供給管15を通じて供給口14から容器内に供給しながら、熱源13の温度を1000～1300℃程度まで上昇させて、ガラス微粒子堆積体1を加熱しながら脱水する。炉内の水分を排出口16から炉内の気体とともに吸引して排出する。熱源13は抵抗加熱型ヒータや誘導加熱型ヒータが使用可能である。それらのヒータを使用する場合、放射温度計21で熱源13の温度を測定して、所定の温度となるように熱源13に通電する電圧や電流を制御する。

[0014] 熱源13の温度が1000～1300℃程度まで昇温すれば、脱水ガスの供給を止め、熱源13をその温度に維持する。そして、屈折率制御物質を含む添加ガスを供給口14から容器内に供給する。引き続き排出口16から容器内の気体を吸引して排気するがその排気量は供給される屈折率制御物質を含むガスの流量によってはそれまでの流量から適宜変化させてもよい。添加ガスを容器の下方から供給し、かつ容器の上

方から排気することにより、供給口14から供給された添加ガスは上方に流れ、容器内には供給口14から排気口16にかけての気流が形成される。数十分ないし数時間加熱しながら屈折率制御物質を容器内に流すことによりガラス微粒子堆積体に屈折率制御物質を添加することができる。

[0015] ガラス微粒子堆積体を入れた容器にSiF_4ガスを一定の濃度で供給してガラス微粒子堆積体にフッ素を添加する従来の方法について、フッ素の添加時間とガラス微粒子堆積体に添加されたフッ素の量との関係を図2に例示する。ここで、添加時間はSiF_4ガスを容器に供給開始した時から経過した時間である。添加時間が長くなるにつれて添加されたフッ素の量は増加するが、やがて飽和に達する。飽和添加量は飽和に達するときのガラス微粒子堆積体周囲のフッ素濃度に依存する。以降、この飽和添加量を与える濃度を最終設定濃度という。

[0016] 容器に供給するフッ素濃度が一定であれば、単位時間にガラス微粒子堆積体に添加されるフッ素の量(図2のグラフにおける接線の傾き)は、開始直後で多く、時間の経過につれて少なくなる。添加開始からの時間が同じであれば、単位時間あたりのフッ素の添加量はフッ素濃度に依存し、濃度が高いほど単位時間あたりのフッ素の添加量は多い。

[0017] 本発明の第一の態様では、屈折率制御物質の添加工程の初期に屈折率制御物質の設定濃度を所定の最終設定濃度よりも高濃度として、屈折率制御物質の添加を加速する。その後、屈折率制御物質の設定濃度を所定の最終設定濃度として所定の飽和量(目標値)まで屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加する。これにより、このガラス微粒子堆積体を加熱透明化して得られたガラスの屈折率が所定の値となる。

[0018] ここで、本発明では、ガラス微粒子堆積体を透明化する以前に屈折率制御物質の添加を完了する。本発明では、屈折率制御物質の設定濃度を所定の最終設定濃度よりも高濃度とする間のガラス微粒子堆積体の平均嵩密度の増加量が0.2g/cm^3以下となるよう加熱温度および処理時間を決める。このような加熱温度および処理時間とすることにより、屈折率制御物質を含む添加ガスのガラス微粒子堆積体への拡散速度を低下させることなく、速やかにかつ均一に屈折率制御物質をガラス微粒子

堆積体に添加することが可能となる。

[0019] ガラス微粒子にフッ素を添加する場合を例にして本発明と従来技術とを対比して説明する。ガラス微粒子堆積体に添加するフッ素の濃度をn_1としたときに、それだけのフッ素を添加するためのフッ素の最終設定濃度をc_1とする。図3に実線で示す場合は、フッ素添加開始から時刻t_1まではフッ素の設定濃度をc_2（$>c_1$）とし、時刻t_1でフッ素の設定濃度をc_1とする場合である。この場合は、図4に示すように時刻t_2で所定量n_1のフッ素がガラス微粒子堆積体に添加される。一方、従来技術は、図3および図4に破線で示す場合であり、フッ素添加開始からフッ素の設定濃度をc_1とし、時刻t_3（$>t_2$）で所定量n_1のフッ素がガラス微粒子堆積体に添加される。

[0020] 本発明における屈折率制御物質の設定濃度は、図5に示すように階段状に変化させてもよく、図6に示すように連続的に変化させてもよく、図7に示すよう、屈折率制御物質の添加を開始してからしばらくして屈折率制御物質の設定濃度を高くしてもよい。ただし、添加開始直後が屈折率制御物質の単位時間の添加量が多いので、その時期に屈折率制御物質の設定濃度を最終設定濃度よりも高くするのが、添加時間の短縮の効果が大きく好ましい。

[0021] 本発明に使用するガラス微粒子堆積体は、酸水素火炎中にガラス原材料となる$SiCl_4$や$GeCl_4$を流し火炎加水分解反応によりSiO_2やGeO_2なるガラス微粒子を生成し出発ロッドにガラス微粒子を堆積させるVAD法やOVD法などで作製することができる。本発明で使用する屈折率制御物質は主にハロゲン系元素である。屈折率制御物質を含む添加ガスには、例えば、SiF_4、SF_6、$GeCl_4$、CF_4、C_2F_6、CCl_2F_2、Cl_2や$SiCl_4$などを挙げることができる。添加ガスは、それらをHeガス等の不活性ガスや窒素ガス等の反応性の低いガスで希釈したガスであってもよい。屈折率制御物質はガスとして添加ガス中に混在することができる。

[0022] 炉心管11に囲まれた空間では、供給された屈折率制御物質がガラス微粒子堆積体の微粒子間の空隙に入り込んでガラス微粒子堆積体内全体に拡散しつつもいずれかのガラス微粒子の珪素原子に結合してガラス微粒子堆積体1に添加される。屈折率制御物質は供給口14に近い側からガラス微粒子堆積体1に添加されていく。そのため、容器内であってガラス微粒子堆積体1の周囲の空間では、屈折率制御物質

の濃度が供給口14に近い側では高く、供給口14から遠ざかるにしたがって(排出口16に近づくにしたがって)低くなる。つまり、容器内の空間では、ガラス微粒子堆積体1の長さ方向にそって濃度勾配が生じる。

[0023] 屈折率制御物質ガスの単位時間当たりの流量がガラス微粒子堆積体を取り囲む容器容積に比して小さいときは、大きいときに比べて、ガラス微粒子堆積体の排気口に近い側の周囲の屈折率制御物質濃度が低くなる。したがって、ガラス微粒子堆積体の排気口に近い側では屈折率制御物質が飽和に達するまでの時間が長くかかる。本発明では、ガラス微粒子堆積体に添加された屈折率制御物質の量が飽和に達する以前に、所定の最終設定濃度よりも高い設定濃度で屈折率制御物質を容器内に供給することにより、屈折率制御物質のガラス微粒子堆積体への添加を加速するが、これによる添加時間短縮の効果は、屈折率制御物質を含むガスの流量がガラス微粒子堆積体を取り囲む容器容積に比して小さいときに大きい。

[0024] 屈折率制御物質ガスの流量をf(slm)、ガラス微粒子堆積体の有効部を取り囲む部分の容器の容積からガラス微粒子堆積体の有効部の体積を引いた量をV(リットル)とすると、屈折率制御物質の添加終了直前のf／V値が0．012(分$^{-1}$)以下のときに本発明の効果が特に大きいことが分かった。ここで、ガラス微粒子堆積体の有効部を取り囲む部分の容積からガラス微粒子堆積体の有効部の体積を引いた分とは、容器内であってガラス微粒子堆積体周囲の空間の体積であり、すなわち、容器とガラス微粒子堆積体とのクリアランスの断面積をガラス微粒子堆積体の有効長にわたって積分した値である。例えば、図1で炉心管11が内径2Rで一定の円筒であり、ガラス微粒子堆積体の有効部が半径rで一定の円柱であるとすれば、ガラス微粒子堆積体の有効部Aの長さをLとして、$V=\pi(R^2-r^2)L$となる。

[0025] 屈折率制御物質を添加した後は、供給管15を通じて供給口14から容器内にHeガスなどの不活性ガスや窒素ガスなどのほぼ反応性のないガスを供給して、熱源の温度を1500℃程度まで上昇してその温度で数十分ないし数時間ガラス微粒子堆積体を加熱して透明化し、透明ガラスを得る。ガラス微粒子堆積体の透明化工程で、ガラス微粒子堆積体の外周の屈折率制御物質が抜けてしまうことがある。本発明では、ガラス微粒子堆積体の透明化する以前に屈折率制御物質の添加を完了するが、屈折

率制御物質の抜けを防止するために、添加完了後もガラス微粒子堆積体の周囲を屈折率制御物質雰囲気とすることを排除しない。本発明は、図1に示すように、ガラス微粒子堆積体の有効部が熱源の長さよりも短く、かつガラス微粒子堆積体に屈折率制御物質を添加するときにガラス微粒子堆積体を熱源に対してその長さ方向に移動することがない場合に特に有効である。

実施例

[0026] (実施例1)

VAD法により外径150mm、長さ1200mmのガラス微粒子堆積体を製造した。これを、内径200mmの炉心管に入れた。炉心管の容積のうち、ガラス微粒子堆積体の有効部を取り囲む部分の体積からガラス微粒子堆積体の有効部の体積を引いた体積V(リットル)は、16.5(リットル)である。

[0027] はじめに、Cl_2ガスおよびHeガスを流して1250℃まで加熱して脱水した。Cl_2ガスの供給を停止した後、ただちにSiF_4ガスとHeガスをそれぞれ1.2(slm)、9.0(slm)の流量で流し、排出口からの排気量を10.2(slm)とした。熱源の温度を1250℃に保ち、0.6時間経過後、SiF_4ガスの流量を0.6(slm)に変更した。Heガスの流量はそのままとした。排気量は9.6(slm)に変更した。さらに1.2時間経過後(SiF_4ガスを流し始めてから1.8時間経過後)、SiF_4ガスの供給を停止した。屈折率制御物質ガスであるSiF_4ガスの流量をf(slm)として、f/V(分$^{-1}$)は、当初0.073(分$^{-1}$)であるが、途中から0.036(分$^{-1}$)である。

[0028] SiF_4ガスの供給を停止した後もHeガスは同流量で流し続け、排気量は9.0(slm)に変更し、その後、熱源の温度を1450℃まで上昇し、その温度で2時間加熱を続けて、透明ガラスを得た。得られたガラスの屈折率を長さ方向に位置を変えて6点の測定点で測定したところ、純シリカガラスに対する比屈折率差は−0.35%±0.01%であった。

[0029] (比較例1)

実施例1と同じ大きさのガラス微粒子堆積体を同じ加熱装置で脱水、フッ素添加および透明化して透明ガラスを製造した。ただし、フッ素添加時に流すガスの流量は、SiF_4ガスは0.6(slm)、Heガスは9.0(slm)、排気量は9.6(slm)でそれぞれ一定と

した。フッ素添加前の脱水およびフッ素添加後の透明化は実施例1と同様に行った。実施例1と同等なガラス(透明化後の比屈折率差が－0．35％±0．01％)を製造するために必要なフッ素添加の時間は3時間であった。

[0030] 実施例1では比較例1に比べて、フッ素添加に必要な時間を1．2時間も短縮できた。また、SiF_4の使用量は実施例1では86．4リットル、比較例1では108リットルであり、実施例1ではSiF_4ガスの収率を向上させSiF_4ガスを節約することができた。

[0031] (実施例2)

以下の実施例2、比較例2は実施例1、比較例1に対して屈折率制御物質を含むガスの流量を絞った場合である。実施例1と同じ大きさのガラス微粒子堆積体を同じ加熱装置で脱水、フッ素添加および透明化して透明ガラスを製造した。ただし、フッ素添加時に流すガスは、当初はSiF_4ガスとHeガスをそれぞれ0．2(slm)、1．5(slm)の流量で流し、排出口からの排気量を1．7(slm)とした。熱源の温度を1250℃に保ち、1．5時間経過後、SiF_4ガスの流量を0．1(slm)に変更した。Heガスの流量はそのままとした。排気量は1．6(slm)に変更した。さらに3．5時間経過後(SiF_4ガスを流し始めてから5時間経過後)、SiF_4ガスの供給を停止した。f／V(分$^{-1}$)は、当初0．012(分$^{-1}$)であるが、途中から0．006(分$^{-1}$)である。

[0032] SiF_4ガスの供給を停止した後もHeガスは同流量で流し続け、排気量は1．5(slm)に変更し、その後、熱源の温度を1450℃まで上昇し、その温度で2時間加熱を続けて、透明ガラスを得た。得られたガラスの屈折率を実施例1と同様に6点の測定点で測定したところ、純シリカガラスに対する比屈折率差は－0．35％±0．01％であった。

[0033] (比較例2)

実施例1と同じ大きさのガラス微粒子堆積体を同じ加熱装置で脱水、フッ素添加および透明化して透明ガラスを製造した。ただし、フッ素添加時に流すガスの流量は、SiF_4ガスは0．1(slm)、Heガスは1．5(slm)、排気量は1．6(slm)でそれぞれ一定とした。フッ素添加前の脱水およびフッ素添加後の透明化は実施例2と同様に行った。透明化後の比屈折率差が－0．35％±0．01％と実施例2と同等なガラスを製造するには、フッ素添加の時間が9時間必要であった。

[0034] 実施例2は比較例2よりも4時間も製造時間を短縮でき、SiF_4ガスの使用量も実施例2では比較例2よりも15リットルも節約できる。これより、屈折率制御物質を含むガスの流量を絞った場合であっても、本発明の効果があることが確認できる。特に、屈折率制御物質を含むガスを流す時間についてみると、実施例1は比較例1の60%の時間で済んでおり、実施例2は比較例2の56%の時間で済んでいる。したがって、屈折率制御物質を含むガスの流量を絞った場合は、時間短縮の効果がより大きい。また、実施例1と実施例2とを比較すると、屈折率制御物質を含むガスの流量を絞った場合には、ガスを流す時間が長くなるが、流すガスの総量を少なくすることができる。

[0035] ところで、ガラス微粒子堆積体の径が大きい場合、例えば、ガラス微粒子堆積体の径が200mm以上の場合は、屈折率制御物質の濃度が高いとガラス微粒子堆積体の外周部分に添加される屈折率制御物質の量は中心部分よりも多くなってしまう。つまり、屈折率制御物質の添加量がガラス微粒子堆積体の径方向で常に均一であるとは限らない。ここで、中心部分とは径が200mmのガラス微粒子堆積体ではガラス微粒子堆積体の中心軸からの距離が25mm以下の部分であり、一般に中心軸からの距離が半径の4分の1以下の部分である。外周部分とは、径が200mmのガラス微粒子堆積体では中心軸からの距離が75mm以上の部分であり、一般に中心軸からの距離が半径の4分の3以上の部分である。

[0036] そこで、本発明の第二の態様では、最終設定濃度よりも高い濃度の屈折率制御物質を容器に供給して屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加した後、添加ガス中の屈折率制御物質濃度を最終設定濃度よりも下げて、過剰に添加された屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体の外周部分から脱離させることを促進する。その後、屈折率制御物質の設定濃度を所定の最終設定濃度として所定の飽和量(目標値)まで屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体に添加する。これにより、径の大きなガラス微粒子堆積体であっても、屈折率制御物質がその径方向に均一に添加される。

[0037] しかも、当初の屈折率制御物質濃度を最終設定濃度よりも高くすることにより、屈折率制御物質濃度を一定とする場合よりも屈折率制御物質の添加時間を短縮し、その間に反応容器に供給される屈折率制御物質の量を少なくすることができる。このガラス微粒子堆積体を加熱透明化して得られたガラスは、その屈折率がその径方向に均

一となる。

[0038] 径の大きなガラス微粒子堆積体にフッ素を添加する例を図8ないし図10を参照して説明する。図8はフッ素化合物の濃度の経時変化を示す図である。実線で示す場合が、本発明の第二の態様の一例であり、時刻ゼロから時刻t_1までの間は最終設定濃度よりも高い濃度c_2のフッ素化合物ガスを含む添加ガス(例えば、SiF_4を含むヘリウムガス)を反応容器内に供給し、時刻t_1から時刻t_2までの間はフッ素化合物濃度が最終設定濃度よりも低い濃度c_3の添加ガスを供給し、時刻t_2から時刻t_3までの間はフッ素化合物濃度が最終設定濃度c_1の添加ガスを反応容器内に供給する。本例において、最終設定濃度よりも濃度が低いということは濃度ゼロを含む。濃度ゼロの場合には、容器に供給するガスは、それまで容器に供給していた添加ガスから屈折率制御物質を除いたガスとなる。

[0039] 破線で示す場合は、本発明の第一の態様の一例であり、時刻ゼロから時刻t_1まで最終設定濃度c_1よりも高い濃度c_2のフッ素化合物ガスを含む添加ガスを容器内に供給し、時刻t_1から時刻t_4までの間は最終設定濃度c_1のフッ素化合物ガスを容器内に供給する。図8に一点鎖線で示す場合は、従来例であり、時刻ゼロから時刻t_5まで最終設定濃度c1で常に一定の濃度の屈折率制御物質を容器内に供給する。

[0040] 図9はガラス微粒子堆積体の中心部分でのフッ素の添加時間と添加量との関係を示し、図10はガラス微粒子堆積体の外周部分でのフッ素の添加時間と添加量との関係を示す。図9、図10とも、実線、破線、一点鎖線それぞれは、図8における実線、破線、一点鎖線の場合の濃度変化でフッ素化合部ガスを供給した場合の添加量を示す。

[0041] 図10が示すように、時刻t_1では、中心部分ではフッ素添加量が目標量n_1に到達していない。一方、図9が示すように、外周部分はフッ素添加の進行が早く、フッ素化合物濃度を最終設定濃度よりも高くした場合はフッ素添加量が目標量n_1を超えてしまう。時刻t_1でフッ素化合物の濃度を変化させた後、中心部分では実線で示す場合も破線で示す場合もフッ素添加量が増加し続け、時刻t_3で目標量n_1に達して飽和する。これは、外周部分に添加されたフッ素が脱離して中心部分に移動してくるためと考えられる。

[0042] 一方、外周部分では、実線の場合も破線の場合も、時刻t_1の後フッ素化合物ガス濃度が低下することにより、一旦添加されたフッ素が脱離してガラス微粒子堆積体の外周部分のフッ素添加量は減少していく。破線の場合は時刻t_4で目標量に達するが、実線の場合はフッ素化合物濃度が最終設定濃度よりも低いので破線の場合よりも早くフッ素が脱離し、時刻t_2ではフッ素添加量は目標量n_1よりも小さくなる。実線の場合は時刻t_2から最終設定濃度のフッ素化合物を容器に供給するので再びフッ素添加量が増加して時刻t_3で目標量に達する。

[0043] 従来の方法(図8ないし10の一点鎖線の場合)では、内周部分が目標とする添加量に至るのは外周部分が目標とする添加量に至った後であり、時刻t_5で初めてガラス微粒子堆積体全体にn_1の量のフッ素が添加される。図8ないし10において実線または破線で示す本発明の方法はいずれもフッ素添加の時間を従来の技術よりも短縮できる。特に、フッ素添加工程の途中でフッ素化合物ガスの供給を一時停止させれば、ガラス微粒子堆積体の外周部分に過剰に添加された屈折率制御物質の脱離速度を向上させることができるので、ガラス微粒子堆積体全体に均一に屈折率制御物質を添加するのに要する時間が短縮される。

[0044] 容器に供給する屈折率制御物質の濃度を最終設定濃度よりも下げるときは、濃度が低ければ低いほど、ガラス微粒子堆積体に一旦添加された屈折率制御物質が解離する速度が大きくなり、最終的に所定の量の屈折率制御物質をガラス微粒子堆積体全体に添加するまでの時間が短くなる。したがって、屈折率制御物質の濃度を下げるときには、その濃度をゼロとする、つまり屈折率制御物質の供給を停止することが最も好ましい。また、屈折率制御物質の濃度を最終設定濃度よりも下げる時間が長すぎると、その間、中心部分に屈折率制御物質が添加されなくなることが考えられる。本発明者が検討したところでは、最終設定濃度よりも高い濃度の屈折率制御物質を供給する時間の半分以下の時間であれば、屈折率制御物質の供給を停止しても問題ないことが分かっている。

[0045] 容器に供給する屈折率制御物質の設定濃度は、図11に示すように階段状に変化させてもよい。また、図12に示すように連続的に変化させてもよい。本発明では、図13に示すように、一旦最終設定濃度の屈折率制御物質を供給した後に、屈折率制御

物質の濃度を最終設定濃度より低くすることもできる。

[0046] (実施例3～8および比較例3～5)

ガラス微粒子堆積体を加熱装置の炉心管に入れ、Cl_2ガスおよびHeガスを流して炉心管内雰囲気を1250℃まで加熱して脱水する。炉心管内の雰囲気温度は1250℃を維持してCl_2ガスの供給を停止して、SiF_4ガスとHeガスの混合ガスを容器に供給してガラス微粒子堆積体にフッ素を添加する。フッ素の添加を終えた後にHeガスを容器に供給し続け、炉心管内雰囲気温度を1450℃まで上昇し、その温度で2時間加熱を続けて、透明ガラスを得る。フッ素添加時に容器に供給するSiF_4ガス濃度を変化させたいくつかの場合(実施例3～8および比較例3～5)について、最終設定濃度での飽和量となるフッ素をガラス微粒子堆積体に添加するまでの時間を求めた。

[0047] 以下の例では、透明ガラスの純石英に対する比屈折率差を－0．37%とすることを目標とする。このときのSiF_4の最終設定濃度c_1は7．4体積%となる。添加ガスの総流量は10．8slmとする。SiF_4ガス濃度を変化させるためにSiF_4ガスの流量を変化させた分だけHeガスの流量を変化させて総流量10．8slmを維持する。排出口からの排気量を10．8slmとする。

[0048] (実施例3)

使用するガラス微粒子堆積体の大きさは外径200mm、長さ1200mm、平均嵩密度0．3g／cm^3とし、使用する炉心管の内径を240mmとする。時刻ゼロから時刻t_1までのSiF_4ガス濃度をc_2、時刻t_1からt_4までのSiF_4ガス濃度をc_1(＝7．4体積%)として、フッ素添加時間(t_4)の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を求めた。t_4は、透明ガラスの純石英に対する比屈折率差が－0．37%となるに必要な量のフッ素がガラス微粒子堆積体に添加される時刻である。

[0049] 予備実験として、初期のSiF_4ガス濃度c_2をある値としてt_1を変えてt_4を求める。c_2＝12体積%としたときのt_1とt_4との関係を図14に示す。また、時刻ゼロから時刻t_4までに容器に供給されるSiF_4ガスの量を求める。c_2＝12体積%としたときのt_1とSiF_4ガス供給量との関係を図15に示す。c_2＝12体積%のときは、t_1＝1．55時間とすると、フッ素添加時間(t_4)は2．05時間、SiF_4ガス供給量は144．9リットルとそれぞれ最小

値となる。

[0050] 次に、c_2を変えて、同様に、t_1とt_4の関係およびt_1とSiF_4ガス供給量との関係を求める。c_2＝24体積%とすると、t_1が0．75時間でt_4は1．45時間と最小になり、t_1が0．65時間でSiF_4ガス供給量は149．4リットルと最小となる。c_2＝36体積%とすると、t_1が0．6時間でt_4は1．4時間と最小になり、t_1が0．5時間でSiF_4ガス供給量は165．0リットルと最小となる。c_2＝48体積%とすると、t_1が0．4時間でt_4は1．4時間と最小になり、t_1が0．3時間でSiF_4ガス供給量は151．6リットルと最小となる。これから、c_2が48体積%、t_1が0．4時間のときにフッ素添加時間を最小で1．4時間とすることができ、c_2が12体積%、t_1が1．55時間、t_4が2．05時間のときに、SiF_4ガスの供給量を最小で144．9リットルとすることができることが分かった。

[0051] （実施例4）

次に、フッ素添加工程の途中でフッ素化合物ガス濃度を下げる方法でのフッ素添加時間の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を求めた。ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径は実施例3と同様である。時刻ゼロから時刻t_1までのSiF_4ガス濃度をc_2、時刻t_1からt_2までのSiF_4ガス濃度をc_3、時刻t_2からt_3までのSiF_4ガス濃度をc_1とする。t_3は、透明ガラスの純石英に対する比屈折率差が－0．37%となるに必要な量のフッ素がガラス微粒子堆積体に添加される時刻である。

[0052] まず、濃度c_3とその濃度での保持時間（t_2-t_1）をある値に固定して、実施例3の場合と同様に、初期濃度c_2をある濃度に設定して、フッ素添加時間（t_3）およびSiF_4ガス供給量のt_1依存性を求める。c_2を12体積%、c_3を0%、t_2-t_1を0．2時間とすると、t_1が1．75時間のときに、フッ素添加時間の最小値は2．25時間、SiF_4ガス供給量の最小値は150．9リットルになる。次に、c_3およびt_2-t_1を前述の固定値としてc_2を変更すると、フッ素添加時間の最小値はc_2が48体積%、t_1が0．5時間、c_3が0体積%（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が0．7時間のときにフッ素添加時間は最小で0．9時間とすることができ、c_2が24体積%、t_1が0．85時間、c_3が0体積%（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が1．05時間、t_3が1．35時間のときにSiF_4ガス供給量は最小で147．0リットルとすることができることが分かった。

[0053] （比較例3）

フッ素化合物ガスの濃度をフッ素化合物ガスの供給開始から常に7．4体積％で一定とする方法で透明ガラスの純石英に対する比屈折率差が－0．37％となるに必要な量のフッ素が添加される時間とその間のSiF_4ガス供給量とを求めた。ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径は実施例3と同様である。フッ素添加時間は3．2時間、SiF_4ガス供給量は153．6リットルになると求まった。

[0054] 実施例3および4ならびに比較例3によれば、径の大きなガラス微粒子堆積体にフッ素を添加する時間を従来よりも短くすることができることが分かった。特に、フッ素添加工程の途中でフッ素化合物ガスの濃度を最終設定濃度よりも低くすると、径の大きなガラス微粒子堆積体にフッ素を添加する時間を短縮する効果が大きいことが分かった。

[0055] （実施例5）

ガラス微粒子堆積体の外径を250mm、長さを1300mm、平均嵩密度を0．3g／cm^3とし、炉心管の内径を280mmとした場合のフッ素添加時間の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を実施例3と同様にして求めた。c_2が36体積％、t_1が0．85時間のときにフッ素添加時間は最小で1．65時間とすることができ、c_2が12体積％、t_1が2．5時間、t_4が3時間のときにSiF_4ガス供給量は最小で219．0リットルとすることができることが分かった。

[0056] （実施例6）

ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径を実施例5と同様にして、フッ素添加工程の途中でフッ素化合物ガス濃度を最終設定濃度よりも下げる方法でのフッ素添加時間の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を実施例4と同様にして求めた。フッ素添加時間が最小となるのは、c_2が48体積％、t_1が0．75時間、c_3が0体積％（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が1．05時間のときにフッ素添加時間は最小で1．35時間とすることができ、c_2が24体積％、t_1が1．3時間、c_3が0体積％（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が1．5時間、t_3が1．8時間のときにSiF_4ガス供給量は最小で217．2リットルとすることができることが分かった。

[0057] （比較例4）

ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径は実施例5

と同様として、フッ素化合物ガスの濃度をフッ素化合物ガスの供給開始から常に7．4体積％で一定とする方法での透明ガラスの純石英に対する比屈折率差が－0．37％となるに必要な量のフッ素が添加される時間とその間のSiF_4ガス供給量とを求めた。フッ素添加時間は5．2時間、SiF_4ガス供給量は249．6リットルになると求まった。この場合もフッ素添加時間を短くすることができる。

[0058] （実施例7）

ガラス微粒子堆積体の外径を300mm、長さを1100mm、平均嵩密度を0．3g／cm^3とし、炉心管の内径を330mmとした場合のフッ素添加時間の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を実施例3と同様にして求めた。c_2が36体積％、t_1が1．2時間のときにフッ素添加時間は最小で2．3時間とすることができ、c_2が12体積％、t_1が3．65時間、t_4が4．35時間のときにSiF_4ガス供給量は最小で318．3リットルとすることができることが分かった。

[0059] （実施例8）

ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径を実施例7と同様にして、フッ素添加工程の途中でフッ素化合物ガス濃度を最終設定濃度よりも下げる方法でのフッ素添加時間の最小値とSiF_4ガス供給量の最小値を実施例7と同様にして求めた。c_2が48体積％、t_1が1．0時間、c_3が0体積％（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が1．3時間のときにフッ素添加時間は最小で2．0時間とすることができ、c_2が24体積％、t_1が1．85時間、c_3が0体積％（すなわちSiF_4ガスの供給を中止する）、t_2が2．15時間、t_3が2．65時間のときにSiF_4ガス供給量は最小で312．6リットルとすることができることが分かった。

[0060] （比較例5）

ガラス微粒子堆積体の大きさおよび平均嵩密度ならびに炉心管の内径は実施例7と同様として、フッ素化合物ガスの濃度をフッ素化合物ガスの供給開始から常に7．4体積％で一定とする方法での透明ガラスの純石英に対する比屈折率差が－0．37％となるに必要な量のフッ素が添加される時間とその間のSiF_4ガス供給量とを求めた。フッ素添加時間は7．9時間、SiF_4ガス供給量は379．2リットルになると求まった。この場合もフッ素添加時間を短くすることができる。

[0061] 日本特許出願2004-335334
(2004年11月29日出願)の明細書、クレーム、図面、要約書を含むすべての開示は、本明細書に統合される。

産業上の利用可能性

[0062] 本発明で製造されるガラスは屈折率の均一性がよいため、本発明は、光ファイバ用ガラス母材やフォトマスク用ガラス母材など多くの産業分野に品質の優れたガラスを提供することに利用可能である。

図面の簡単な説明

[0063] [図1]本発明でガラス微粒子堆積体に屈折率制御物質を添加することを説明する図である。
[図2]フッ素の添加時間とフッ素の添加量との関係を示す図である。
[図3]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図4]フッ素の設定濃度を高めることでフッ素の添加時間を短縮することができることを説明する図である。
[図5]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図6]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図7]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図8]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図9]ガラス微粒子堆積体の中心部分でのフッ素の添加時間と添加量との関係を示す図である。
[図10]ガラス微粒子堆積体の外周部分でのフッ素の添加時間と添加量との関係を示す図である。
[図11]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図12]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図13]本発明に係るフッ素の設定濃度における変化の一態様を示す図である。
[図14]本発明において初期のフッ素化合物濃度を12体積%としたときの、最終設定濃度よりも高濃度のフッ素化合物を供給する時間とフッ素添加時間との関係を示す図である。

[図15]本発明において初期のフッ素化合物濃度を12体積%としたときの最終設定濃度よりも高濃度のフッ素化合物を供給する時間とフッ素化合物ガス供給量との関係を示す図である。

符号の説明

[0064] 1…ガラス微粒子堆積体、2…ダミーロッド、10…加熱装置、11…炉心管、12…外壁、13…熱源、14…供給口、15…供給管、16…排出口、17…排気管、18…蓋、20…昇降装置、21…放射温度計

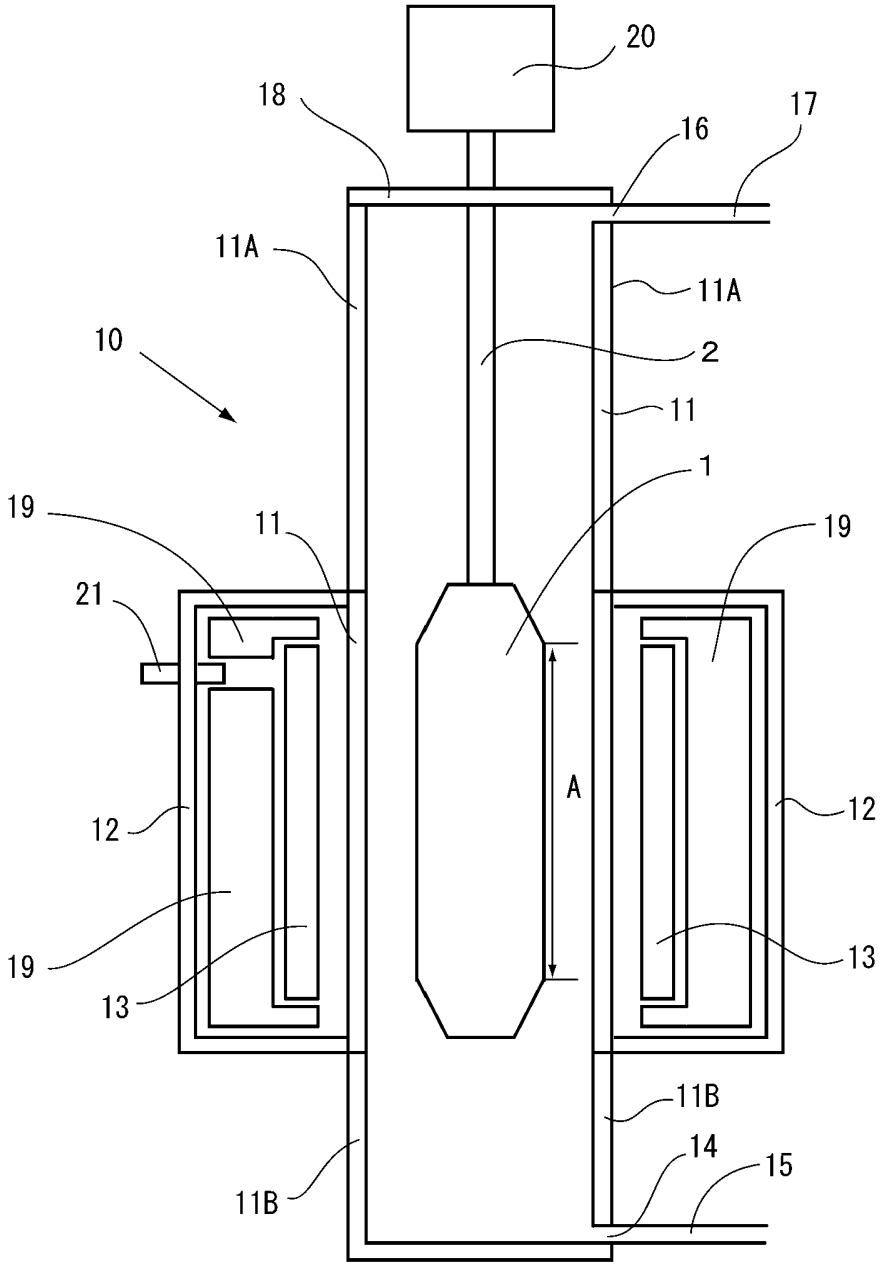
請求の範囲

[1] (1)ガラス微粒子堆積体を容器に入れ、(2)屈折率制御物質を含む添加ガスを前記容器に供給し前記容器内のガスを排気して前記屈折率制御物質を前記ガラス微粒子堆積体に添加し、(3)前記ガラス微粒子堆積体を加熱して透明化するガラスの製造方法であって、目標とする前記ガラスの屈折率により前記添加ガス中の前記屈折率制御物質の最終設定濃度を求めておき、屈折率制御物質を添加する工程において、前記最終設定濃度よりも高い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給し、その後、前記最終設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給して前記屈折率制御物質を前記ガラス微粒子堆積体に添加するガラスの製造方法。

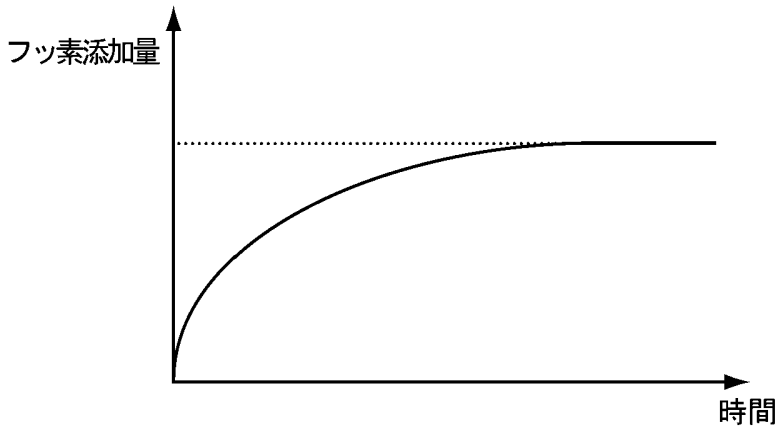
[2] 前記屈折率制御物質ガスの流量をf(slm)、前記ガラス微粒子堆積体の有効部を取り囲む部分の前記容器の容積から前記ガラス微粒子堆積体の有効部の体積を引いた体積をV(リットル)として、$f/V \leqq 0.012$(分$^{-1}$)を満たす流量fで前記屈折率制御物質ガスを流す請求項1に記載のガラスの製造方法。

[3] 屈折率制御物質を添加する工程において、前記最終設定濃度よりも高い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給した後、前記最終設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスを前記容器内に供給する以前に、前記最終設定濃度よりも低い設定濃度の前記屈折率制御物質を含む前記添加ガスまたは前記屈折率制御物質を含まないガスを前記容器内に供給する請求項1に記載のガラスの製造方法。

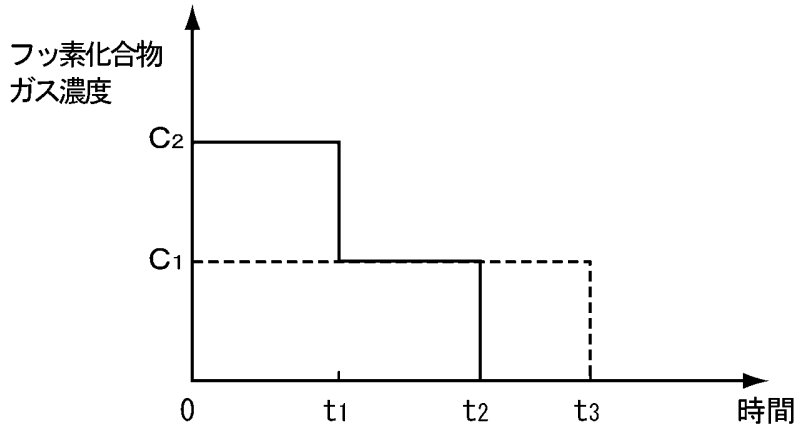
[図1]


20
18
17
16
11A
11A
10
2
11
1
19
11
19
21
A
12
12
19
13
13
11B
14
15
11B

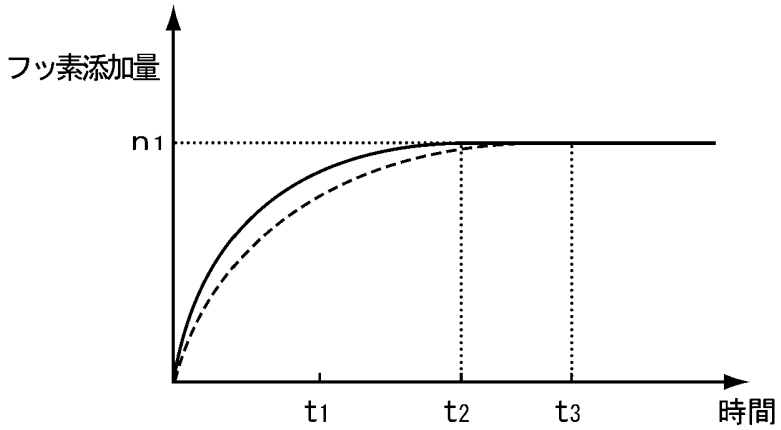
[図2]


フッ素添加量
時間

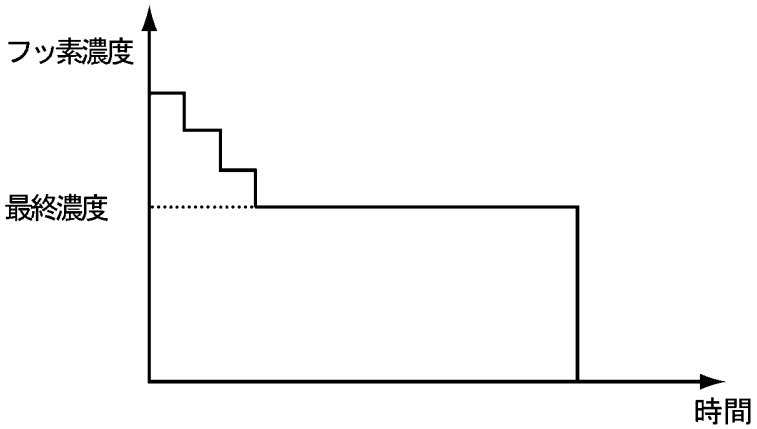
[図3]


フッ素化合物
ガス濃度
C2
C1
0
t1
t2
t3
時間

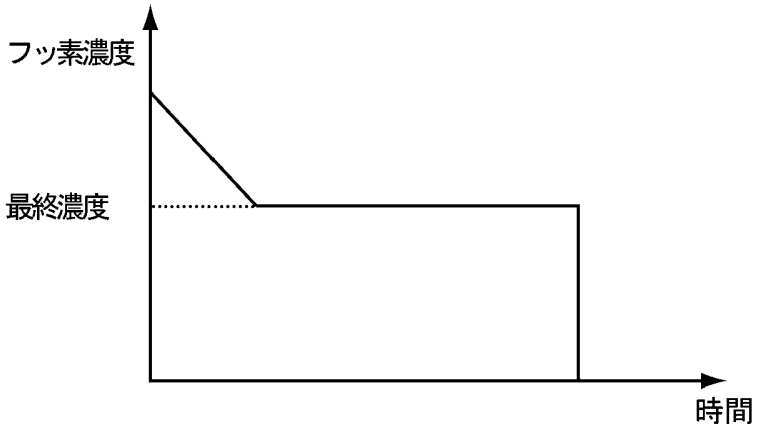
[図4]


フッ素添加量
n1
t1
t2
t3
時間

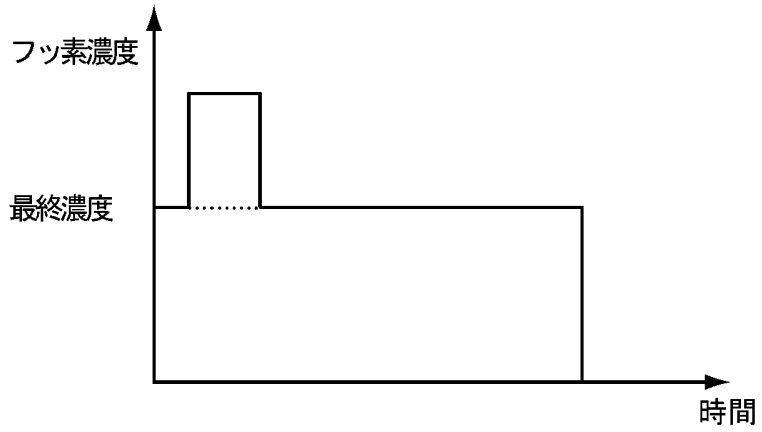
[図5]


フッ素濃度
最終濃度
時間

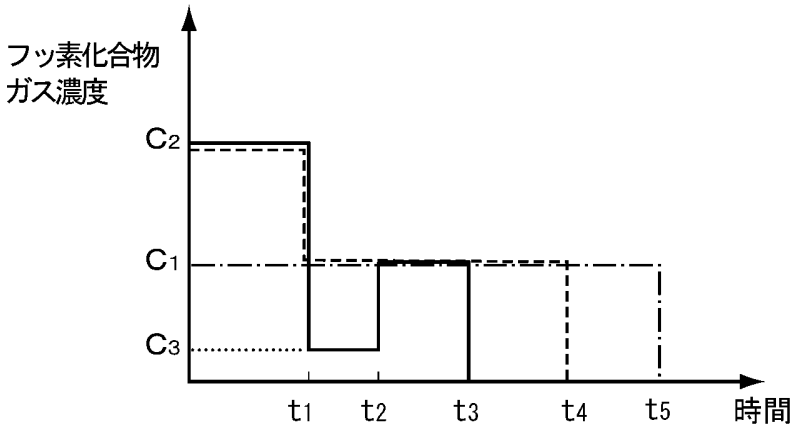
[図6]


フッ素濃度
最終濃度
時間

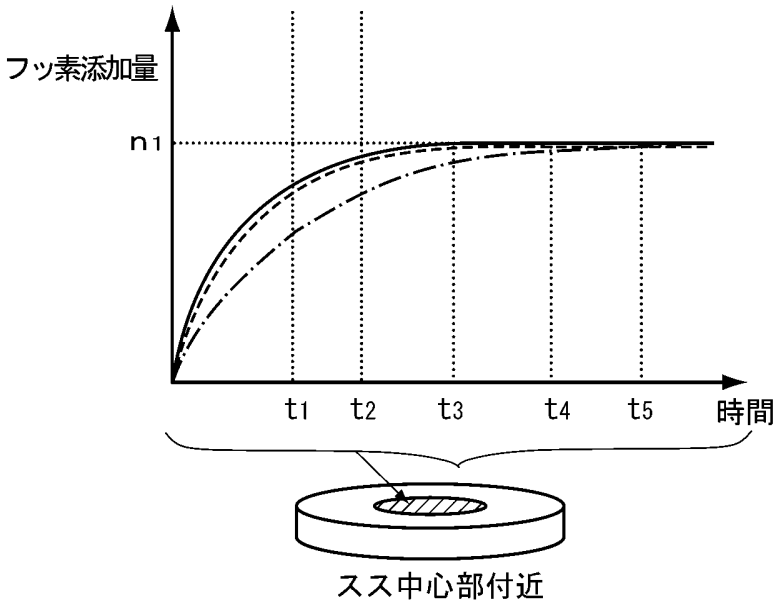
[図7]


フッ素濃度
最終濃度
時間

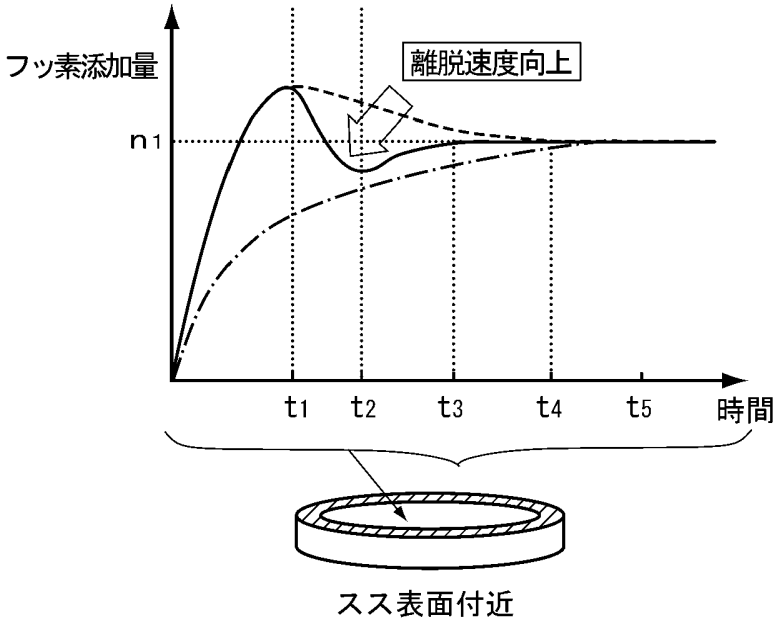
[図8]


フッ素化合物
ガス濃度
C2
C1
C3
t1
t2
t3
t4
t5
時間

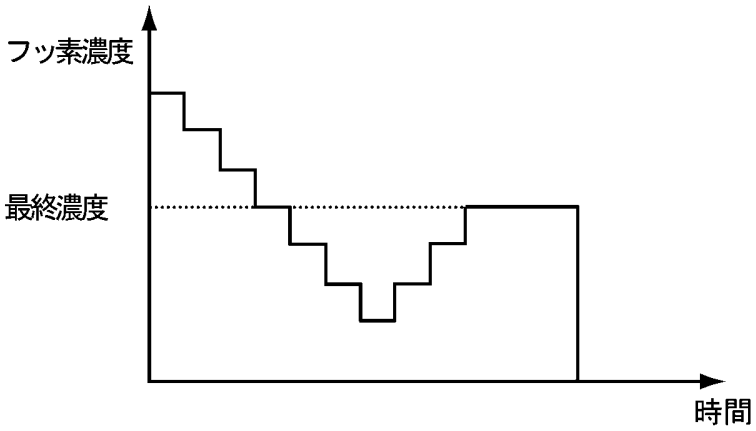
[図9]


フッ素添加量
n1
t1
t2
t3
t4
t5
時間
スス中心部付近

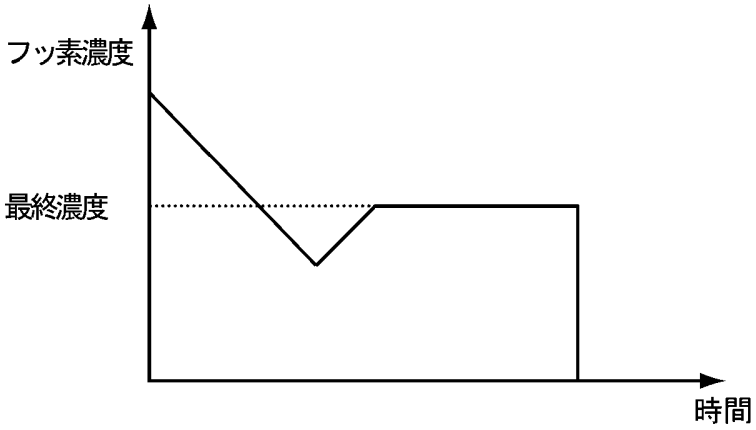
[図10]


フッ素添加量
離脱速度向上
n1
t1
t2
t3
t4
t5
時間
スス表面付近

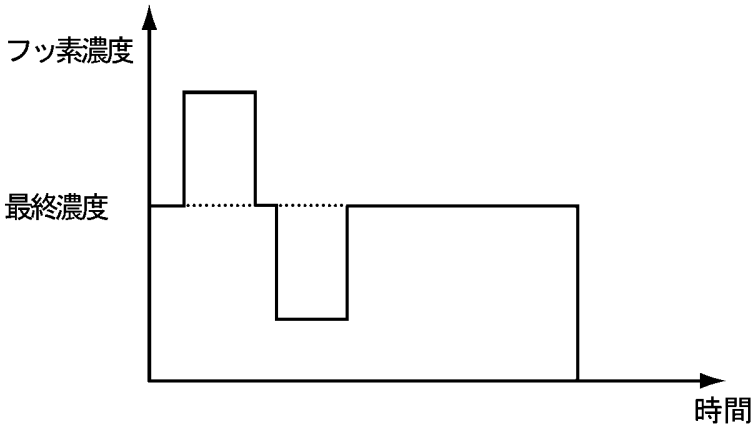
[図11]



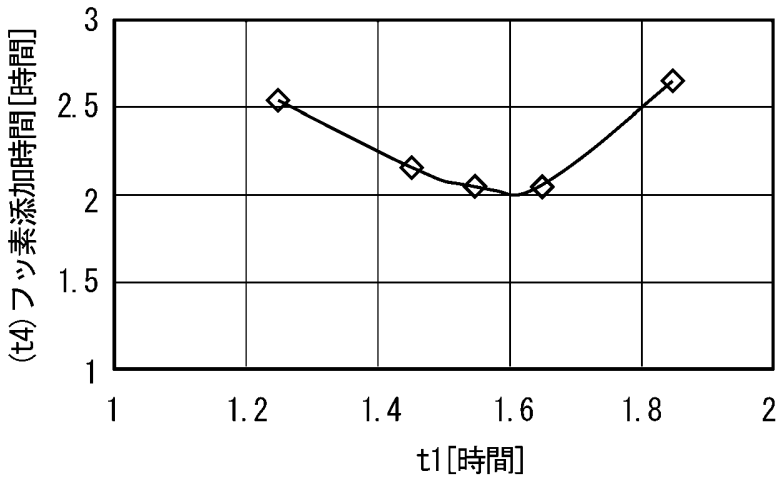
[図12]



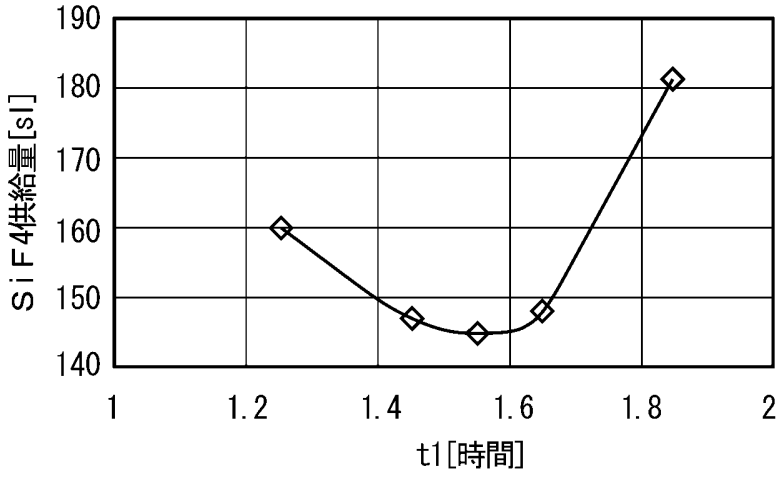
[図13]



[図14]


(t4)フッ素添加時間[時間]
3
2.5
2
1.5
1
1
1.2
1.4
1.6
1.8
2
t1[時間]

[図15]


SiF4供給量[sl]
190
180
170
160
150
140
1
1.2
1.4
1.6
1.8
2
t1[時間]

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2005/021220

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C03B8/04(2006.01), ***C03B37/014***(2006.01), ***C03B37/07***(2006.01)

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)
C03B8/00-8/04, 19/12-19/14, 20/00, 37/00-37/16(2006.01)

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	1996-2006
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2006	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2006

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 Y A	JP 2003-002680 A (Lucent Technologies Inc.), 08 January, 2003 (08.01.03), Par. Nos. [0019] to [0027]; Figs. 5 to 9 & EP 1251107 A1	1,2 2 3
X Y A	JP 62-230638 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 09 October, 1987 (09.10.87), Example 4 & US 5022904 A & US 5217516 A & EP 0228082 A1	1 2 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	Date of mailing of the international search report
20 January, 2006 (20.01.06)	31 January, 2006 (31.01.06)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2005/021220

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 10-206654 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 07 August, 1998 (07.08.98), Claims; Par. Nos. [0015] to [0017]; Fig. 8 & US 2001/0043782 A1 & EP 0851247 A2	1 2 3
X Y	JP 01-286932 A (Fujikura Densen Kabushiki Kaisha), 17 November, 1989 (17.11.89), Examples; Figs. 4 to 6 (Family: none)	1,3 2

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００５／０２１２２０

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　*C03B8/04(2006.01), C03B37/014(2006.01), C03B37/07(2006.01)*

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.　*C03B8/00-8/04, 19/12-19/14, 20/00, 37/00-37/16(2006.01)*

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	１９７１－２００６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２００６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２００６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	関連する請求の範囲の番号
X	JP 2003-002680 A (ルーセント テクノロジーズ インコーポレイテッド)	1,2
Y	2003.01.08, 【0019】-【0027】, 図 5-9 & EP 1251107 A1	2
A		3
X	JP 62-230638 A (住友電気工業株式会社) 1987.10.09, 実施例４	1
Y	& US 5022904 A & US 5217516 A & EP 0228082 A1	2
A		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	国際調査報告の発送日
２０．０１．２００６	３１．０１．２００６

国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官（権限のある職員）	４Ｔ	３３４２
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	永田　史泰 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６５		

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	関連する請求の範囲の番号
X	JP 10-206654 A (住友電気工業株式会社) 1998.08.07, 特許請求の範囲, 【0015】	1
Y	-【0017】, 図8 & US 2001/0043782 A1 & EP 0851247 A2	2
A		3
X	JP 01-286932 A (藤倉電線株式会社) 1989.11.17, 実施例, 図4-6	1,3
Y	(ファミリーなし)	2