(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2011-230987
(P2011-230987A)
(43)公開日　平成23年11月17日(2011.11.17)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C03B 37/018	(2006.01)	C03B	37/018	C	4G014
C03B 8/04	(2006.01)	C03B	8/04	C	4G021

審査請求 未請求　請求項の数 3　ＯＬ　（全 10 頁）

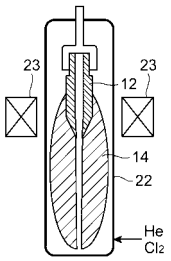
(21)出願番号　特願2010-105546 (P2010-105546)
(22)出願日　平成22年4月30日 (2010.4.30)

(71)出願人　000002130
住友電気工業株式会社
大阪府大阪市中央区北浜四丁目５番３３号
(74)代理人　100088155
弁理士　長谷川　芳樹
(74)代理人　100092657
弁理士　寺崎　史朗
(74)代理人　100113435
弁理士　黒木　義樹
(74)代理人　100108257
弁理士　近藤　伊知良
(74)代理人　100110582
弁理士　柴田　昌聰

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ガラス母材製造方法

(57)【要約】
【課題】波長１．３８μm帯の伝送損失が低減された光ファイバを製造するのに好適なガラス母材を製造することができる方法を提供する。
【解決手段】本発明に係るガラス母材製造方法は、固定工程，堆積工程，引抜工程，透明化工程および中実化工程を順に経て、ガラス母材を製造する。透明化工程では、ガラス微粒子堆積体１３は、一体となっている種棒パイプ１２とともに、ＨｅガスやＣｌ$_2$ガスが導入された加熱炉２２の内部に入れられ、ヒータ２３により加熱される。これにより、透明ガラス管材１４が作製される。透明ガラス管材１４が作製された直後に加熱炉２２内に乾燥ガスが導入されて、透明ガラス管材１４の外周雰囲気の湿度が０．１％以下に管理された状態で透明ガラス管材１４が冷却される。
【選択図】図５



【特許請求の範囲】
【請求項１】
出発棒の先端部が種棒パイプの一端から突出するように前記出発棒を前記種棒パイプに挿入し固定して出発ロッドを作製する固定工程と、
前記固定工程の後に、前記出発棒の軸方向に沿って前記出発ロッドとガラス微粒子合成用バーナとを相対的に往復運動させ、前記出発棒の先端部から前記種棒パイプの一部に亘って前記出発ロッドの外周にガラス微粒子を堆積させてガラス微粒子堆積体を作製する堆積工程と、
前記堆積工程の後に前記出発棒を前記種棒パイプおよび前記ガラス微粒子堆積体から引き抜く引抜工程と、
前記引抜工程の後に、前記ガラス微粒子堆積体を加熱炉内で加熱して透明ガラス管材を作製し、その後に前記加熱炉内に乾燥ガスを導入して前記透明ガラス管材の外周雰囲気の湿度を０．１％以下に管理した状態で前記透明ガラス管材を冷却する透明化工程と、
前記透明化工程の後に前記透明ガラス管材の内部を減圧するとともに前記透明ガラス管材を加熱して中実のガラス母材を作製する中実化工程と、
を備えることを特徴とするガラス母材製造方法。
【請求項２】
前記中実化工程において、前記透明ガラス管材の内部を減圧する際に前記透明ガラス管材の内部に塩素ガスを導入する、ことを特徴とする請求項１に記載のガラス母材製造方法。
【請求項３】
前記中実化工程において、前記透明ガラス管材の内部に塩素ガスを導入する際の毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）を前記透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１以上とする、ことを特徴とする請求項２に記載のガラス母材製造方法。

【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、光ファイバ用のガラス母材を製造する方法に関するものである。
【背景技術】
【０００２】
光ファイバは、略円柱形状であるガラス母材の一端を加熱し軟化させて線引することで製造される。また、光ファイバ用のガラス母材は、ＯＶＤ法やＭＣＶＤ法等の製造方法により製造される。特許文献１には、ＯＶＤ法によるガラス母材製造方法が開示されている。
【０００３】
特許文献１に開示されたガラス母材製造方法は、水分含有量が低い光ファイバ用のガラス母材を製造することを意図するものであって、出発棒が種棒パイプに挿入されてなる出発ロッドの外周にガラス微粒子を堆積させてガラス微粒子堆積体を作製し、このガラス微粒子堆積体から出発棒を引き抜いて、軸方向に延在し貫通する中心孔を有するガラス微粒子堆積体とする。そして、このガラス微粒子堆積体を加熱して乾燥・固結させ、中心孔を閉塞して透明なガラス母材を製造する。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００４】
【特許文献１】特表２００２－５４３０２６号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
特許文献１に開示されたガラス母材製造方法では、これにより製造されるガラス母材を

線引して得られる光ファイバは、波長１．３８μｍ帯の伝送損失が大きい場合がある。
【０００６】
本発明は、上記問題点を解消する為になされたものであり、伝送損失の低減、特に波長１．３８μｍ帯の伝送損失が低減された光ファイバを製造するのに好適なガラス母材を製造することができる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】
【０００７】
本発明に係るガラス母材製造方法は、(1) 出発棒の先端部が種棒パイプの一端から突出するように出発棒を種棒パイプに挿入し固定して出発ロッドを作製する固定工程と、(2) 固定工程の後に、出発棒の軸方向に沿って出発ロッドとガラス微粒子合成用バーナとを相対的に往復運動させ、出発棒の先端部から種棒パイプの一部に亘って出発ロッドの外周にガラス微粒子を堆積させてガラス微粒子堆積体を作製する堆積工程と、(3) 堆積工程の後に出発棒を種棒パイプおよびガラス微粒子堆積体から引き抜く引抜工程と、(4)引抜工程の後に、ガラス微粒子堆積体を加熱炉内で加熱して透明ガラス管材を作製し、その後に加熱炉内に乾燥ガスを導入して透明ガラス管材の外周雰囲気の湿度を０．１％以下に管理した状態で透明ガラス管材を冷却する透明化工程と、(5) 透明化工程の後に透明ガラス管材の内部を減圧するとともに透明ガラス管材を加熱して中実のガラス母材を作製する中実化工程と、を備えることを特徴とする。
【０００８】
本発明に係るガラス母材製造方法では、中実化工程において、透明ガラス管材の内部を減圧する際に透明ガラス管材の内部に塩素ガスを導入するのが好適であり、また、透明ガラス管材の内部に塩素ガスを導入する際の毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）を透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１以上とするのが好適である。
【発明の効果】
【０００９】
本発明に係るガラス母材製造方法は、波長１．３８μｍ帯の伝送損失が低減された光ファイバを製造するのに好適なガラス母材を製造することができる。
【図面の簡単な説明】
【００１０】
【図１】本実施形態に係るガラス母材製造方法のフローチャートである。
【図２】本実施形態に係るガラス母材製造方法の固定工程Ｓ１を説明する図である。
【図３】本実施形態に係るガラス母材製造方法の堆積工程Ｓ２を説明する図である。
【図４】本実施形態に係るガラス母材製造方法の引抜工程Ｓ３を説明する図である。
【図５】本実施形態に係るガラス母材製造方法の透明化工程Ｓ４を説明する図である。
【図６】本実施形態に係るガラス母材製造方法の中実化工程Ｓ５を説明する図である。
【図７】実施例および比較例それぞれでの透明ガラス管材作製直後の管材周辺の湿度、中実化工程の際の透明ガラス管材の孔内への塩素ガス導入量、および、光ファイバの波長１．３８μｍにおけるＯＨ吸収損失を纏めた図表である。
【発明を実施するための形態】
【００１１】
以下、添付図面を参照して、本発明を実施するための形態を詳細に説明する。なお、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。
【００１２】
図１は、本実施形態に係るガラス母材製造方法のフローチャートである。この図に示されるように、本実施形態に係るガラス母材製造方法は、固定工程Ｓ１，堆積工程Ｓ２，引抜工程Ｓ３，透明化工程Ｓ４および中実化工程Ｓ５を順に経て、ガラス母材を製造する。なお、このガラス母材製造方法により製造されるガラス母材は、例えば、線引により光ファイバを製造するための光ファイバ母材であり、或いは、その光ファイバ母材のうちでもコア部となるべきコア母材である。
【００１３】

図２は、本実施形態に係るガラス母材製造方法の固定工程Ｓ１を説明する図である。図３は、本実施形態に係るガラス母材製造方法の堆積工程Ｓ２を説明する図である。図４は、本実施形態に係るガラス母材製造方法の引抜工程Ｓ３を説明する図である。図５は、本実施形態に係るガラス母材製造方法の透明化工程Ｓ４を説明する図である。また、図６は、本実施形態に係るガラス母材製造方法の中実化工程Ｓ５を説明する図である。

【００１４】

固定工程Ｓ１（図２）では、出発棒１１の先端部１１ａが種棒パイプ１２の一端１２ａから突出するように、出発棒１１が種棒パイプ１２に挿入され固定されて、これにより出発ロッド１０が作製される（同図（ａ），（ｂ）参照）。出発棒１１は、例えば、アルミナ、ガラス、耐火性セラミクス、カーボンなどの材料からなる。種棒パイプ１２は石英ガラスからなる。

【００１５】

この出発ロッド１０において種棒パイプ１２の一端１２ａから突出している出発棒１１の部分の外周は、都市ガスバーナやアセチレンバーナなどを用いたバーナ２０からの火炎によりカーボン皮膜１１ｂが形成されるのが好適である（同図（ｃ））。カーボン皮膜形成中も、出発ロッド１０は出発棒１１の中心軸を中心として回転し、バーナ２０は、出発棒１１の軸方向に沿って出発ロッド１０に対して相対的に往復運動を繰り返す。

【００１６】

固定工程Ｓ１の後の堆積工程Ｓ２（図３）では、出発棒１１が種棒パイプ１２に挿入され固定されてなる出発ロッド１０は、出発棒１１の中心軸を中心として回転される。また、出発ロッド１０の側方に配置されて酸水素火炎を形成するガラス微粒子合成用バーナ２１は、出発棒１１の軸方向に沿って出発ロッド１０に対して相対的に往復運動を繰り返す。そして、ＯＶＤ法により、出発棒１１の先端部１１ａから種棒パイプ１２の一部に亘って出発ロッド１０の外周にガラス微粒子が堆積されて、これによりガラス微粒子堆積体１３が作製される。

【００１７】

堆積工程Ｓ２では、ガラス微粒子合成用バーナ２１における供給原料流量をトラバース毎に調整する。これにより、出発棒１１の外周に堆積されるガラス微粒子は、径方向に所定の組成分布（すなわち、後のガラス母材または光ファイバにおける径方向の屈折率分布）を有することになる。

【００１８】

堆積工程Ｓ２の後の引抜工程Ｓ３（図４）では、種棒パイプ１２およびガラス微粒子堆積体１３から出発棒１１が引き抜かれる。このとき、種棒パイプ１２とガラス微粒子堆積体１３とは互いに固定されたままである。なお、固定工程Ｓ１後において種棒パイプ１２の一端１２ａから突出している出発棒１１の部分の外周にカーボン皮膜を形成するため、この引抜工程Ｓ３で出発棒１１が引き抜かれる際にガラス微粒子堆積体１３の中心孔の内壁面にキズが付くことが防止される。

【００１９】

引抜工程Ｓ３の後の透明化工程Ｓ４（図５）では、ガラス微粒子堆積体１３は、一体となっている種棒パイプ１２とともに、ＨｅガスやＣｌ$_2$ガスが導入された加熱炉２２の内部に入れられ、ヒータ２３により加熱される。これにより、透明ガラス管材１４が作製される。

【００２０】

また、透明化工程Ｓ４において、ガラス管材１４が透明化された直後から加熱炉の温度を降温している間に加熱炉２２内に乾燥ガスが導入され、透明ガラス管材１４の外周雰囲気の湿度が０．１％以下に管理された状態で透明ガラス管材１４が冷却される。なお、湿度は「湿度（％）＝１００×容積内の水分重量／容積内の乾燥ガス重量」なる式で定義する。透明ガラス管材１４が温度１００～６００℃まで冷却されたら、その透明ガラス管材１４が加熱炉２２から取り出される。透明ガラス管材１４の外周雰囲気の湿度は、加熱炉内へ供給する乾燥ガス若しくは加熱炉内から排気されるガスの湿度を測定する事で管理す

る。なお、乾燥ガスのガス種としては窒素やアルゴンが安価で好適である。

【００２１】

透明化工程Ｓ４の後の中実化工程Ｓ５（図６）では、透明ガラス管材１４は、加熱炉に設置されて回転され、中心孔にSF_6が導入されるとともにヒータ２４により加熱されて、中心孔の内壁面が気相エッチングされる（同図（ａ））。次いで、透明ガラス管材１４は、内部が減圧されるとともにヒータ２４により加熱されて中実化され（同図（ｂ））、これにより中実のガラス母材が作製される。

【００２２】

また、中実化工程Ｓ５において、透明ガラス管材１４の内部を減圧する際に、透明ガラス管材１４の内部に塩素ガスが導入されるのが好適である。また、透明ガラス管材１４の内部に塩素ガスが導入される際に、毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）が透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１以上とされるのが好適である。

【００２３】

このようにして製造された透明なガラス母材は、さらにその外側にクラッド層形成・透明化処理などされてプリフォーム化された後、先端を加熱・軟化されて線引きされることで、光ファイバが製造される。

【００２４】

本実施形態では、透明化工程Ｓ４において、ガラス管材１４が透明化された直後から加熱炉の温度を降温している間に加熱炉２２内に乾燥ガスが導入され、透明ガラス管材１４の外周雰囲気の湿度が０.１％以下に管理された状態で透明ガラス管材１４が冷却される。透明ガラス管材１４の外周雰囲気の湿度を０.１％以下に管理することで、ガラス母材に含まれるＯＨ基が低減されて、このガラス母材を線引して得られる光ファイバは波長１.３８μｍ帯の伝送損失が低減されたものとなる。また、透明化工程Ｓ４において用いられている高価なＨｅガスをそのまま冷却時に用いず、安価な窒素ガスやアルゴンガスを使用することにより、ガラス母材の製造コストも安価となる。

【００２５】

また、本実施形態では、好適には、中実化工程Ｓ５において、透明ガラス管材１４の内部を減圧する際に透明ガラス管材１４の内部に塩素ガスが導入される。一般に、中実化工程では、透明ガラス管材の中心孔を潰す際に孔内を減圧することから、大気が孔内に混入され易い。この大気には水分（ＯＨラジカル）が含まれるので、高温となっている透明ガラス管材の孔の内壁面からガラス中にＯＨが拡散する。このようなメカニズムで、光ファイバの伝送損失（特に１３８０ｎｍ帯の伝送損失）が増加する。そこで、本実施形態では、透明ガラス管材１４の孔内を減圧する間において孔内に塩素ガスを導入することで、孔内に混入した水分を無害化することができる。

【００２６】

さらに、本実施形態では、好適には、中実化工程Ｓ５において、透明ガラス管材１４の内部に塩素ガスが導入される際の毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）が透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１以上とされる。このようにすることで、２分以内に孔内を塩素で置換できるため、透明ガラス管材１４の孔内の水分がガラス管材１４内に拡散する前に、水分を除去することができる。なお、毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）が透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１未満であると、透明ガラス管材の孔内の水分を除去するまでに時間がかかるので、孔の内壁面からガラス中にＯＨが拡散する場合がある。

【００２７】

次に、本実施形態に係るガラス母材製造方法の実施例について説明する。本実施例では、シングルモード光ファイバを線引により製造するためのガラス母材が製造される。

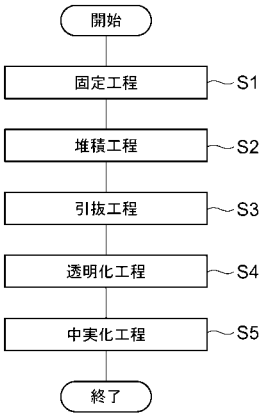
【００２８】

堆積工程Ｓ２においてＯＶＤ装置が用いられてガラス微粒子の堆積が行われる。出発棒１１として、外径９～１０ｍｍで長さ１２００ｍｍのアルミナ製のものが使用される。種棒パイプ１２として、長さ６００ｍｍ、外径２０～４０ｍｍ、内径９.８～２１ｍｍの石英ガラス製のものが使用される。

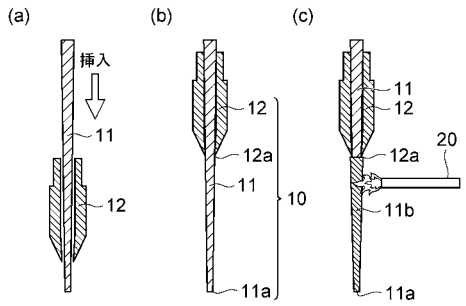
【００２９】
堆積工程Ｓ２において酸水素火炎を形成するガラス微粒子合成用バーナ２１に投入されるガラス原料ガスは、$SiCl_4$（投入量１～３ＳＬＭ／本）および$GeCl_4$（投入量０．０～０．１ＳＬＭ）である。ガラス微粒子合成用バーナ２１に対する出発ロッド１０の相対移動速度は３～１５００ｍｍ／分とされ、出発ロッド１０の回転速度は６０ｒｐｍとされる。
【００３０】
このような堆積工程Ｓ２の後、引抜工程Ｓ３を経て透明化工程Ｓ４が行われる。透明化工程Ｓ４では、中心孔を有するガラス微粒子堆積体１３が加熱炉内の上方で把持され、加熱炉が温度１０００～１３５０℃の範囲の所望値まで昇温されると同時に、加熱炉内にヘリウムガス（１５ＳＬＭ）および塩素（１ＳＬＭ）が導入される。
【００３１】
加熱炉内が所望の温度まで達したら、ガラス微粒子堆積体１３は上から下へ速度２～１０ｍｍ／分の範囲の所望値で移動されて脱水される。ガラス微粒子堆積体１３が最下端まで降りたら、ガラス微粒子堆積体１３は速度１０００ｍｍ／分で上に引き上げられると同時に、加熱炉が昇温され、加熱炉内にヘリウムガス（２０ＳＬＭ）が導入される。加熱炉が温度１４５０～１６００℃の範囲の所望値に達したら、ガラス微粒子堆積体１３は上から下へ速度２～６ｍｍ／分の範囲の所望値で移動されて透明化されて透明ガラス管材１４となる。
【００３２】
透明ガラス管材１４が最下端に到達すると、透明ガラス管材１４は上方へ引き上げられて、加熱炉内は温度８００℃まで降温される。また、透明ガラス管材１４が最下端に到達すると同時に、加熱炉内には窒素ガスが１５ＳＬＭ導入され、透明ガラス管材１４の周辺雰囲気の湿度が０．１％以下に管理された状態で透明ガラス管材１４の温度が下げられていく。透明ガラス管材１４の温度が３００℃になったら透明ガラス管材１４は加熱炉から取り出される。
【００３３】
このような透明化工程Ｓ４の後に中実化工程Ｓ５が行われる。中実化工程Ｓ５では、透明ガラス管材１４は、加熱炉に設置されて３０ｒｐｍで回転され、速度５～２０ｍｍ／分で透明ガラス管材１４の長手方向に移動する加熱炉により温度１９００～２２００℃に加熱される。なお、中実化工程Ｓ５における加熱手段は、加熱炉の替わりに酸水素バーナを用いてもよく、加熱炉としては、カーボンヒータや電磁誘導コイル式発熱体などを用いれば良い。このとき、透明ガラス管材１４の中心孔の内部に５０～１００sccmのSF_6ガスが流されて、透明ガラス管材１４の中心孔の内壁面から径方向に１．５～２．５ｍｍの領域が気相エッチングされる。次いで、透明ガラス管材１４は、中心孔の内部が０．１～１０ｋＰａに減圧され、エッチング時と同じ温度にて中実化されて、ガラス母材が製造される。このとき、中実化前の透明ガラス管材１４の容積は０．０３Ｌであり、中実化の際の塩素ガス導入量は０．０１５～０．２ＳＬＭとする。
【００３４】
このようにして製造されるガラス母材は、所望の径に延伸されて、その外周にＯＶＤ法でジャケットガラスが合成されて、光ファイバ用ガラス母材が製造される。この光ファイバ用ガラス母材が線引きされて、シングルモード光ファイバが製造される。
【００３５】
図７は、実施例および比較例それぞれでの透明ガラス管材作製直後の管材周辺の湿度、中実化工程の際の透明ガラス管材の孔内への塩素ガス導入量、および、光ファイバの波長１．３８μｍにおけるＯＨ吸収損失を纏めた図表である。ここでは、透明ガラス管材作製直後の管材周辺の湿度Ａ（％）、および、中実化工程の際の透明ガラス管材の孔内への塩素ガス導入量Ｂ（ＳＬＭ）それぞれが各値とされて、製造されたガラス母材を線引して得られる光ファイバの波長１．３８μｍにおけるＯＨ吸収損失Ｚ（ｄＢ／ｋｍ）が比較評価される。

【００３６】
この図表に示されるとおり、透明化工程において透明ガラス管材作製直後の管材周辺の湿度Ａが０．１％以下であれば、光ファイバの波長１．３８μｍにおけるＯＨ吸収損失Ｚは低減される。また、中実化工程において毎分当りの塩素ガス導入量（ＳＬＭ）が透明ガラス管材の内部の内容積の２分の１以上であれば、光ファイバの波長１．３８μｍにおけるＯＨ吸収損失Ｚは更に低減される。
【符号の説明】
【００３７】
１０…出発ロッド、１１…出発棒、１２…種棒パイプ、１３…ガラス微粒子堆積体、１４…透明ガラス管材、２０…バーナ、２１…ガラス微粒子合成用バーナ、２２…加熱炉、２３，２４…ヒータ。

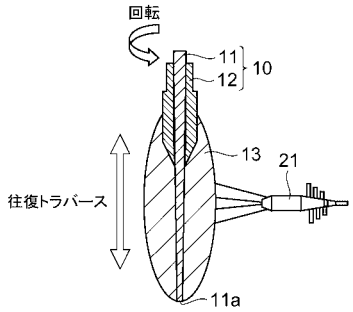
【図１】



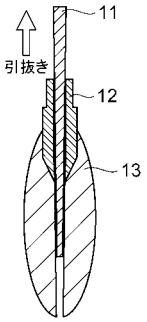
【図２】



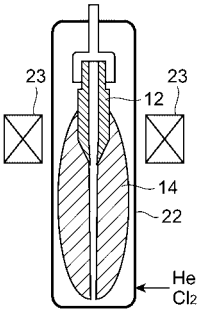
【図３】


回転
11
12
10
13
21
往復トラバース
11a

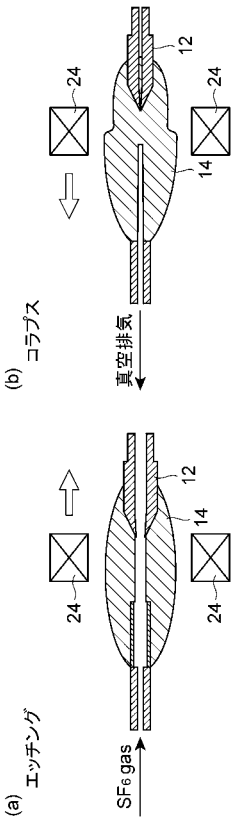
【図４】


11
引抜き
12
13

【図５】


23
23
12
14
22
He
Cl2

【図６】


12
24
24
14
(b) コラプス
真空排気
12
14
24
24
(a) エッチング
SF6 gas

【図７】

	湿度A（%）	塩素ガス導入量B（SLM）	Z（dB/km）
実施例1	0.01	0.015	0.49
実施例2	0.1	0.015	0.52
比較例1	0.12	0.015	1.1
比較例2	0.3	0.015	4
比較例3	2	0.015	11
実施例3	0.1	0.2	0.38
実施例4	0.1	0.15	0.4
実施例5	0.1	0.011	0.65
実施例6	0.1	0	0.9

フロントページの続き

(72)発明者　石原　朋浩
神奈川県横浜市栄区田谷町１番地　住友電気工業株式会社横浜製作所内

Ｆターム(参考) 4G014 AH11 AH21
4G021 EA03 EB13 EB24