

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5249954号
(P5249954)

(45) 発行日 平成25年7月31日(2013.7.31)

(24) 登録日 平成25年4月19日(2013.4.19)

(51) Int. Cl. F I
CO3B 37/014 (2006.01) CO3B 37/014 Z
CO3B 37/018 (2006.01) CO3B 37/018 C
CO3C 3/06 (2006.01) CO3C 3/06

請求項の数 9 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2009-551683 (P2009-551683)	(73) 特許権者	397068274 コーニング インコーポレイテッド アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148 31 コーニング リヴァーフロント プ ラザ 1
(86) (22) 出願日	平成20年2月21日 (2008.2.21)	(74) 代理人	100073184 弁理士 柳田 征史
(65) 公表番号	特表2010-520140 (P2010-520140A)	(74) 代理人	100090468 弁理士 佐久間 剛
(43) 公表日	平成22年6月10日 (2010.6.10)	(72) 発明者	バラクリシュナン, ジテンドラ アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148 50 イサカ メイプル アヴェニュー 301 エイチ2
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/002306		
(87) 国際公開番号	W02008/106046		
(87) 国際公開日	平成20年9月4日 (2008.9.4)		
審査請求日	平成23年2月18日 (2011.2.18)		
(31) 優先権主張番号	60/903, 995		
(32) 優先日	平成19年2月28日 (2007.2.28)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 圧密中の光ファイバケーン／プレフォーム変形の削減

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(i) 軟化点 T_{s1} が $10^7 \cdot 6$ ポイズで 1470 以下であり、少なくとも 0.5 モル%のアルカリドーパントを含む比較的低粘度のガラス製のコアロッドを提供する工程と

(ii) SiO_2 系のスートを前記コアロッド周囲に堆積させて、スートプレフォームを形成する工程であって、前記スートが、軟化点 T_{s2} が $10^7 \cdot 6$ ポイズで 1600 以上の比較的高粘度の材料でできており、低粘度ガラスの軟化点が、高粘度の外側コア領域の軟化点より少なくとも 200 低い、工程と、

(iii) 前記スートプレフォームの前記スートを、 $1000 \sim 1600$ の温度で高温区域に露出することにより圧密する工程であって、それは、(a) 前記スートプレフォームの外側部分を、前記コアロッドが十分に軟化して、パドリングが始まる前に、前記スートを高密度化するのに十分な、少なくとも 6 / 分の加熱速度で加熱すること、および/または (b) 前記スートプレフォームを、前記高温区域に対して、前記スートを高密度化するのに十分な、少なくとも 2.5 mm / 分の速度で動かすことにより、高密度化された材料に十分な剛性を与えて、パドリングを防ぐために、加熱コアロッドを閉じ込めることによる、工程と

を含むことを特徴とする光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項2】

内側コア対外側コアクラッド直径の変化の比率が 5% 以内であることを特徴とする請求

項 1 に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項 3】

前記コアロッドが、ナトリウムまたはカリウムドープドシリカを含むことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項 4】

前記コアロッドが、0.5%～5重量%のカリウムを含むことを特徴とする請求項 3 に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項 5】

前記スートプレフォームを、前記高温区域に対して、少なくとも 35 mm / 分の速度で動かすことを特徴とする請求項 1 から 4 いずれか 1 項に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

10

【請求項 6】

前記スートプレフォームを、前記高温区域に対して、少なくとも 50 mm / 分の速度で動かすことを特徴とする請求項 1 から 4 いずれか 1 項に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項 7】

前記加熱速度が少なくとも 25 / 分であることを特徴とする請求項 1 から 4 いずれか 1 項に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

【請求項 8】

前記加熱速度が少なくとも 50 / 分であることを特徴とする請求項 1 から 4 いずれか 1 項に記載の光ファイバケーンを製造する方法。

20

【請求項 9】

(i) 少なくとも 0.5 モル%のアルカリドープドガラスを含む比較的 low 粘度の材料製のコアロッドを提供する工程と、

(ii) Si 系のスートを前記コアロッド周囲に堆積して、スートプレフォームを形成する工程であって、前記スートが比較的高粘度の材料でできており、低粘度の内側コア領域の軟化点が、高粘度の外側コア領域の軟化点より少なくとも 200 低い、工程と、

(iii) 前記スートを、1200～1600 の温度で高温区域に露出することにより圧密して、光ファイバケーンを形成する工程であって、それは、前記スートプレフォームを、前記高温区域に対して、前記スートを高密度化するのに少なくとも 6 / 分の加熱速度で動かすことにより、ガラス外側コアクラッドを形成し、内側コア対外側コアクラッド直径の変化の比率を 10% 以内に維持することによる、工程とを含むことを特徴とする光ファイバケーンを製造する方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、概して、低粘度コアの光ファイバケー (optical fiber cable) の形成、特に、アルカリドープド内側コアを備えた光ファイバコアケーの形成に関する。

【背景技術】

40

【0002】

光ファイバコアケーは、ガラススートを、内側コアアルカリドープドガラスロッドに堆積して多孔性スートプレフォームを形成し、次いで、スートを圧密するのに十分な速度で、プレフォームを加熱区域に通して動かすことにより、スートを圧密 (consolidate) して外側コアを形成することによって製造される。

【0003】

外側コア圧密中、プレフォームは放射状および軸方向に収縮する。外側コア領域に対して、内側コアロッドの下部が隆起または変形するのが観察された。この現象は、他のタイプのコアケー (例えば、標準の単一モードの光ファイバプレフォームを作製するのに用いるゲルマニアドープドシリカケー) に堆積したスートを圧密するとき以前から観察

50

されている。「パドリング (puddling)」とも呼ばれるこの変形は、周囲オーバークラッド (外側コア) 領域に比べて、比較的 low 粘度 (アルカリドープドコアケーンの場合のように) の内側コアケーン領域の結果であり、これは、圧密プロセス中の、光プレフォームの下部領域への、低粘度の内側コアガラスの移動に起因すると推論した。このパドリングによりまた、プレフォームの上部領域を犠牲にして、下部領域のアルカリ濃度が濃縮された。濃縮のために、下部領域アルカリ濃度は、低損失ファイバにとって必要な最適範囲より高く、上部領域は、最適範囲より低い濃度を有していた。従って、「パドリング」現象は、低損失ファイバを製造する後の処理のための圧密後、使用できるコアケーン (内側コア領域と外側コア領域で構成される) の量を大幅に減じた。より具体的には、圧密中、プレフォームに、スートを粘性焼結するのに十分な高温が加わる。焼結が生じると、スート密度は、レイダウン条件に応じて、 $0.2 \sim 0.7 \text{ g/cc}$ の範囲 ~ 約 2.2 g/cc の固体ガラス密度まで増大する。このプロセスには、密度が増大しても質量を一定のままとするために、ブランクの放射状および軸方向収縮が伴う。外側コア領域の圧密中、ガラス収縮プロセスによって、固体ガラスの内側コアケーンに放射状および軸方向応力が形成される。

10

【0004】

推論に基づくと、大抵の光ファイバ組成物について、内側コア粘度は、圧密プロセス中、コアが剛性を保持するのに十分に高く、変形が少なくなる。アルカリドープド内側コアケーンの場合には、内側領域ガラスの軟化点は、外側コア領域の対応の軟化点より 200 超低い。内側コア領域の粘度が、外側コア領域を圧密するのに必要な温度で低いため、焼結中に生成される応力およびフローは、外側コア部分に対して内側コアケーンを変形させ、パドリングするのに十分である。焼結中の低いスート密度で、スートは容易に変形して、内側コアは、プレフォームの下部の外側コアに対して、膨張する内側コア隆起に対応し、プレフォームの上部の外側コアに対して、内側コアがこれに対応して狭くなる。

20

【0005】

コアケーンは、パドリングが観察される場所では、全体のブランク長さより使用できる長さが短い。さらに、上述したとおり、パドリング現象によってまた、コア領域のドーパントの分布が変わり、製造プロセスに誤差および不確実性が生じる。例えば、図 1 に、アルカリドープド内側コア 10 とシリカ外側コア 12 とを含むシリカでオーバークラッドされた圧密内側ケーン (コアブランク) を示す。この図には、圧密中の内側コア 10 のパドリングが示されている。より具体的には、内側コア 10 が変形して、隆起 (領域 A) が示されている。形状の変形に加えて、コアケーンの領域 A には、アルカリドーパントが多すぎ、領域 C (外側コア領域に対して、内側コア領域の狭い部分) には、アルカリドーパントの要件からは少なくとも十分でなく、ケーンの B 領域のみが使用できる。図 2 は、圧密後の、変形した内側コアブランク直径 (直径対軸方向距離) の変化を測定したグラフである。この図には、内側コア直径が、約 48.75 mm から約 49.75 mm に増大し、直径の増大の大半が、内側コア 10 の比較的小さな領域 A で生じた (49.25 mm から 49.75 mm) ことが示されている。

30

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

40

【0006】

本発明の実施形態によれば、光ファイバケーンを製造する方法は、(i) 比較的 low 粘度のガラス製の内側コアロッドを提供する工程と、(ii) SiO_2 系のスートを内側コアロッド周囲に堆積して、スートプレフォームを形成する工程であって、スートが、比較的高粘度の材料でできており、低粘度ガラスの軟化点が、高粘度の外側コア領域の軟化点より少なくとも 200 低い、工程と、(iii) スートプレフォームのスートを、 $1000 \sim 1600$ の温度で高温区域に露出することにより圧密する工程とを含む。スートプレフォームの外側部分を比較的早い加熱速度で加熱することにより、スートは圧密される。加熱速度は、スートを高密度化するのに十分なものであり、高密度化された材料に十分な剛性を与え、加熱されたコアロッドを閉じ込め、加熱したコアロッドのパドリングを

50

防ぐ。

【0007】

本発明の実施形態によれば、光ファイバケーンを製造する方法は、(i)軟化点 T_{s1} (粘度が $10^{7.6}$ ポイズの温度)が1470 以下の比較的low粘度のガラス製の内側コアロッドを提供する工程と、(ii)SiO₂系のスートを内側コアロッド周囲に堆積して、スートプレフォームを形成する工程であって、スートが、軟化点 T_{s2} (粘度が $10^{7.6}$ ポイズの温度)が1600 以上の比較的高粘度の材料でできており、低粘度ガラスの軟化点が、高粘度の外側コア領域の軟化点より少なくとも200 低い、工程と、(iii)スートプレフォームのスートを、1000 ~ 1600 の温度で高温区域に露出することにより圧密する工程であって、それは、スートプレフォームの外側部分を、内側コアロッドが十分に軟化して、パドリングが始まる前に、スートを高密度化するのに十分な比較的早い加熱速度で加熱することによる、工程と、を含む。好ましくは、比較的早い加熱速度は、少なくとも6 /分である。例えば、この加熱速度は、少なくとも7 /分、12 /分、25 /分、50 /分、60 /分、75 /分、100 /分またはこれらの間の値であってよい。これらの加熱速度は、例えば、非等温高温区域に比較的高速を通して、(i)加熱素子をスートプレフォームに対して、またはスートプレフォームを加熱素子に対して、プレフォームを動かすことによりなされる。この速度は、例えば、25 mm /分、30 mm /分、35 mm /分、40 mm /分、50 mm /分、100 mm /分、150 mm /分、200 mm /分またはこれらの間の値であってよく、または加熱素子温度を時間と共に増大することによってもよい。

10

20

【0008】

本発明のさらなる特徴および利点は、以下の詳細な説明に規定され、一部は、説明から当業者に明白であり、以下の詳細な説明、特許請求の範囲および添付の図面をはじめとして本明細書に記載された本発明を実施することにより認識されるであろう。

【0009】

本発明の1つの利点は、「パドリング」の削減または排除であり、圧密後に使用できるケーンの量が増大し、有利である。他の利点は、不均一なドーパント再分布の削減または排除、変形の減少およびブランクの使用可能な長さの増大であり、経費節約、プロセス制御の改善および良好なファイバ属性が得られる。

【0010】

前述の一般的な説明および以下の詳細な説明の両方が本発明の実施形態を表わし、請求された本発明の性質および特徴を理解するための概要または骨組みを与えるものと考えられる。添付の図面は、本発明をさらに理解するためのものであり、本明細書の一部として組み込まれ、かつこれを構成するものである。図面には、本発明の様々な実施形態が示されており、説明と共に、本発明の原理および作用を説明する役割を果たす。

30

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】変形したコアを備えたケーンの図である。

【図2】圧密後の変形内側コアの変化を測定したグラフである。

【図3】比較的low下方駆動(low down-drive)速度で圧密された3つの内側コアケーンと、比較的高下方駆動速度で本発明の実施形態により圧密された1つの内側コアケーンに対応する内側コア半径のプロットである。

40

【図4A】本発明の実施形態に従って作製された圧密ケーンの異なる部分から再延伸したガラスロッドの屈折率プロフィールを示す。

【図4B】軟化点(T_c)と T_s 対シリカガラス中のK₂O濃度のグラフである。

【図5】パドリングを受けたケーンの屈折率プロフィールにおける典型的な変化を示す。

【図6】内側ケーン領域(圧密後の2つの異なる焼結ケーンについての)内側コアロッド対軸位置におけるK濃度、の推定カリウムレベルを示す2組のデータをまとめたものである。

【図7】本発明の一実施形態によるアルカリ金属酸化物がドーパされた光ファイバの製造方法を示す。

50

【図 8】ガラスストを堆積する方法を示す。

【図 9】ガラス管にアルカリ金属酸化物をドーピングする方法を示す。

【図 10】本発明の一実施形態によりガラスロッドを延伸するプロセスを示す。

【図 11】圧密炉におけるストプレフォームの部分的な側面断面図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明の実施形態によれば、光ファイバケーンを製造する方法は、(i) 比較的低粘度のガラス(例えば、 $10^7 \cdot 6$ ポイズで温度が 1470 以下の軟化点 T_{s1} を有するガラス)製のコアロッド 144 を提供する工程と、(ii) SiO_2 系のスト 162 を内側コアロッド 144 周囲に堆積して、ストプレフォーム 160 を形成する工程であって、ストが、比較的高粘度の材料(例えば、 $10^7 \cdot 6$ ポイズで温度が 1600 以上の軟化点 T_{s2} の材料)でできている、工程と、(iii) ストを、 $1000 \sim 1600$ の温度で高温区域に露出することにより圧密することによりファイバケーンを形成する工程とを含み、低粘度ガラスの軟化点は、高粘度外側コア領域のガラスの軟化点より少なくとも 200 低い。ストは、ストプレフォームの外側部分を比較的早い加熱速度で、加熱することにより圧密される。加熱速度は、ストを高密度化するのに十分なものとして、高密度化された材料に十分な剛性を与えて、(a) ストを高密度化して、ガラスクラッド外側コア領域を形成し、(b) 内側コア/外側コア直径の変化の比率を 10% 以内、好ましくは 5% 以内に維持する。すなわち、好ましくは、圧密プランクの内側コア長さの少なくとも 80% の内側コア/外側コア直径の比率を、 $\pm 5\%$ 未満以内に維持する。(すなわち、圧密プランクの内側コア長さの 80% 、好ましくは 98% の $(\text{内径}/\text{外径}) - (\text{内径}/\text{外径})$ の平均) / $(\text{内径}/\text{外径})$ の平均) が、 ± 0.05 未満である。比較的低粘度および比較的高粘度の材料/ガラスは、絶対軟化点差 $T = T_{s2} - T_{s1}$ ($10^7 \cdot 6$ ポイズで測定した温度 T_{s2} および T_{s1}) が少なくとも 100 の 2 つのガラスである。一部の実施形態において、 $T = T_{s2} - T_{s1}$ ($10^7 \cdot 6$ ポイズで測定した温度 T_{s2} および T_{s1}) は少なくとも 150 である。一部の実施形態において、 $T = T_{s2} - T_{s1}$ ($10^7 \cdot 6$ ポイズで測定した温度 T_{s2} および T_{s1}) は少なくとも 200 である。

【0013】

低粘度ガラスは、例えば、 K_2O 、 Na_2O 、 LiO_2 、 Rb_2O 、 Cs_2O およびこれらの混合物を含有するガラスであってよい。アルカリ金属酸化物は、好ましくは、ケーンに、少なくとも 0.5 モル% (モル当たり%) 好ましくは約 $0.5 \sim 2.5$ モル%、より好ましくは約 $0.5 \sim 2$ モル%、より好ましくは $0.5 \sim 1.5$ モル%、より好ましくは約 $0.75 \sim 1.25$ モル% のコアケーンの平均濃度で存在している。本明細書で用いる平均濃度とは、コア全体の平均濃度を意味する。このように、例えば、コアの内側 50 パーセントが、 0.5 モル ppm の K_2O を示し、コアの外側 50 パーセントは、 200 モル ppm の K_2O を示し、コアの K_2O 濃度は、 174 モル ppm である。好ましくは、シリカ系のコアロッド(すなわち、内側コアロッド)のロッドもフッ素と塩素を含む。好ましくは、シリカ系のコアロッドもフッ素と塩素を含む。

【0014】

モル%から重量%への換算はガラス業界で周知である。光ファイバ製造に用いる例示の化合物および対応の分子量のリストを以下に示す。

【表 1】

表 1

化合物	分子量(g/モル)
SiO ₂	60.0
GeO ₂	104.6
Li ₂ O	29.9
Na ₂ O	62.0
K ₂ O	94.2
Rb ₂ O	186.9
Cs ₂ O	281.8
MgO	40.3
CaO	56.1
SrO	103.6
B ₂ O ₃	69.6
Al ₂ O ₃	102.0
P ₂ O ₅	141.9
F	19.0

10

【 0 0 1 5 】

本発明の一部の実施形態によれば、外側コア領域に対応するスートは、比較的早い加熱速度で、スートプレフォームを加熱することにより圧密される。加熱速度は、スートを高密度化するのに十分なものであり、高密度化された材料に十分な剛性を与えて、加熱したコアロッドのパドリングを防ぐために、加熱コアロッドを閉じ込める。好ましくは、(i) 圧密プレフォームの軸方向長さの80%の内側コア直径対外側コア(ブランク)直径の変化の比率を、10%未満、好ましくは5%未満に保つ、および/または(ii) 平均アルカリ濃度の±10%、より好ましくは5%以内で、圧密ロッドの長さに沿って、アルカリ濃度は一定(同じ半径で測定したときに)である。

20

【 0 0 1 6 】

ある実施形態によれば、この加熱速度は、コアロッドがパドルするのに十分に軟化する前に、スートを高密度化するのに十分である。好ましくは、比較的早い加熱速度は、少なくとも6 /分である。例えば、この加熱速度は、少なくとも7 /分、あるいは、12 /分、25 /分、50 /分、60 /分、75 /分、100 /分、あるいはこの間の加熱速度であり得る。これらの加熱速度は、例えば、プレフォームを、非等温高温区域に比較的高速で通して、プレフォームを非等温高温区域に対して動かすことにより(加熱素子をスートプレフォームに対して、またはスートプレフォームを加熱素子に対して動かすことにより)なされる。この速度は、例えば、25 mm /分、30 mm /分、35 mm /分、40 mm /分、50 mm /分、100 mm /分、150 mm /分、200 mm /分またはこれらの間の速度であってよい。または加熱素子温度を時間と共に増大することによってもよい。あるいは、加熱速度は、加熱素子温度を時間と共に増大することによって達成され得る。

30

【 0 0 1 7 】

本願出願人は、コアケーンの温度を最少にする、例えば、外側コアスートの早い焼結速度を利用することにより、パドリングを最少にできることを知見した。このようにすると、ブランクを焼結するのに十分な加熱/時間が与えられるが、コアケーンが軸方向および半径方向に高温に露出される時間を最少にする。

40

【 0 0 1 8 】

数字としては、プレフォーム製造プロセス中、次の7つのパラメータを調べた。最初の外側クラッドSiO₂スート密度(g/cc)、内側ケーン半径(mm)、ケーン中K₂O平均濃度(モル%) [軟化点() (10⁷・⁶ポイズの粘度についての温度)、ケーン/クラッド比、高温区域ピーク温度、初期ブランク温度 およびスート/内側ケーンプレフォーム加熱速度(/分)。これらのパラメータの中で、早い加熱速度(モデル化

50

した結果のいくつかを、高温区域への下方駆動速度を増大することにより、実験で行って示してある)だとパドリングが最少となった。図3は、比較的低下方駆動速度で圧密された3つの内側コアケーンと、比較的高下方駆動速度で本発明の実施形態により圧密された1つの内側コアケーン、内側コア半径のプロットである。比較的低下速度で圧密コアケーンはパドリング領域Pを含む。図3には、比較的高焼結速度で焼結を実施したときに、パドリングが最少化され、および/または、排除されたことが示されている。

【0019】

図4Aに、本発明に従って作製された圧密ケーンの異なる部分から再延伸したガラスロッドの屈折率プロフィールを示す。この図から、4つの屈折率プロフィールにおける変化がほとんどないことが分かる。4つの測定は、ケーンの上から下へ進む順で、等間隔の4つの位置に対応している。この例示の実施形態において、パドリングの減少は、14mm/分の下方駆動速度(7/分の加熱速度)に対応している。好ましくは、下方駆動速度は、少なくとも25mm/分(12.5/分の加熱速度)である。例えば、下方駆動速度は、少なくとも35mm/分(17.5/分の加熱速度)、40mm/分(20/分の加熱速度)、50mm/分(25/分の加熱速度)、100mm/分(50/分の加熱速度)、120mm/分(60/分の加熱速度)、150mm/分(75/分の加熱速度)、200mm/分(100/分の加熱速度)またはこれらの間の速度であってよい。

【0020】

軟化点温度は、ガラスの粘度が $10^{7.6}$ ポイズである温度である。図4Bに、軟化点(T_s)とシリカガラス中の K_2O 濃度の関係をグラフで示す。内側コアアルカリ(例えば、 K_2O)濃度が変化し、周囲スートが純粋なシリカ製の場合の、 $T_s = T_{s,2} - T_{s,1}$ に対する影響も示す。以下の表2に、純粋なシリカガラス、ゲルマニアおよびフッ素ドーパドシリカガラスの軟化温度および例示のアルカリドーパドシリカガラスの対応の軟化温度をはじめとするいくつかの例示のガラスの軟化点を示す。

【表2】

表2

組成	軟化点($10^{7.6}$ ポイズの粘度)、 $^{\circ}C$
SiO ₂	1673
92重量% SiO ₂ + 8重量% GeO ₂	1641
82重量% SiO ₂ + 18重量% GeO ₂	1603
64重量% SiO ₂ + 36重量% GeO ₂	1538
SiO ₂ 中1重量% F	1610
SiO ₂ 中2重量% F	1550
SiO ₂ 中0.2モル% K ₂ O	1590
SiO ₂ 中0.4モル% K ₂ O	1516
SiO ₂ 中0.6モル% K ₂ O	1446
SiO ₂ 中0.8モル% K ₂ O	1379
SiO ₂ 中1モル% K ₂ O	1316
SiO ₂ 中1.2モル% K ₂ O	1256
SiO ₂ 中1.4モル% K ₂ O	1201
SiO ₂ 中1.6モル% K ₂ O	1149
SiO ₂ 中1.8モル% K ₂ O	1101
SiO ₂ 中2モル% K ₂ O	1057
SiO ₂ 中2.2モル% K ₂ O	1017
SiO ₂ 中2.4モル% K ₂ O	980
SiO ₂ 中2.6モル% K ₂ O	947
SiO ₂ 中2.8モル% K ₂ O	918
SiO ₂ 中3モル% K ₂ O	892

【0021】

表2には、アルカリの添加によって、純粋なSiO₂ガラスより大幅に低い軟化温度となることが示されている。従って、上記の推論に基づく、均一な(焼結)オーバークラッドアルカリドープド内側コアケーンプレフォームを得るのが難しくなる。低粘度の内側コアケーンは、スートプレフォームの焼結中、外側クラッドに対して不均一に流れ、変形するからである。プレフォームのこのパドリングは実験的に観察され、大きな問題となる。

【0022】

図5に、パドリング現象が生じたケーンの屈折率プロファイルの典型的な変化を示す。この図によれば、圧密ケーンの異なる部分から再延伸した6つのガラスロッドの屈折率プロファイルにおいて大きな変化が示されている。6つの測定は、ケーンの上から下へ進む順で、等間隔の4つの位置に対応している。図4Aおよび5に対応するスートプレフォームは、同一であり、スートプレフォームの圧密は、焼結中、図5に対応するスートプレフォームの下方駆動速度が7mm/分(3.5 /分の加熱速度に対応)であった以外は、同じ条件下で実施した。遅い下方駆動速度を用いてプレフォームを圧密すると、コアロッドが変形しないよう拘束するのに十分にオーバークラッドが剛性となる前に、コアロッドがパドルするのに十分に加熱される。

10

【0023】

図6に、ブランク内の軸方向位置に対する推定カリウムレベルを示す2組のデータをまとめとめてある。本発明の早い速度のプロセス(早い焼結、F)によって、ブランク中でかなり均一なカリウムの軸方向分布となり、一方、標準焼結(S)速度では、パドリングが生じると、下部にカリウムが濃縮する。

20

【0024】

本明細書に開示されたアルカリドープドコアを有するファイバプレフォームケーン/ファイバは、例えば、アルカリドープドガラスロッドを提供し、標準OVD、MCVD、PCVDまたはVAD法を用いて、その上にシリカスート(ドープドまたはアンドープド)を堆積することにより、当業者が製造することができる。しかしながら、用いる方法に関わらず、光ファイバに必要なコア領域デルタには、カリウム(K)、ナトリウム(Na)、ルビジウム(Rb)、リチウム(Li)またはセリウム(Cs)等の十分なアルカリ(R)をコアに組み込むことを必要とし、K₂O、Na₂O、Rb₂O、Cs₂O、Li₂O等の対応のアルカリ酸化物(R₂O)として計算され、好ましくは0.5~2.5モル%、より好ましくは0.5~1.5モル%の範囲内である。

30

【実施例】

【0025】

本発明を以下の実施例によりさらに明らかにする。本発明の好ましい実施形態をより詳細に参照し、その例を添付の図面に例示する。可能なときは、同じまたは同様の部分を指すのに、同じ参照番号を図面に用いている。本発明のファイバコアを製造するプロセスを組み込む光ファイバの製造方法の例示の一実施形態を図7に示す。概して、全体に参照番号400で示されている。

40

【0026】

実施例1

図7に示されているのは、アルカリ金属酸化物を、前駆体内側コアケーンである好適なシリカガラス物品に拡散することにより、アルカリドープド光ケーン(そしてファイバ)を製造するための、本発明の実施形態による第1の例示の方法400である。方法400の第1の工程401(シリカ含有スート管を形成)が示されており、図7および8を参照して説明する。通常の外側蒸着プロセスの図である図8を参照すると、少なくとも1つのスートパーナー156を用いて、多層のシリカスート162を、マンドレル144に堆積して、スートプレフォーム160を形成している。得られたスートプレフォームを、標準塩素乾燥技術を用いて乾燥する(工程403)。本実施形態において、スートをフッ素含有化合物(例えば、SiF₄)雰囲気、乾燥工程で残った塩素の大半または全てを除去

50

するのに十分な時間および温度で露出することにより、スートはフッ素によりドーブされる(工程405)。フッ素含有雰囲気(フッ素スリーブ)への露出は、好ましくは、約1100未満の温度で行って、ガラスが高レベルのフッ素でドーブされるのを防ぐ。例えば、0.1~0.4重量%のフッ素といった低レベルのフッ素ドーピングが望ましい。得られるフッ素(および潜在的に塩素)ドーブドスート管を圧密する(工程407)。

【0027】

圧密ガラス管をアルカリドーブ(工程408)して、崩壊(工程426)させて、アルカリドーブドロッドを形成する。例えば、図9を参照すると、得られるガラス管106は、好ましくは、まず、旋盤101(例えば、ガラス加工旋盤や通常の修正化学蒸着(MCVD)ガラス成形旋盤)のチャック間に装着する。2つの環状ネック状変形部112を、リザーバを管に火炎加工またはその他溶接することにより、管106の壁に鍛造し、アルカリ金属源化合物110を受け取るための好ましい環状リザーバ108を、管106の一端近くに形成する。他のタイプのリザーバを用いてもよい。好ましくは、環状ネック状変形部112は互いに約2cm離れている。好ましくは、アルカリ金属の結晶化を防ぐために、管106および管106の内側に堆積した追加のガラスは、実質的に塩素を含まないのが望ましい。実質的に塩素を含まないとは、アルカリ塩化物結晶化による光学損失を排除するだけ十分に塩素含量が低いことを意味する。好ましくは約500重量ppm未満、より好ましくは約100重量ppm未満、最も好ましくは約50重量ppm未満の塩素含量が、この目的に望ましい。さらに、シリカガラス管106およびそれに堆積した追加のガラスは、「水」を実質的に含まないものでなければならない。「水」とは、ヒドロキシル基OHを意味する。水は、1383nmまたは約1383nmに吸収ピークがあり、吸収ピークは、光ファイバの操作波長領域に延びている。このピークは、ファイバ減衰に悪影響がある。従って、水ピークとも呼ばれる吸収ピークを、ガラスのOH含量をできる限り減じることにより、減じるのが望ましい。好ましくは、本実施形態において、ガラス管106は、約100重量ppb未満、より好ましくは約20重量ppb未満のOHを含有している。アルカリ金属酸化物ドーパントを拡散する前に、出発ガラス物品が確実に水を実質的に含まないようにするには、シリカガラス管の製造中、通常の塩素乾燥技術を用いる。

【0028】

図9を再び参照すると、アルカリ源化合物110が、管106にリザーバ108で導入され、熱源114により加熱されて、管106が回転するにつれて蒸気を形成する。酸素またはキャリアガスを、管106の入口116に、回転シール118を通して流し、アルカリ金属酸化物源化合物110の下流の管106の部分120を加熱して、アルカリ金属酸化物の管106の内部表面122への拡散を促す。管106には、他のガラスロッド等、中に挿入されたプレフォームコンポーネントがないのが好ましい。アルカリ金属酸化物源化合物110の下流の管106の部分120は、アルカリが表面122に急速に拡散するのを促し、ガラスの失透を防ぐのに十分な温度まで加熱しなければならない。好ましくは、アルカリ金属酸化物源化合物110の下流の管106の部分120は、熱源124により、1500超、より好ましくは約1500~2000まで加熱される。好ましくは、熱源124は、管106の部分120の長さに沿って横断する。アルカリ金属酸化物源化合物112は、K、Na、Li、CsおよびRbからなる群から選択される元素を含むのが好ましい。好ましくは、アルカリ金属酸化物源化合物110は、臭化物、ヨウ化物またはフッ化物である。最も好ましくは、アルカリ金属酸化物源化合物110は、KBr、KIまたはKNO₃である。アルカリ金属酸化物(例えば、K₂O、Na₂O、LiO₂、Rb₂O、Cs₂Oおよびこれらの混合物)は、管106の崩壊前に、管106の内側拡散表面122から、約100マイクロメートル~500マイクロメートルの深さにわたって拡散して、アルカリ酸化物ドーブドガラス管を形成している。特に、管中の拡散したアルカリ金属酸化物ドーパント濃度(重量%で)は放射状に異なるのが好ましい。好ましくは、ガラス物品(例えば、管106)は、図9の拡大図に示されるとおり、濃度が内側半分107で最高で、外側半分109では低くなるようにドーピングされる。内

10

20

30

40

50

側半分と外側半分の間境界点は、管106の放射状厚さ(点線111で示される)により定められ、その半分に位置している。例えば、拡散は、外側半分109のアルカリドーパントのピーク濃度が、内側半分107のピーク濃度(重量%で)の50%未満であるのが好ましい。

【0029】

拡散プロセスに続いて、管106をさらに加熱する工程を行って、当該技術分野において公知の通常の方法により(または本明細書に記載した乾燥方法により)、管106の部分的な崩壊を促進して、アルカリ金属酸化物が失われる内側表面積を減じ、アルカリ金属酸化物が拡散されたガラス層を厚くする。拡散ドーピング工程または管106の部分崩壊が完了したら、管122の拡散表面を任意で、シリカガラスを除去するのに好適なエッチャントにより、管の拡散表面122を通して拡散した望ましくない不純物を除去するのに十分な深さまでエッチングしてもよい。例えば、水性HF溶液をエッチャントとして用いてよい。より好ましくは、フッ化物ガス、例えば、 CF_4 、 SF_6 、 NF_3 、 C_2F_6 またはこれらの混合物を用いる。内側表面122から除去された材料の量は、拡散および部分的な管の崩壊中の処理条件に応じて異なるが、エッチング条件は、アルカリ金属酸化物の合計拡散深さの少なくとも約5パーセントの深さまでガラスを表面122から除去するのに十分なものであるのが好ましい。エッチングが終了したら、シリカガラス管16をさらに熱源124で加熱して、アルカリ金属酸化物源化合物110の下流の管106を崩壊して、アルカリ金属酸化物ドーブド固体ガラスロッド132を形成する。管106の崩壊は、好適な熱源(例えば、トーチ)による加熱等、当該技術分野において公知の通常の方法により行う。固体アルカリドーブドガラスロッド132を、ガラス含有アルカリ金属源化合物リザーバ108のその部分から切断する。好ましくは、固体アルカリ金属酸化物ドーブドガラスロッド132を好適なエッチャントでエッチングして、管106の崩壊中トーチにより形成された水和ガラスの一部または全てを除去する。乾燥熱源、例えば、誘導または抵抗ヒーター、プラズマトーチまたはCO等の非水素含有燃料を用いる乾燥熱源を崩壊に用いる場合には、エッチングは必要ない。乾燥熱源を、ドーピングおよび/または崩壊工程に用いると、管の外側のリウエッティング、すなわち、OH(水)の外側から管への拡散を最少にするものと考えられ、さらにファイバ減衰を減少させる。乾燥熱源は、大量のOH(水)を管に誘導するものではない。

【0030】

アルカリドーブドロッド132は、崩壊時、好ましくは、放射状に変化し、内側半分107に対応する部分が、アルカリドーパントの最高ピーク濃度(重量%で)を有し、外側半分109に対応する部分が低ピーク濃度を有するようなアルカリ金属酸化物の濃度を有する(管106と同様に)ことを理解されたい。最も好ましくは、アルカリドーパントのピーク濃度は、ロッドの中央であり、半径の半分の濃度は、ピーク濃度の50%未満、より好ましくは25%未満である。

【0031】

ドーブドガラスロッド132を再延伸炉136で加熱し、小径ガラスロッド144へ延伸してもよい。この再延伸プロセスを図10に示す。前述した崩壊段階から得られたアルカリドーブドガラスロッド132にはガラスハンドル130が取り付けられており、アルカリドーブドガラスロッド132は、通常再延伸炉136上の可動ダウンフィードサポート134に装着される。アルカリドーブドガラスロッド132の下部に取り付けられた犠牲ガラスロッド138をモータ駆動トラクタ140により引っ張って、アルカリドーブドガラスロッド132を好適な速度で延伸する。15~23cm/分の速度が適切であることが分かっている。速度は、センサ142により測定される直径に応じて主に制御される。延伸プロセスより得られた小径ガラスロッド144の外径寸法(d1)は、好ましくは3mm~10mmの範囲、より好ましくは直径寸法6mm未満である。崩壊工程426(図7参照)から得られたロッド132の直径寸法が所望の範囲内の場合には、崩壊工程126から得られたロッド132をガラスロッド144として用いてよい。小径ガラスロッド144の K_2O のピーク濃度は、0.5重量%超、好ましくは約1重量%~5重量%

10

20

30

40

50

でなければならない。特に、非常に小径のアルカリドープドロッドだと有利である。というのは、ファイバ中心線に非常に近いロッドに存在する遷移金属不純物が濃縮され、悪影響が最少になるからである。

【0032】

方法400の工程429(図7参照)により示されるとおり、形成されると、内側コアに対応する小径ガラスロッド144がさらにオーバークラッドされる。

【0033】

例えば、図8に示すとおり、小径アルカリドープガラス内側コアロッド144を、出発ロッドとして用いて、追加の多孔性ガラススート162を、当該技術分野において公知のOVD法を用いて、オーバークラッド(すなわち、外側コア)として堆積して、組み立て体160を形成する(工程429)。典型的な外側蒸着法を図8に示す。図8に示すとおり、ガラスハンドル154を、例えば、上述したとおりにして製造した小径アルカリドープガラスロッド144(内側コアに対応)に取り付けると、得られるプレフォームの一体部分となる。ハンドル154は、後の処理工程中、堆積プロセスより得られるシリカガラスプレフォームをサポートする方法を提供する。取り付けしたハンドル154を有するガラスロッド144(内側コアロッド)を、旋盤に装着し、例えば、米国特許第4,165,223号明細書に開示されているようなバーナー156に対して回転および移動する。燃料ガスおよび酸素または空気は、源(図示せず)からバーナー156に供給する。この混合物を燃やして、火炎を生成し、バーナー156から放出する。シリカ前駆体ガス-蒸気混合物を火炎中で酸化して、ガラスロッド144に向いたシリカ含有スートストリーム158を形成する。ガス-蒸気混合物をバーナー156に分配するのに好適な手段は、当該技術分野において周知であり、かかる例示の手段については、米国特許第3,826,560号明細書、米国特許第4,148,621号明細書および米国特許第4,173,305号明細書を参照のこと。複合体スートプレフォーム160は、ガラスロッド144を、バーナー156に何回も横断させることにより形成されて、シリカスート含有多層が構築されて、スートコーティング162が形成される。移動動作はまた、バーナー156を回転ガラスロッド144に沿って前後に動かすことによって、またはバーナー156とガラスロッド144の両方を組み合わせた移動動作によっても行うことができる。スートコーティング162は、好ましくは、実質的に純粋なシリカで構成された複合体プレフォーム160のコアガラスの少なくとも一部を形成する。好ましくは、スートコーティングの密度は、 0.35 g/cc 超、より好ましくは約 $0.35\text{ g/cc} \sim 0.5\text{ g/cc}$ である。複合体プレフォーム160を、炉にて約 1000 の温度まで加熱しながら、塩素含有ガスに露出することにより乾燥する。その後、プレフォーム160を、任意でフッ素ドープする(工程431、図7)。フッ素ドープング工程中、スートをフッ素でドープするのに好適な温度(例えば、約 1000)でフッ素含有ガスにプレフォームを露出することにより、プレフォーム160は、好ましくは、フッ素ドープされる。このようにして、外側コア領域が形成される。しかしながら、フッ素ドープング工程は、例えば、比較的少量のフッ素(0.1 重量% ~ 0.4 重量%)となるのに十分な長さで行えばよい。次に、プレフォームを圧密するのに好適な温度までプレフォーム160を加熱することにより、プレフォームは圧密される。

【0034】

より具体的に、図11に示すとおり、スートを含むプレフォーム160を圧密炉に配置し、 $1000 \sim 1600$ 、より好ましくは $1200 \sim 1600$ 、最も好ましくは 1400 または $1450 \sim 1600$ の温度の高温区域で傾斜焼結する。加熱速度および/または下方駆動速度(すなわち、高温区域に対するプレフォームの垂直速度)は、スートが圧密するのに十分なものであり、(i)パドリングを防ぐために、加熱内側コアロッドを閉じ込めるのに、十分な剛性を高密度化材料に与え、および/または(ii)内側コアロッドを加熱する前に、パドルするほど十分に軟化し、および/または(iii)内側コア/外側コアの直径の比を 10% 以内に維持しながら、スートを高密度化して、ガラスクラッドを形成する。好ましくは、比較的早い速度は、少なくとも 6 /分である。

例えば、この速度は、少なくとも7 /分、12 /分、25 /分、50 /分、60 /分、75 /分、100 /分またはその間の速度である。パドリングを減じることにより、圧密プレフォーム（ケーン）の軸方向長さの少なくとも75%、好ましくは95%を超える内側コア直径対外側ブランク直径の変化は、10%未満となる。最も好ましくは、圧密プレフォームの少なくとも98%が、内側コア直径対外側ブランク直径の10%未満の変化を示す。好ましくは、下方駆動速度は、少なくとも25 /分である。例えば、下方駆動速度は、少なくとも35 /分、40 /分、50 /分、100 /分、125 /分、150 /分、200 /分またはその間の速度である。

【0035】

複合体プレフォーム160を、図11に示すとおり、圧密炉178で加熱して、圧密光ファイバプレフォーム164を形成する。圧密炉178は、加熱素子182に囲まれた高シリカ含量マッフル180を含む。高シリカ含量ライナ184は、加熱素子182をマッフル180から典型的に分離する。本明細書で用いる「高シリカ含量」という用語は、純粋なフューズドシリカまたはホウケイ酸ガラス等の高シリカ含量ガラスを意味する。圧密ガス186は、固定された円錐セクション188を通して、マッフル184の下部に供給される。円錐セクション188はリングおよび192によりサポートされている。圧密ガス186は、円錐セクション188の1つ以上の孔を通して流れる。

【0036】

圧密雰囲気は、プレフォームから水を除去するのを補助するために、ヘリウム（約1標準リットル/分）、酸素および塩素（40～50標準cm/分）を含有していてもよい。特に、塩素は、スートプレフォームの隙間に浸透して、中に含まれるOH、H₂またはH₂Oを流す。堆積したスートが圧密され、優れた光学特性を有する固体高純度ガラスへ変形されるまで、スート含有コアプレフォーム160を、高温（プレフォーム組成に応じて、通常、約1450～約1600の範囲）で加熱する。プレフォーム160が光ファイバコアケーン164へ圧密されたら、得られたコアケーン164を炉から取り出し、アルゴン充填保持容器に移す。

【0037】

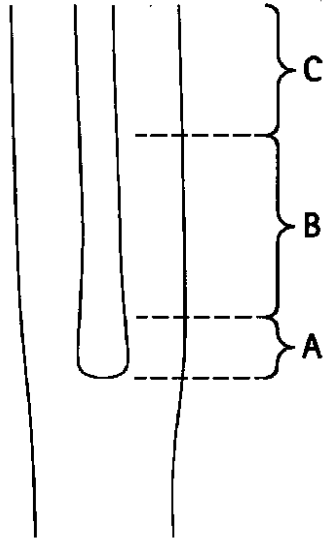
得られた透明ガラスコアケーンを再延伸して、第2のコアロッド、すなわち、そこから延伸された光ファイバのコアの少なくとも一部を含むガラスロッドを形成する（工程466、図7）。第2のコアロッドを、追加のガラスを加える、ガラス管（ガラス管かスート管）でスリーブを付ける、化学蒸着によりガラススートを堆積する（工程468、図7）、例えば、スリーブ付けと化学蒸着の両方により、または当該技術分野において公知の他の方法により、さらに処理して、光ファイバへと延伸される準備の整った完成した光ファイバプレフォームを形成もよい。追加のガラスは、コアガラス、クラディングガラスまたはコアとクラディングガラスの両方を含んでいてよい。さらに、追加のガラスは、1つ以上の追加の堆積工程により、所望の厚さとしてもよく、各工程後、スートを乾燥し、ドープし、圧密し、小径ロッドへと再延伸する。最終圧密工程（例えば、工程467、図7）後、ケーンを光ファイバへと延伸する（工程470、図7）。

【0038】

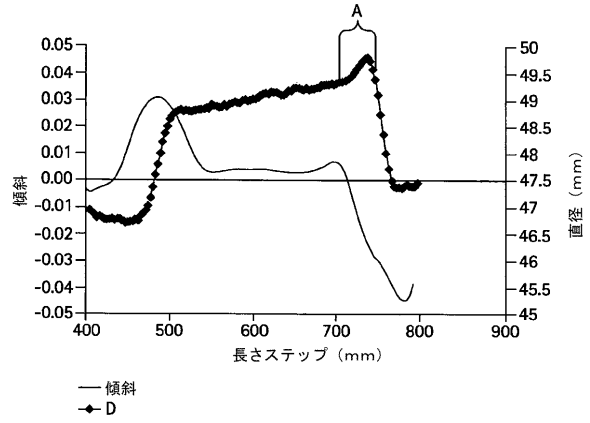
本発明の趣旨および範囲から逸脱することなく、様々な修正および変形を本発明に行えることは、当業者には明白であろう。このように、本発明は、添付の特許請求の範囲およびその等価物に入る本発明の修正および変形を網羅するものとする。

【 図 1 】

FIG. 1

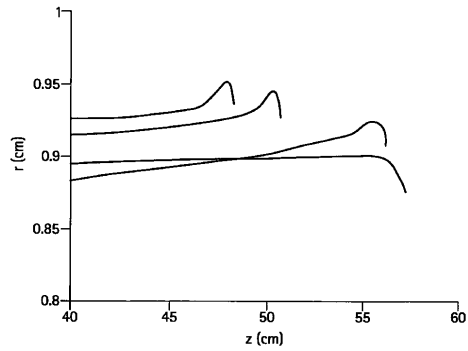


【 図 2 】

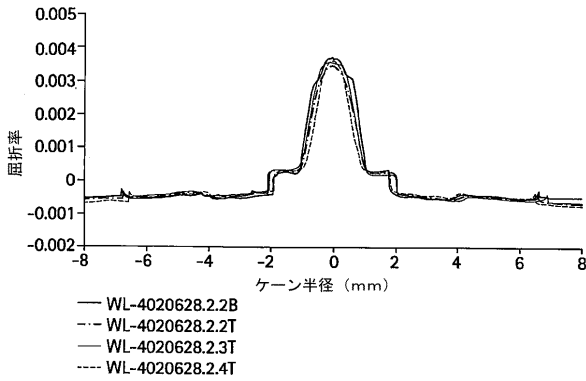


【 図 3 】

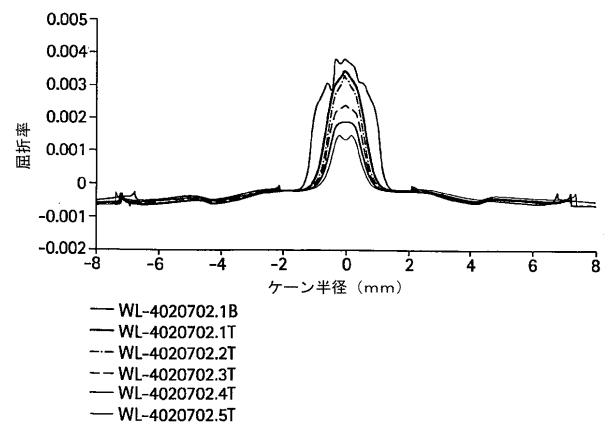
FIG. 3



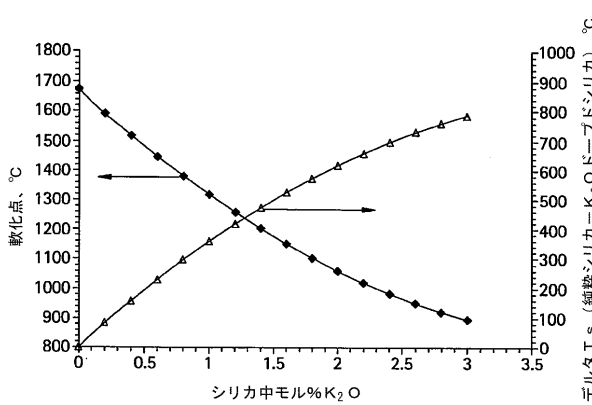
【 図 4 A 】



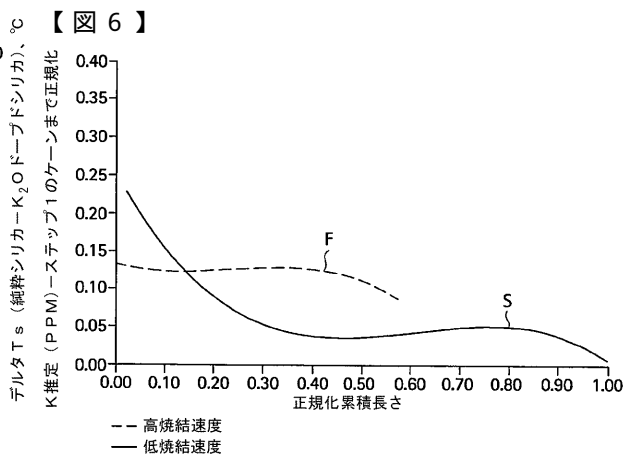
【 図 5 】



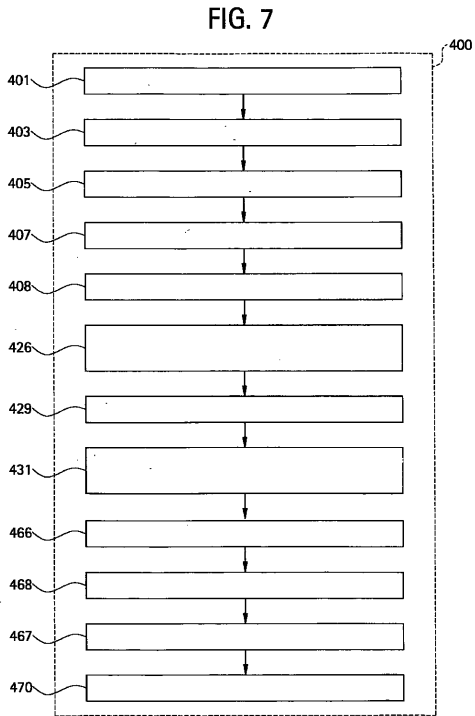
【 図 4 B 】



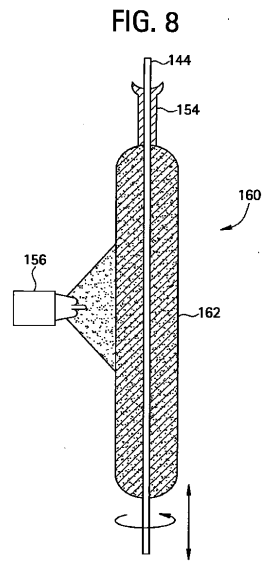
【 図 6 】



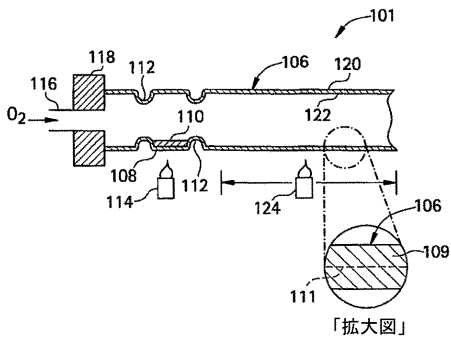
【 図 7 】



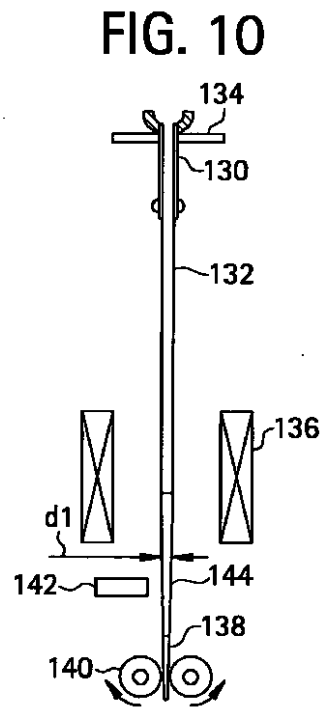
【 図 8 】



【 図 9 】

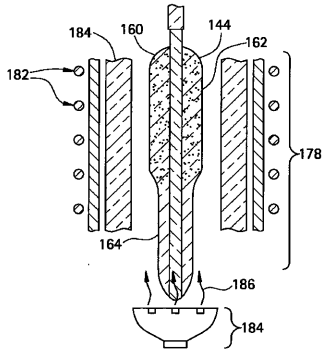


【 図 10 】



【 図 11 】

FIG. 11



フロントページの続き

- (72)発明者 カンナ, サミル
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14870 ペインテッド ポスト ウッズビュー ウェイ
104
- (72)発明者 オヌー, チュクウエメカ ビー
アメリカ合衆国 ノースカロライナ州 28409 ウィルミントン ウェイブリッジ レイン
4809
- (72)発明者 ラニー, ソーニャ エム
アメリカ合衆国 ノースカロライナ州 28480 ライツヴィル ビーチ エイ コーラル ド
ライヴ 105
- (72)発明者 タンドン, ブシュカー
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14830 ペインテッド ポスト ディア クレスト 34
05

審査官 山崎 直也

- (56)参考文献 特開昭61-117127(JP, A)
国際公開第2005/021455(WO, A2)
特表2007-513862(JP, A)
特開平04-325433(JP, A)
特開昭63-236727(JP, A)
特開平01-219034(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C03B 37/00-37/16