

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5941430号
(P5941430)

(45) 発行日 平成28年6月29日(2016.6.29)

(24) 登録日 平成28年5月27日(2016.5.27)

(51) Int.Cl.

F 1

C03B 37/014	(2006.01)	C03B 37/014	Z
G02B 6/024	(2006.01)	C03B 37/014	A
G02B 6/036	(2006.01)	G02B 6/024	301
G02B 6/032	(2006.01)	G02B 6/036	
G02B 6/02	(2006.01)	G02B 6/032	Z

請求項の数 9 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2013-81158 (P2013-81158)

(22) 出願日

平成25年4月9日(2013.4.9)

(65) 公開番号

特開2014-201504 (P2014-201504A)

(43) 公開日

平成26年10月27日(2014.10.27)

審査請求日

平成27年4月20日(2015.4.20)

(73) 特許権者 392017004

湖北工業株式会社

滋賀県長浜市高月町高月 1623番地

(74) 代理人 110001069

特許業務法人京都国際特許事務所

(72) 発明者 井本 克之

滋賀県長浜市高月町高月 1623番地 湖北工業株式会社内

(72) 発明者 石井 太

滋賀県長浜市高月町高月 1623番地 湖北工業株式会社内

(72) 発明者 濱田 千寛

滋賀県長浜市高月町高月 1623番地 湖北工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

金属ロッドを容器内に配置し、

硬化性樹脂と SiO_2 粒子を含むクラッド層用混合液と、該混合液を自己硬化反応により固化させるための硬化剤とを前記容器内に注入し、

前記クラッド層用混合液が固化した後、その固化体から前記容器及び前記金属ロッドを脱離して貫通孔を有する多孔質ガラス母材を形成し、

ヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを前記貫通孔に流しながら高温加熱することにより前記多孔質ガラス母材を透明ガラス化して光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法。

【請求項 2】

前記高温加熱により前記多孔質ガラス母材が 80% ~ 90% に収縮して透明ガラス化するように、前記クラッド層用混合液において硬化性樹脂と SiO_2 粒子が配合されていることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 3】

高温電気炉内に前記多孔質ガラス母材を一定の速度で移動させることにより前記高温加熱することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 4】

前記貫通孔が、多孔質ガラス母材の中心に位置するコア用孔と、その周りに位置する前記コア用孔よりも径が小さい複数の細孔から構成されていることを特徴とする請求項 1 ~

3のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 5】

前記多孔質ガラス母材の一端部に、あるいは両端部に前記貫通孔を囲むように石英ガラス管を取付け、該石英ガラス管を通して前記貫通孔に前記混合ガスを流すことを特徴とする請求項 1 ~ 4のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 6】

高温電気炉内に耐熱性保護管を配置し、該保護管内を塩素ガス雰囲気にした状態で、前記多孔質ガラス母材を高温加熱することを特徴とする請求項 1 ~ 5のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 7】

高温加熱するときに前記多孔質ガラス母材の貫通孔に流す混合ガスの流量を制御することを特徴とする請求項 1 ~ 6のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法。

【請求項 8】

前記多孔質ガラス母材が複数の貫通孔を有し、

前記高温加熱の際に、前記複数の貫通孔の一部に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有するガラスロッドを挿入し、残りの貫通孔にヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを一定流量で流したことを特徴とする請求項 1 ~ 7のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【請求項 9】

前記多孔質ガラス母材が、前記多孔質ガラス母材の中心に位置する貫通孔と、その両側に位置する 2 個の貫通孔と、その他の多孔質ガラス母材内に位置する貫通孔を有し、

前記高温加熱の際に、前記中心の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有するガラスロッドを挿入すると共に該ガラスロッドの両側の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも低い屈折率を有する、B を添加した SiO_2 ガラスロッドを挿入し、その他の貫通孔の一方から他方に向けてヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを流すことを特徴とする請求項 1 ~ 7のいずれかに記載の光ファイバ用透明ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、貫通孔を有する光ファイバ用多孔質母材の透明ガラス化方法およびそれを用いた光ファイバ用透明ガラス母材に関する。

【背景技術】

【0002】

光ファイバの技術進歩に伴い、特殊な構造を有する光ファイバが実現されるようになって来た（特許文献 1 ~ 11 参照）。上記特殊な構造を有する光ファイバとして図 21 に示すものがある。同図 (a) の空孔アシストファイバ、同図 (b) のフォトニック結晶型ファイバ、同図 (c) のマルチコアファイバ、そして同図 (d) のパンダファイバ (PANDA (Polarization-maintaining AND Absorption-reducing) ファイバ) である。これらの光ファイバは、光ファイバ母材を製造する工程が他の一般的な光ファイバに比して複雑で非常に手間とコストのかかる複数の加工処理工程から成る。

【0003】

すなわち、上記空孔アシストファイバは次のように製造される。まず、図 22 に示すように、VAD 法（気相軸付け法 : Vapor phase Axial Deposition method）で石英ガラスの種棒 101 にコア 102 と、その外周を覆うクラッド 103 を形成することにより多孔質母材 104 が製造される。次いで図 23 に示すように、その多孔質母材 104 を高温電気炉 105 加熱された石英ガラス反応容器 106 内に矢印 107 で示す方向に所定速度で送り込み、同時に、上記石英ガラス反応容器 106 内に矢印 108 - 1 方向から He ガスと塩素ガスの混合ガスを流し込みながら矢印 108 - 2 方向に排気する。これにより、多

40

50

孔質母材 104 が透明ガラス化され、図 24 に示すようなコア 112 の外周がクラッド 113 で覆われた、透明ガラス化された光ファイバ母材 114（以下、透明ガラス母材 114 という）が得られる。

【0004】

その後に、透明ガラス母材 114 内に貫通孔を開けるために、図 25 に示すように、上記透明ガラス母材 114 の上端と下端をガラス切断機で切斷してフラットな上面 115 とフラットな下面 116 を形成する（図 25（b））。その後に、上記透明ガラス母材 114 の透明化されたクラッド 113 内に、上記透明ガラス母材 114 の長手方向に延びる複数の貫通孔 117 をドリル、あるいは超音波で切削することにより開け（図 25（c））、貫通孔付き光ファイバ母材 114 が製造される。この方法では、貫通孔を形成するのにドリルを用いて、あるいは超音波で切削するので、貫通孔を形成した後に洗浄、脱水、乾燥、加熱工程を必ず行わなければならない。上記工程を経た後に空孔アシストファイバ母材を完成させ、その後に該母材を線引きして空孔アシストファイバが得られる。

10

【0005】

図 21（b）のフォトニック結晶型ファイバも空孔アシストファイバと同様の方法で製造される。まずは石英ガラスの種棒 101 にコア 102 と、その外周を覆うクラッド 103 を形成することにより多孔質母材 104 を製造する。次いでその多孔質母材 104 を図 25 に示した方法を用いて透明ガラス化した光ファイバ母材 114 を得る。その後、空孔アシストファイバ母材と同様に図 21（a）～図 21（c）の方法を用いて空孔（貫通孔）117 を有する光ファイバ母材 114 を得る。この方法でも貫通孔を形成した後に洗浄、脱水、乾燥、加熱工程を必ず行わなければならない。その後に該母材を線引きしてフォトニック結晶型ファイバを得る。フォトニック結晶型ファイバの別の製造方法として、複数本のガラス細管を束ねたものを線引きして一体化する方法も用いられている。

20

【0006】

図 21（c）のマルチコアファイバでは、まず前記した VAD 法で SiO_2 ロッドからなる多孔質母材が製造される。次いで、前記した方法でその多孔質母材を透明ガラス化し、その母材の上面と下面の切斷によるフラット化を行なう。その後に、その母材に所定間隔をおいて長手方向に延びる複数の貫通孔 117 を、前記したように、ドリルを用いて、あるいは超音波で切削することによって形成してコア挿入用貫通孔を有する光ファイバ用ガラス母材（貫通孔付きガラス成形体）を製造する。その後に上記母材の洗浄、脱水、乾燥、加熱工程を経て上記貫通孔の中に別の工程で製造しておいたコア母材 117-1～117-7 を挿入し、融着してマルチコアファイバ用母材とする。この母材を線引きしてマルチコアファイバが製造される。

30

【0007】

非特許文献 1 によれば、図 21（d）のパンダファイバも、前記方法と同様に VAD 法でコアとクラッドを有する多孔質母材を製造し、その後に多孔質母材の透明ガラス化を行う。そして、その透明ガラス母材の上面と下面を切斷してフラット化し、その後に、その母材のコア 112 を取り囲んだクラッド 113 内に所定間隔をおいて長手方向に延びる 2 つの貫通孔を、ドリルを用いて、あるいは超音波で切削することによって形成する。これにより、応力付与部となるガラスロッド挿入用貫通孔を有する光ファイバ用ガラス母材（貫通孔付きガラス成形体）が製造される。その後に光ファイバ用母材の洗浄、脱水、乾燥、加熱工程を経た後、上記貫通孔の中に別の工程で製造しておいた B_2O_3 を添加した SiO_2 ガラスからなる応力付与部となるガラスロッド 118-1、118-2 を挿入し、高温加熱処理を施して上記母材とロッドを融着、一体化する。このようにして、目的とするパンダファイバ用母材が製造される。その後に上記パンダファイバ用母材を線引きしてパンダファイバが得られる。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献 1】特開2003-040637号公報

50

【特許文献 2】特開2003-342031号公報
 【特許文献 3】特開2003-342032号公報
 【特許文献 4】特開2004-339004号公報
 【特許文献 5】特開2005-263576号公報
 【特許文献 6】特開2006-044950号公報
 【特許文献 7】特開2006-069871号公報
 【特許文献 8】特開2007-072251号公報
 【特許文献 9】特開2008-310034号公報
 【特許文献 10】特開2009-149470号公報
 【特許文献 11】特開2010-173917号公報

10

【非特許文献】

【0009】

【非特許文献 1】荒井、他：偏波保持光ファイバ、古川電工時報、Vol. 109、pp.5-10、平成14年1月

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

このように上記光ファイバはいずれも光ファイバ母材の製造工程の段階において複雑で非常に手間とコストのかかる複数の加工工程（多孔質母材の製造、その母材の透明ガラス化、母材の上面と下面の切断によるフラット化、ドリルを用いて、あるいは超音波で切削することによる貫通孔の形成、その後に上記母材の洗浄、脱水、乾燥、加熱工程、その後の母材の線引き工程）を経なければならない。特に透明ガラス化した光ファイバ母材に後工程で貫通孔を形成するので、上記貫通孔内に水分、不純物が必ず混入する。水分の除去にはHeガスと塩素ガスを長時間にわたって流しながら高温加熱して除去していかなければならないが、貫通孔内の水分の一部はコア内やクラッド内に拡散、浸透してOH基となっているため、光ファイバ母材の外に出にくく、光損失を増大させる原因になっていた。

20

【0011】

また、透明ガラス母材内に設けるコアを挿入するための貫通孔、クラッド内の屈折率を下げるための貫通孔、フォトニック結晶構造を実現するための貫通孔、応力付与部となるガラスロッドを挿入するための貫通孔の内径は挿入するガラスロッドの外径よりもわずかに小さく加工しておかないと、高温加熱による前記ガラスロッドの収縮率よりも上記透明ガラス母材の収縮率の方が小さいために、貫通孔と挿入するガラスロッドとの間に隙間が発生し、散乱損失を誘引する。しかし、現実的には上記貫通孔やガラスロッドの寸法を高精度に制御して製造することが難しい。さらに、貫通孔の内面表面粗さが大きい、貫通孔の真円度、真直度が良くない、といった問題点もあり、貫通孔内にガラスロッドを密着性良く挿入、融着して低散乱損失の光ファイバを実現することが難しかった。

30

【0012】

また、長尺の光ファイバを実現するためにはできるだけ長い母材を用いることが望ましい。しかし、ドリルを用いて貫通孔を形成する従来の方法では、50cm以上の長尺の光ファイバ母材（第1の母材）の長手方向に複数の貫通孔を精密に機械的に開けること、それら貫通孔の内面を研磨することは難しい。これは、50cm以上の長さのドリルを寸法精度、真直度、真円度良く製造することは極めてが難しく、しかもドリルを回転させながら母材に貫通孔を開けて行くので、ドリルの長さが長くなるほど回転むらが生じ易く、該ドリルの真直度、真円度が悪いと貫通孔の寸法精度が極めて悪くなるからである。結局のところ、従来は母材の長さを短くして短いドリルで貫通孔を形成し、その代わりに母材の外径を大きくしていた。

40

【0013】

しかし、母材の外径を大きくすると、貫通孔を形成した後の光ファイバ母材の線引き工程で大口径の炉心管を備えた高温電気炉を用いる必要がある。このような高温電気炉を用

50

いることは現状では難しく、結局は線引き前に光ファイバ母材を延伸して外径を細くする工程を経なければならなかった。また一本の光ファイバ母材で長尺の光ファイバを実現することも難しかった。さらに付け加えるならば、VAD法で製造した光ファイバ母材の端面は円錐形状をしているために、上記貫通孔を開ける際には母材の上面及び下面を切断し、研磨したフラットな面にしなければならない。この切断や研磨の作業には多くの時間がかかるため、製造コストが高くなっていた。しかも、母材の上面及び下面をフラットな面にしても貫通孔を高寸法精度でうまく開けることが難しかった。

【0014】

さらに、マルチコアファイバを製造するためには、光を伝搬させるための重要なコア母材を前記貫通孔に挿入しなければならない。また、パンダファイバを製造するためには、応力付与部となるガラスロッドを前記貫通孔に挿入しなければならない。

機械的に開けた複数の貫通孔内にコア母材やガラスロッドを挿入し、両者を密着させるためには、該貫通孔を真直度、真円度良く形成しておかなければならぬ。特に、長尺の光ファイバの場合は、長尺のコア母材及びガラスロッドを長尺の貫通孔に挿入しなければならぬ。貫通孔をより高真直度、より高真円度に形成する必要がある。また、機械的に開けた貫通孔の内面は表面荒れが大きく、水分や不純物が付着しているため、表面荒れを小さくし、水分や不純物を除去するために、貫通孔の内面の研磨工程、洗浄工程、脱水、加熱工程を入念に行なわなければならぬ。また、貫通孔内にコア母材、あるいはガラスロッドを挿入した後に、貫通孔と当該コア母材、あるいは貫通孔とガラスロッドの間の隙間を無くして中実な光ファイバ母材にするために高温で加熱する融着工程を行なわなければならぬ。特にパンダファイバはファイバを小さな曲げ半径で曲げた場合に貫通孔内の表面荒れが大きな散乱損失を招くため、貫通孔を機械的に開けた後にその貫通孔の内面の研磨工程、洗浄工程、脱水、加熱工程を念入りに且つ徹底的に行なわなければならぬ。そして、応力付与部を形成するためのガラスロッドを挿入後に貫通孔と該ガラスロッドとの隙間を無くして中実な母材にするためにさらに高温に加熱する融着工程を行なわなければならぬ。これらの複数の工程には多大な設備とコストがかかる。また、光損失要因を附加させないようにするための貫通孔の内面の研磨工程、洗浄工程、脱水工程、融着工程に多大の時間を要する。このようにしても上記洗浄工程でのOH基の光ファイバ母材中の残留が大きな損失増加の問題になっている。

【0015】

その次に問題になるのは、各工程中に光損失要因（貫通孔の内面の荒れによる散乱損失の誘因、貫通孔の内面への貫通孔形成工程中に不純物の付着による吸収損失の誘因、コアロッド外周や応力付与部外周への不純物の付着による吸収損失の誘因など）が存在するため、光ファイバにした段階で光損失が増大することである。更に問題なことは、前述したように、50cm以上の長尺の母材にドリルや超音波により貫通孔を開けるには母材の上面あるいは下面をフラットになるように切断、研磨しなければならぬ。しかも、上面あるいは下面をフラットにしてもその上面側あるいは下面側からドリルや超音波で高い真直度及び真円度、良好な表面平滑度、高い寸法精度の貫通孔を開けることは容易ではないことである。孔開けを行った後で、貫通孔の内面を研磨剤を用いた研磨や化学的なエッティング、脱OH基処理などをすることで該貫通孔の寸法精度を高めたり内面の荒れを小さくしたり、損失要因の除去などすることも行われているが、孔径の小さな内面の研磨は極めて難しく、またエッティングでも良好な内面を実現することは難しく、低損失化は難しく、しかもこのような作業も非常に手間がかかる。要するに、長尺の光ファイバ母材の長手方向に高寸法精度で面荒れが小さく、真直度及び真円度の良い貫通孔を開けることは難しく、結果的に低散乱・低吸収損失で長尺の光ファイバを製造するのが難しい。

【0016】

この他、上記VAD法で製造した空孔アシストファイバ、フォトニック結晶型ファイバ、マルチコアファイバ、パンダファイバの各光ファイバ母材のコア径、応力付与部の外径、およびそれらの長手方向の形状を精度良く制御することが難しいといった問題点もある。このように従来の空孔アシストファイバ、フォトニック結晶型ファイバ、マルチコアフ

10

20

30

40

50

アイバ、パンダファイバの各光ファイバ母材には散乱損失、表面粗さ、寸法精度の点で多くの課題があった。また、生産性が極めて低い製造方法であるため、製造した光ファイバの価格が非常に高価になっていた。さらに、外径、コア径、および外径とコア径の比、それぞれのコア間隔、空孔径、空孔間隔、応力付与部の位置、それらの間隔などの光ファイバにとって重要な構造パラメータを高寸法精度に制御することが難しく、再現性も低かった。また、長尺な上記各光ファイバ母材を製造することは難しかった。

【0017】

そこで、本発明の目的は、多孔質ガラス母材を透明ガラス化することにより得られる光ファイバ用透明ガラス母材に含有されるOH基を効率よく取り除くこと、及び、ファイバの比屈折率差をさらに大きくすることである。

10

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明は、上記目的を達成するために成されたものであり、従来法では製造が困難な貫通孔を多孔質ガラス母材に意図的に設けて、その貫通孔を利用して該多孔質ガラス母材中のOH基や不純物を効率よく取り除いた透明ガラス母材を実現したものである。これにより、ファイバの比屈折率差をさらに大きくして開口数を大きくすることができるため、従来法では得られない曲げ損失の低くて小さい曲げ半径で曲げることができ、さらにコアへの光の閉じ込めの良いファイバを実現することができる。

【0019】

具体的には、本発明の第1形態に係る光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法は、長手方向に延びる貫通孔を有する多孔質ガラス母材を、

20

ヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを前記貫通孔に流しながら高温加熱することにより前記多孔質ガラス母材を透明ガラス化して光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法である。

【0020】

また、本発明の第2形態に係る光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法は、金属ロッドを容器内に配置し、

硬化性樹脂とSiO₂粒子を含むクラッド層用混合液と、該混合液を自己硬化反応により固化させるための硬化剤とを前記容器内に注入し、

前記クラッド層用混合液が固化した後、その固化体から前記容器及び前記金属ロッドを脱離して貫通孔を有する多孔質ガラス母材を形成し、

30

ヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを前記貫通孔に流しながら高温加熱することにより前記多孔質ガラス母材を透明ガラス化して光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法である。

【0021】

第2形態の製造方法においては、前記高温加熱により前記多孔質ガラス母材が80%~90%に収縮して透明ガラス化するように、前記クラッド層用混合液において硬化性樹脂とSiO₂粒子が配合されていることが好ましい。

【0022】

また、第1形態及び第2形態のいずれの方法においても、高温電気炉内に前記多孔質ガラス母材を一定の速度で移動させることにより前記高温加熱するようにすると良い。

40

【0023】

この場合、前記貫通孔が、多孔質ガラス母材の中心に位置するコア用孔と、その周りに位置する前記コア用孔よりも径が小さい複数の細孔から構成されていると良い。

【0024】

また、前記多孔質ガラス母材の一端部に、あるいは両端部に前記貫通孔を囲むように石英ガラス管を取付け、該石英ガラス管を通して前記貫通孔に前記混合ガスを流すようになると、前記貫通孔に混合ガスを確実に流すことができる。

【0025】

また、高温電気炉内に耐熱性保護管を配置し、該保護管内を塩素ガス雰囲気とした状態

50

で、前記多孔質母材を高温加熱することも良い方法である。

【0026】

さらに、高温加熱するときに前記多孔質ガラス母材の貫通孔に流す混合ガスの流量を制御することが好ましい。

【0027】

また、前記多孔質ガラス母材が複数の貫通孔を有する場合は、高温加熱の際に、複数の貫通孔の一部に多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有するガラスロッドを挿入し、残りの貫通孔にヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを一定流量で流すと良い。

【0028】

さらにまた、前記多孔質ガラス母材が、前記多孔質ガラス母材の中心に位置する貫通孔と、その両側に位置する2個の貫通孔と、その他の多孔質ガラス母材内に位置する貫通孔を有する場合は、高温加熱の際に、前記中心の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有するガラスロッドを挿入すると共に該ガラスロッドの両側の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも低い屈折率を有する、Bを添加したSiO₂ガラスロッドを挿入し、その他の貫通孔の一方から他方に向けてヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを流すようにすると良い。

【0029】

本発明に係る光ファイバ用透明ガラス母材は、上記したいずれかの製造方法で製造された光ファイバ用透明ガラス母材である。

【0030】

この場合、光ファイバ用透明ガラス母材は複数の貫通孔を有し、該貫通孔の一部には光信号が伝搬するコアガラスが挿入されていると良い。

【0031】

さらに、前記コアガラスの外周にはFを添加したSiO₂ガラス層が設けられていることが好ましい。

【0032】

さらにまた、前記Fを添加したSiO₂ガラス層の外周の大部分が空隙で覆われるように、該Fを添加したSiO₂ガラス層が前記貫通孔の内面と少なくとも3箇所で接する構造を有することが好ましい。

【0033】

本発明は、外形が円形や多角形等の様々な形状のファイバ用透明ガラス母材、貫通孔の断面形状が円形あるいは多角形であるファイバ用透明ガラス母材等、様々なファイバ用透明ガラス母材に適用可能である。

【発明の効果】

【0034】

本発明は、長手方向に延びる貫通孔を有する多孔質ガラス母材を、ヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを前記貫通孔に流しながら高温加熱することにより前記多孔質ガラス母材を焼結し、透明ガラス化して光ファイバ用透明ガラス母材を製造する方法である。

【0035】

従来は、多孔質ガラス母材が貫通孔を有していないため、多孔質ガラス母材の外周にヘリウムガスと塩素ガスを流して該多孔質ガラス母材中の水分、不純物を除去する方法が用いられていたが、この方法では、ヘリウムガスと塩素ガスが外周側から多孔質ガラス母材に入った後、再び多孔質ガラス母材の外周側に出て行く際に多孔質ガラス母材中の水分、不純物が排出されるため、水分、不純物を十分に除去することができなかった。

【0036】

これに対して本発明の製造方法では、貫通孔内に上記混合ガスを流して該貫通孔内を陽圧にし、貫通孔から多孔質ガラス母材の外周側に向かって混合ガスを流すことにより、該多孔質ガラス内の水分、不純物を拡散、放出させることができるので、容易に水分、不純物を除去することができる。このため、低OH基、高純度な光ファイバ用透明ガラス母材を製造することができる。

10

20

30

40

50

【0037】

この場合、金属ロッドを容器内に配置し、硬化性樹脂と SiO_2 粒子を含むクラッド層用混合液と、該混合液を自己硬化反応により固化させるための硬化剤とを前記容器内に注入し、前記クラッド層用混合液が固化した後、その固化体から前記容器及び前記金属ロッドを脱離して貫通孔を有する多孔質ガラス母材を形成すれば、ドリルや超音波による機械的な切削工程や研磨工程を経ずに多孔質ガラス母材を形成することができる。このため、多孔質ガラス母材に対する外部からの損失要因の混入を少なく抑えることができる。

【0038】

また、高い真円度で、且つ鏡面研磨された、長手方向に少なくとも 50 cm 以上 (1000 cm でも実現可能) の長さを有する金属ロッドを、フラットな下面を有する上蓋、及びフラットな上面を有する下蓋を備えた、密閉できる構造の容器内の中心に両端で引っ張った状態で真っ直ぐ配置することにより、高い真円度の貫通孔を形成することができる。このとき、容器、金属ロッドの機械精度を高めることにより、多孔質ガラス母材、貫通孔を高寸法精度に製造することができる。

【0039】

上記方法では、前記容器の形状を変えるだけで、多孔質ガラス母材の外形形状を円形、多角形等の任意の形状にすることができるため、光ファイバ用ガラス母材の外形形状を円形、四角形、あるいは多角形といった所望の形状に容易にすることができます。このため、光通信用、医療用、加工用など種々の用途に利用することができ、性能的には高開口数 (NA) 特性、大容量伝送、低曲げ損失特性などの従来は存在しなかったような、複数の優れた特性を持った光ファイバ用母材を実現することができる。

【0040】

さらに、上記方法では、容器内に配置する金属ロッドの形状を変えるだけで、前記貫通孔の形状を円形、あるいは多角形等の所望の形状にすることができます。前記貫通孔の形状が円形、あるいは正方形、六角形などの多角形の場合には形状寸法が高寸法精度でその表面粗さの小さく、真円度、真直度の優れた金属棒が容易に入手でき、それを用いることにより、高寸法精度の貫通孔を持った多孔質母材を実現することができる。さらにまた、前記貫通孔を、多孔質ガラス母材の中心に位置するコア用孔と、その周りに位置する前記コア用孔よりも径が小さい複数の細孔から構成することもできる。

【0041】

また、上記容器のサイズ (円形容器の場合はその内径及び長さ (高さ)) を大きくしておくことにより、大口径、長尺 (少なくとも長手方向に 50 cm 以上) の多孔質ガラス母材を容易に製造することができ、これにより長尺の光ファイバを得ることができる。

【0042】

さらに、金属ロッドの外周にクラッド層用混合液が液体の状態で接して固化することにより SiO_2 クラッド層が形成されるので、該金属ロッドの外周面と前記 SiO_2 クラッド層が密着し、且つ、該金属ロッドの外周に均一な成分の SiO_2 クラッド層を分厚く形成することができる。ここで、上記金属ロッドとして、その外周面が鏡面研磨されることによりその表面粗さが 0.2 μm 以下、好ましくは 0.01 μm から 0.03 μm で、かつ高真直度 (0.1mm/1000mm)、高真円度 (0.05mm/1000mm) の、少なくとも 50 cm 以上の長さのステンレス製のロッドを用いれば、容器内に該ロッドをその両端で引っ張った状態で真っ直ぐ配置してクラッド層用混合液と硬化剤を前記容器内に注入し、前記クラッド層用混合液が自己硬化反応により固化したときに貫通孔 (空孔) の内面の表面粗さを長手方向に少なくとも 3 μm 以下にすることと共に真直度と真円度の両方を優れたものとすることができます。また、容器についても、内面が鏡面研磨されて表面粗さが 0.2 μm 以下、好ましくは 0.01 μm から 0.03 μm のステンレス製の長尺 (少なくとも 50 cm 以上) の容器を用いることによって、 SiO_2 クラッド層の外周面の表面粗さを 3 μm 以下の極めて滑らかな状態にすることができます。

【0043】

なお、従来は透明ガラス化した多孔質ガラス母材中に機械的に貫通孔を開け、その後に

10

20

30

40

50

貫通孔の内面を研磨剤を用いた研磨や化学的なエッティング、脱OH基処理などを行なっていた。この方法ではガラス化した母材中の脱OH基化、高純度化はきわめて難しく、1.3μm帯、1.55μm帯での光ファイバの損失を低く抑えることができないのが実状であるが、上記した方法で得られた多孔質ガラス母材を用いれば、これらの問題を解決することができる。

【0044】

また、前記高温加熱により前記多孔質ガラス母材が80%～90%に収縮して透明ガラス化するように、前記クラッド層用混合液において硬化性樹脂とSiO₂粒子を配合すると、収縮率が小さいため、焼結の際に多孔質ガラス母材にクラックや割れの発生を少なくすることができる。さらに、前記多孔質ガラス母材の貫通孔（空孔）の一部に多孔質ガラス母材の透明ガラス化によって収縮した後の空孔の内径を考慮に入れた外径の透明ガラスロッドを挿入して焼結すれば、光ファイバ用透明ガラス母材の空孔内に前記透明ガラスロッドを密着性良く、かつ均一に一体化させることができる。

10

【0045】

前記多孔質ガラス母材を高温電気炉内に一定の速度で移動させながら高温加熱すると、多孔質ガラス母材の貫通孔内に混合ガスを一定の速度で流し込ませることができるために、多孔質ガラス母材の透明ガラス化を一様に進行させることができる。

【0046】

また、前記高温電気炉内に耐熱性保護管を配置し、該保護管内を塩素ガス雰囲気とした状態で多孔質ガラス母材を高温加熱して焼結を行えば、多孔質ガラス母材の外周が耐熱性保護管と塩素ガスで保護されるので、内外共に不純物のきわめて少ない光ファイバ用透明ガラス母材を製造することができる。ここで、耐熱性保護管としてはグラッシャーカーボン管、アルミナ管、石英ガラス管などを用いることができる。

20

【0047】

また、多孔質ガラス母材の一端部、あるいは両端部に、貫通孔を取り囲むように石英ガラス管を取付け、該石英ガラス管を通して貫通孔内にヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを流入させるようにすれば、前記混合ガスを確実に貫通孔内に案内して流すことができるため、多孔質ガラス母材内に含まれている水分、不純物を効率よく拡散・放出させることができる。しかも上記石英ガラス管は線引き工程で光ファイバ用透明ガラス母材を高温電気炉内に挿入する際の該母材の保持管として、また線引きする際の誘導管として利用することができる。

30

【0048】

また、高温加熱するときに前記多孔質ガラス母材の貫通孔に流す混合ガスの流量を制御するようにすると、多孔質ガラスの焼結の際に該貫通孔の内径を長さ方向に均一に保つことができ、また該貫通孔の真円度、真直度も均一に保持することができる。また、その結果、母材の外径も均一に保持される。

【0049】

前記多孔質ガラス母材が複数の貫通孔を有し、前記高温加熱の際に、前記複数の貫通孔の一部に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有するガラスロッドを挿入し、残りの貫通孔にヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを一定流量で流すことにより、貫通孔内に密着性良くガラスロッドを融着して光ファイバ用透明ガラス母材を製造することができる。この場合、多孔質ガラス母材の焼結による収縮率を考慮した直径を有するガラスロッドを貫通孔に挿入するようにすると、より一層に密着性良く貫通孔内にガラスロッドを融着することができる。上記石英ガラスよりも屈折率の高いガラスロッドとしては、GeO₂あるいはP₂O₅、TiO₂などの屈折率を高める添加物を少なくとも一種添加したSiO₂ガラスロッドを用いる。

40

【0050】

前記多孔質ガラス母材が、前記多孔質ガラス母材の中心に位置する貫通孔と、その両側に位置する2個の貫通孔と、その他の多孔質ガラス母材内に位置する貫通孔を有し、高温加熱の際に、前記中心の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも高い屈折率を有す

50

るガラスロッドを挿入すると共に該ガラスロッドの両側の貫通孔に前記多孔質ガラス母材の屈折率よりも低い屈折率を有する、Bを添加したSiO₂ガラスロッドを挿入し、その他の貫通孔の一方から他方に向けてヘリウムガスと塩素ガスの混合ガスを流すようにすると、高寸法精度、低散乱損失、低曲げ損失のパンダファイバ用母材を製造することができる。

【0051】

この他、本発明の製造方法によれば、高NA、低曲げ損失の、貫通孔を有する特徴ある空孔アシストファイバ、マルチコアファイバ、パンダファイバ、フォトニック結晶型ファイバ、フォトニック結晶型ファイバを得ることができる。

【0052】

本発明に係る光ファイバ用透明ガラス母材は、上記した製造方法により製造されたものであるため、上述したような優れた特性を有するものとすることができる。

【0053】

前記光ファイバ用透明ガラス母材が複数の貫通孔を有し、該貫通孔の一部に光信号が伝搬するコアガラスを挿入することにより、光通信用、医療用、加工用、照明用、光ガイド用など種々の用途に利用可能な光ファイバ用透明ガラス母材となり、性能的には高NA特性、大容量伝送、低曲げ損失特性などの従来には存在しなかった複数の優れた特性を持った光ファイバ用透明ガラス母材となる。

【0054】

前記コアガラスの外周にFを添加したSiO₂ガラス層を設けると、一層、高NA特性の光ファイバ用透明ガラス母材とことができ、さらに、Fを添加したSiO₂ガラス層の外周の大部分が空隙で覆われるように、該Fを添加したSiO₂ガラス層が前記貫通孔の内面と少なくとも3箇所で接する構造を採用すれば、より一層の高NAの光ファイバ用透明ガラス母材を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【0055】

【図1A】本発明の第1実施例に係る空孔アシストファイバ用多孔質母材の左側面図(a)、正面図(b)、右側面図(c)。

【図1B】本発明の第1実施例に係る空孔アシスト用光ファイバ用透明ガラス母材の左側面図(a)、正面図(b)、右側面図(c)。

【図2】金属容器及び金属ロッドを用いた型抜きにより多孔質母材を製造する方法を説明するための図であり、金属容器内に金属ロッドを配置した正面図(a)、A-A断面図(b)。

【図3】多孔質母材の一端に石英ガラス管が融着接続されている状態を示す図(a)、透明ガラス母材の一端に石英ガラス管が融着接続されている状態を示す図(b)。

【図4】多孔質母材を透明ガラス化する工程の説明図。

【図5】本発明の第2実施例に係る空孔アシストファイバ用透明ガラス母材の左側面図(a)、正面図(b)、右側面図(c)。

【図6】本発明の第3実施例に係るマルチコアファイバ用多孔質母材の断面図(a)及びこの多孔質母材にコアガラスロッドを挿入した状態で焼結して得たマルチコアファイバ用透明ガラス母材の断面図(b)。

【図7】本発明の第4実施例に係るマルチコアファイバ用多孔質母材の断面図(a)及びこの多孔質母材にコアガラスロッドを挿入した状態で焼結して得た高NAマルチコアファイバ用透明ガラス母材の断面図(b)。

【図8】本発明の第5実施例に係るパンダファイバ用多孔質母材の断面図(a)及びこの多孔質母材にガラスロッドを挿入した状態で焼結して得たパンダファイバ用透明ガラス母材の断面図(b)。

【図9】本発明の第6実施例に係る高NA用空孔アシストファイバ用透明ガラス母材の断面図。

【図10】本発明の第7実施例に係る高NA用空孔アシストファイバ用透明ガラス母材の

10

20

30

40

50

断面図。

【図11】本発明の第8実施例に係る高NA用マルチコアファイバ用透明ガラス母材の断面図。

【図12】本発明の第9実施例に係る超高NA用空孔アシストファイバ用透明ガラス母材の断面図。

【図13】本発明の透明ガラス化した光ファイバ母材の他の例を示す図であり、(a)は空孔アシストファイバ用透明ガラス母材、(b)はマルチコアファイバ用透明ガラス母材、(c)はパンダファイバ用透明ガラス母材、(d)はフォトニック結晶ファイバ用透明ガラス母材、(e)はマルチコアファイバ用透明ガラス母材、(f)は超高NA用空孔アシストファイバ用透明ガラス母材の断面図。

【図14】本発明の第10実施例に係る石英ガラス管を取り付けた状態の多孔質母材の断面図。

【図15】本発明の第11実施例に係る石英ガラス管を取り付けた状態の多孔質母材の断面図。

【図16】本発明の第12実施例に係る多孔質母材に石英ガラス管を融着接続する装置を示す図。

【図17】本発明の第13実施例に係る多孔質母材を透明ガラス化する方法を示す図。

【図18】本発明の第14実施例に係る多孔質母材を透明ガラス化する方法を示す図。

【図19】本発明の第15実施例に係る多孔質母材を透明ガラス化する方法を示す図。

【図20】本発明の第16実施例に係る透明ガラス母材を線引きする方法を示す図。

【図21】従来の光ファイバ母材の断面図を示し、(a)は空孔アシストファイバ用透明ガラス母材、(b)はフォトニック結晶ファイバ用透明ガラス母材、(c)はマルチコアファイバ用透明ガラス母材、(d)はパンダファイバ用透明ガラス母材の断面図。

【図22】従来の光ファイバ用多孔質母材の正面図(a)及び断面図(b)。

【図23】従来の多孔質母材を透明ガラス化する方法の説明図。

【図24】従来の光ファイバ用透明ガラス母材の正面図(a)及び断面図(b)。本発明の多孔質母材を透明ガラス化する方法の実施例。

【図25】従来の透明ガラス母材に貫通孔(空孔)を形成する工程を示す図。

【発明を実施するための形態】

【0056】

以下、本発明のいくつかの実施例を図面を参照して説明する。

【実施例1】

【0057】

本発明を空孔アシストファイバ用の多孔質母材及び透明ガラス母材に適用した第1実施例について説明する。図1Aは本実施例に係る多孔質母材50の構成を、図1Bは透明ガラス母材60の構成を示す。透明ガラス母材60は、多孔質母材50を焼結して透明ガラス化して得られたものである。各図の(a)は左側面図、(b)は正面図、(c)は右側面図である。

多孔質母材50及び透明ガラス母材60は、いずれも SiO_2 で構成されたクラッド1、クラッド1内の中心に設けられたコアガラス挿入用の空孔2、クラッド1の等価屈折率を低下させるために該空孔2の周りに設けられた空孔3及び空孔4を有している。多孔質母材50及び透明ガラス母材60の両端面5及び6はいずれもフラットな面であり、一端面から他端面までの断面形状が同一の構造を有している。

【0058】

図2に示すように、多孔質母材50は、長尺な金属容器及び長尺な金属ロッドを用いた型抜きにより製造される。金属容器11は、内径 D_0 が152mm、長さ L_0 が60cmのステンレス製の円筒状容器であり、上面及び下面にはそれぞれ取り外し可能な上蓋及び下蓋(いずれも図示せず)が装着されている。金属容器11は、中から多孔質母材50を取り出せるように半割構造になっている。金属容器11の内面、上蓋の下面及び下蓋の上面は、いずれも表面粗さが0.01μm~0.03μm程度となるように鏡面研磨されて

10

20

30

40

50

いる。また、金属容器 11 の内径公差は +0.08 / -0.010 mm である。

【0059】

金属ロッドは、空孔 2 を形成するための 1 本の金属ロッド 12、空孔 3 を形成するための 8 本の金属ロッド 13、空孔 4 を形成するための 8 本の金属ロッド 14 から成る。いずれも長さが約 1000 mm であり、それぞれ空孔の内径寸法に対応する外径寸法を有している。金属ロッド 12 ~ 14 は、その表面粗さが 0.01 μm から 0.03 μm 程度となるように外周表面が鏡面研磨されている。また、金属ロッド 12 ~ 14 は、真直度が 0.06 / 1000 mm、外径公差が +0 / -0.00 mm、真円度が 5 μm / 2000 mm であり、外径の寸法精度、表面粗さ、真直度、真円度の優れた金属ロッドから成る。なお、多孔質母材 50 の空孔 2 ~ 4 が断面円形状であるため、断面円形状の金属ロッドを用いたが、空孔 2 ~ 4 の断面形状は多角形（正方形、六角形等）でも良く、この場合は、金属ロッドの断面形状も多角形（正方形、六角形等）にする。

【0060】

多孔質母材 50 は以下の方法により製造する。

まず、金属容器 11 の内部に上記金属ロッド 12、13、14 をそれぞれ所定の位置に配置する。金属ロッド 12 ~ 14 は、金属容器 11 の両端で引っ張り真っ直ぐした状態で配置する。これにより金属ロッド 12 ~ 14 の真直度が一層良くなる。

【0061】

続いて、金属容器 11 内に硬化性樹脂を含んだ石英ガラス溶液と硬化剤の混合液 16 を注入する。

本実施例では、石英ガラス溶液として、粒径が 2 μm 以下（好ましくは 1 μm 以下）のシリカ粉末を分散剤（テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液）と蒸留水の混合液に入れたものを用いた。硬化性樹脂には液体樹脂であるデナコール EX 512（ナガセケムテックス株式会社）を用いた。硬化剤にはトリエチレンテトラミンを用いた。硬化性樹脂を含んだ石英ガラス溶液の配合比（重量%）は、シリカ粉末 87%、蒸留水 21.2%、分散剤 2.7%、硬化性樹脂 10.1% とした。シリカ粉末の配合量を多くすることにより、焼結時の割れやクラックを無くし、収縮率を小さくする（つまり、収縮量を小さく抑える）ことができる。なお、収縮量を小さく抑えるために、シリカ粉末の配合量を 90% 程度まで増やすことができる。

【0062】

次に、石英ガラス溶液が自己硬化反応により固化した後、固化体から上記金属ロッド 12 ~ 14 および金型容器 11 を脱離し、乾燥させる。これにより、空孔 2 ~ 4 を有する多孔質母材 50 が得られる。このようにして得られた多孔質母材 50 は、その上面と下面がフラットな面で、且つ上面、下面並びに外周面の表面粗さが小さい平滑な母材となる。また、空孔 2 ~ 4 の内面の表面粗さも小さく、且つ真直度および真円度の優れた母材となる。

【0063】

上記方法により得られた多孔質母材 50 は、次の方法により焼結して透明カラス化される。

まず、図 3 (a) に示すように、多孔質母材 50 の上端に石英ガラス管 21 の下端を融着接続する。石英ガラス管 21 の内径は多孔質母材 50 の外径とほぼ同じであり、その内部には細径の石英ガラス管 23 が取り付けられている。石英ガラス管 23 は、石英ガラス管 21 の上端に固定されており、石英ガラス管 23 の下端は石英ガラス管 21 の下端よりもやや上に位置している。従って、石英ガラス管 21 を多孔質母材 50 に融着接続したとき、石英ガラス管 23 の下端部は多孔質母材 50 の上端部から離間するようになっている。

【0064】

続いて、図 4 に示すように、保護管 25（グラッシャーカーボン管、あるいはアルミナ炉心管、石英ガラス管）を高温電気炉 26 で温度 1600 ~ 1750 に加熱し、その保護管 25 内に、石英ガラス管 21 及び 23 と共に多孔質母材 50 を、上から下に向かって

10

20

30

40

50

所定の速度（50 mm/h ~ 120 mm/h の範囲から選択した値に設定する。）で挿入し、焼結を行う。石英ガラス管21は多孔質母材50の挿入のガイド管として利用することができる。

多孔質母材50を挿入する際、細径の石英ガラス管23内にHeガスと塩素ガスの混合ガス（塩素ガス分圧は0.03 mmHg ~ 60 mmHg の範囲から選択した値に設定）を流す。この結果、混合ガスは、多孔質母材50の空孔2~4内を通って保護管25内に入り、保護管25の出口27から排出される。また、保護管25内には、入口28から不活性ガス（好ましくはHeガス、総流量5 L/min ~ 8 L/min）を導入する。保護管25内に導入された不活性ガスは、多孔質母材50の周りを通り、保護管25の出口27から矢印F5で示すように排出される。図4において、混合ガスの流れを矢印F1~F3で示し、不活性ガスの流れを矢印F4~F5で示す。

【0065】

これにより、多孔質母材50の内部には混合ガスが流通し、外周は不活性ガス（Heガス）で覆われた状態で焼結が行われる。そのため、多孔質母材50内のOH基、不純物の拡散速度が上がり、これらOH基及び不純物が混合ガスと共に多孔質母材50の内部から外周に向かって移動し、不活性ガス中に排出される。この結果、多孔質母材50が焼結され、透明ガラス化されることにより得られた透明ガラス母材60からはOH基や不純物が除去される。

【0066】

本実施例では、外径が25 mm、長さが540 mmの多孔質母材50を、挿入速度を90 mm/h、高温電気炉26の温度を1650、高温電気炉26内に入れる総Heガス流量を5 L/min、多孔質母材50内に入れるHeガスと塩素ガスの混合ガスの塩素分圧を40 mmHgとして焼結を行ったところ、多孔質母材50の約82%に収縮した透明ガラス母材60が得られた。また、透明ガラス母材60の空孔2~4の真直度は0.1/500 mm未満、真円度は1.6 μm/500 mm未満であった。

【0067】

一方、高温電気炉26の温度を1600とした場合、焼結した母材の一部分に透明ガラス化が不十分のところが生じた。また塩素ガス分圧が0.2 mmHg以下の場合、得られた母材のOH基による吸収損失が増大した。また、入口28から矢印F3で示す方向に流したHeガスの流量が2 L/min以下では、母材の中心付近に不透明な部分が生じた。このような現象は、母材の外周の温度が高くなり、中心付近よりも先に焼結が進んだためと考えられる。

【0068】

このように、本実施例では、空孔2~4の真直度、真円度の優れた透明ガラス母材60を得ることができる。また、CH基やOH基等、不純物の少ない透明ガラス母材60を得ることができる。

【0069】

なお、本実施例では、保護管25内に挿入した多孔質母材50を上から下に向かって移動させながら焼結したが、多孔質母材50を保護管25内の最下部まで引き下げておき、下から上に向かって移動させながら焼結を行なっても良い。このように焼結を行なうと、石英ガラス管21と多孔質母材50の融着部付近から熱効率良く焼結が進行して透明ガラス化を容易に行なうことができる。また、多孔質母材50中に含有している不純物や水分が多孔質母材50の外部に拡散放出された後、再び母材内に入り込みにくいという点でも好ましい。

【実施例2】

【0070】

図5は本発明の第2実施例に係る空孔アシストファイバ用の透明ガラス化母材を示す。この透明ガラス化母材61は、図1Aに示す多孔質母材50の空孔2内にコアガラスロッド7を挿入した状態で焼結して透明ガラス化して得られたものである。コアガラスロッド7は、SiO₂にGeO₂を約20モル%添加したガラスから成る。

10

20

30

40

50

【0071】

第1実施例に示したように、焼結により多孔質母材50は約82%に収縮して透明ガラス母材60となる。そこで、コアガラスロッド7は、約82%に収縮した後の空孔2の内径にほぼ近い外径のものを挿入しておく。従って、空孔2内にコアガラスロッド7がわずかに隙間を持って挿入されるが、多孔質母材50に石英ガラス管21を融着する際に、その部分において多孔質母材50を収縮させ、上記母材の融着部にコアガラスロッドを密着固定することができる。これにより、保護管25内に多孔質母材50を挿入する際に空孔2からコアガラスロッド7が抜け落ちることがない。

【実施例3】

【0072】

10

図6の(a)及び(b)に本発明の第3実施例に係るマルチコアファイバ用の多孔質母材及び透明ガラス母材の左側面図を示す。この多孔質母材52は、 SiO_2 で構成されたクラッド2内にコアガラス層入用の7個の空孔2-1~2-7を有している。この多孔質母材52も、空孔アシストファイバ用の多孔質母材50と同様、金属容器及び金属ロッドを用いた型抜きにより形成されている。

【0073】

透明ガラス母材62は、上記多孔質母材52の7個の空孔2-1~2-7それぞれに、コアガラスロッド7-1~7-7を挿入した状態で焼結して透明ガラス化することにより得られたものである。コアガラスロッドは、 SiO_2 に GeO_2 を約20モル%添加したガラスから成る。本実施例においても、空孔の内径の約82%に相当する外径のコアガラスロッドを用いている。

20

【実施例4】

【0074】

図7の(a)及び(b)に本発明の第4実施例に係るマルチコアファイバ用の多孔質母材53及び透明ガラス母材63を示す。この多孔質母材53は、 SiO_2 クラッド1の中にコア挿入用の空孔2-1~2-7と、それら空孔2-1~2-7の周りに設けられた複数の細孔8を有している。この多孔質母材53も、空孔アシストファイバ用の多孔質母材50と同様、金属容器及び金属ロッドを用いた型抜きにより形成されている。

【0075】

透明ガラス母材63は、上記多孔質母材53の7個の空孔2-1~2-7それぞれに、コアガラスロッド7-1~7-7を挿入した状態で焼結して透明ガラス化することにより得られたものである。本実施例においても、コアガラスロッドは、 SiO_2 に GeO_2 を約20モル%添加したガラスから成り、空孔の内径の約82%に相当する外径を有するものが用いられている。

30

【0076】

細孔8は、クラッド1の等価屈折率を下げるために設けられており、空孔2-1~2-7と接しない範囲で該空孔の近傍に設けることによって、コア内に光信号をより強く閉じ込めて伝送させることができる。このように本実施例においても、多孔質母材53を製造する段階で複数の空孔及び細孔を容易に設けることができる。

【実施例5】

40

【0077】

図8の(a)及び(b)に本発明の第5実施例に係る高NA化を図ったパンダファイバ用の多孔質母材54及び透明ガラス母材64を示す。多孔質母材54は、 SiO_2 クラッド1の中心に設けられたコアガラスロッド挿入用の空孔2と、その両側に設けられた空孔2-1及び空孔2-2と、周縁部に設けられた複数の細孔8を有している。細孔8は、クラッド1の等価屈折率を下げるために設けられている。これにより、はじめて高NAパンダファイバを実現することができ、小さな曲げ半径で曲げても損失増加の低いファイバを得ることができる。

【0078】

透明ガラス母材64は、上記多孔質母材54の空孔2にコアガラスロッド7を、空孔2

50

- 1 及び空孔 2 - 2 にガラスロッド 7 - 1 及び 7 - 2 を挿入した状態で焼結して透明ガラス化することにより得られたものである。コアガラスロッド 7 は、SiO₂ に GeO₂ を約 20 モル% 添加したガラスから成り、空孔 2 の内径の約 8.2% に相当する外径を有するものが用いられている。また、ガラスロッド 7 - 1 及び 7 - 2 は、B (ホウ素) を添加した SiO₂ ガラスから成り、空孔 2 - 1 及び空孔 2 - 2 の内径の約 8.2% に相当する外径を有するものが用いられている。

【実施例 6】

【0079】

図 9 に本発明の第 6 実施例に係る超高 NA 化を目指した空孔アシストファイバ用透明ガラス母材 6.5 を示す。実施例 1 と同様、この透明ガラス母材 6.5 は多孔質ガラス母材 (図示せず) を焼結により透明ガラス化したもので、外形が円形状の SiO₂ クラッド 1 と、その中に設けられた断面矩形状の貫通孔 3.1 と、該貫通孔 3.1 に配置された断面円形状のコア 3.2 と、該コア 3.1 の外周を覆う F を添加した SiO₂ 層 3.3 とから構成されている。F を添加した SiO₂ 層 3.3 は、その外周が上記貫通孔 3.1 の内周面と 4箇所で接するように配置されており、この結果、F を添加した SiO₂ 層 3.3 と SiO₂ クラッド 1 の間に空隙が存在する。また、貫通孔 3.1 の周囲のクラッド 1 内には、クラッド 2 の等価屈折率を下げるための複数の空孔 3 が設けられており、これにより超高 NA 空孔アシストファイバを低コストで、かつ空孔 3 の形成に伴う不要な損失増加を伴わないで実現することができる。なお、従来方法では空孔 3 を形成した空孔アシストファイバを得るには、透明ガラス母材を得た後にドリルなどで機械的に空孔を形成するので、どうしても不要な損失増加を大きく伴う。このため、空孔をたくさん設けることはファイバの散乱損失等の損失を大きくするので、実現することは難しかった。

【0080】

本実施例の透明ガラス母材 6.5 から形成された光ファイバでは、コア 3.2 の外周が F を添加した SiO₂ 層 1.0 で覆われているため、光信号をコア 3.2 に閉じこめ、さらに F を添加した SiO₂ 層 1.0 の外周と SiO₂ クラッド 1 の間を空隙が存在することによって光信号をコア 7 内により一層強く閉じ込めることができる。また、クラッド 2 内には、空孔 3 を設けてクラッド 1 の等価屈折率を下げるため、光ファイバのコア 7 内への光信号を強く閉じ込めることができる。さらに、SiO₂ クラッド 1 内に空孔や空隙が存在するため、ファイバを小さな曲げ半径で曲げても損失の増加を抑えることができ、曲げにきわめて強いファイバを実現することができる。

【実施例 7】

【0081】

図 10 に本発明の第 7 実施例に係る超高 NA 化を目指した別の空孔アシストファイバ用透明ガラス母材 6.6 を示す。第 6 実施例と同様、この透明ガラス母材 6.6 の多孔質ガラス母材を焼結により透明ガラス化したもので、外形が円形状の SiO₂ クラッド 1 と、その中に設けられた断面形状が円形の貫通孔 3.1 と、該貫通孔 3.1 に配置された高屈折率の矩形状のコア 3.2 と、該コア 3.2 の外周を覆う F を添加した SiO₂ 層 3.3 とから構成されている。F を添加した SiO₂ 層 3.3 は、その外周が上記貫通孔 3.1 の内周面と 4箇所で接するように配置されており、この結果、F を添加した SiO₂ 層 3.3 と SiO₂ クラッド 1 の間に空隙が存在する。また、貫通孔 3.1 の周囲のクラッド 1 内には、クラッド 2 の等価屈折率を下げるための複数の空孔 3 が設けられている。

【0082】

本実施例の透明ガラス母材 6.6 から形成された光ファイバでは、コア 3.2 の外周が F を添加した SiO₂ 層 1.0 で覆われているため、光信号をコア 3.2 に閉じこめ、さらに F を添加した SiO₂ 層 1.0 の外周と SiO₂ クラッド 1 の間を空隙が存在することによって光信号をコア 7 内により一層強く閉じ込めることができる。また、クラッド 1 内には、空孔 3 を設けてクラッド 1 の等価屈折率を下げるため、光ファイバのコア 7 内への光信号を強く閉じ込めることができる。さらに、SiO₂ クラッド 1 内に空孔や空隙が存在するため、ファイバを小さな曲げ半径で曲げても損失の増加を抑えることができ、曲げにきわめて強いファイバを実現することができる。

10

20

30

40

50

わめて強いファイバを実現することができる。

【実施例 8】

【0083】

図11に本発明の第8実施例に係る高NA化($NA > 0.5$)を目指したマルチコアファイバ用の透明ガラス母材67を示す。この透明ガラス母材67は、図9に示した透明ガラス母材65のコア周辺の構造をSiO₂クラッド1に7個設けることによりマルチコアファイバ構造を実現したものである。従って、この透明ガラス母材67から形成されるマルチコアファイバにおいても、各コア7内に光信号を強く閉じ込めて伝送させることができ、且つ各コア間の干渉を極めて小さく抑えたファイバを実現することができる。したがって、一つのファイバで超大容量、超高速の情報を伝送させることができる。またマルチコアファイバの両端に接続するファイバと低接続損失で接続することができる。なお、クラッド1に設けるコア32の数は7個に限らず、例えば13個程度設けても良い。また、図9に示した透明ガラス母材65のように、貫通孔の周囲に、クラッド1の等価屈折率を下げるための複数の空孔を設けても良い。

【実施例 9】

【0084】

図12に本発明の第9実施例に係る超高NA化($NA : > 0.6$)を目指した空孔アシストファイバ用の透明ガラス母材68を示す。これは図9に示した空孔アシストファイバ用の透明ガラス母材65の外形を円形から八角形にしたもので、その他の構成は同じである。外形を八角形にすることによってファイバ同士の接続を容易にし、また、ファイバの敷設の際にファイバを安定して固定することができる。なお、外形を八角形にした場合、透明ガラス母材68を線引きしてファイバにする際に角(かど)が丸くなりやすいが、ファイバの角が丸くなっていても良い。

【0085】

本発明は上記した実施例以外の光ファイバ用の多孔質母材及び透明ガラス母材にも適用でき、その例を図13に示す。同図(a)は曲げ損失を小さくした空孔アシストファイバ用多孔質母材69、同図(b)はコア内への光の閉じ込めを強くしたマルチコアファイバ用多孔質母材70、同図(c)はコア内への光の閉じ込めを強くし、且つ曲げ損失を小さくしたパンダファイバ用多孔質母材71、同図(d)はフォトニック結晶型ファイバ用多孔質母材72、同図(e)は敷設及びファイバ同士の接続を容易にしたマルチコアファイバ用多孔質母材73、同図(f)は敷設及びファイバ同士の接続を容易にした空孔アシストファイバ用多孔質母材74である。これらの多孔質母材は、いずれも貫通孔を有しているため、焼結時に該貫通孔にヘリウムガス及び塩素ガスの混合ガスを流すことができるため、OH基及びCH基、不純物等を効率よく排出することができる。

【実施例 10】

【0086】

図14は、焼結時に多孔質母材に取り付ける石英ガラス管の別の実施例を示す。図14に示すように、多孔質母材50には、上端部及び下端部にそれぞれ石英ガラス管21、石英ガラス管211が取り付けられている。

石英ガラス管211は、石英ガラス管21から送られる混合ガスが、多孔質母材50の空孔2~4を通って保護管25の出口27(図4参照)に向かわせるのに有効であり、これにより、空孔2~4が変形することを抑えることができる。また、透明ガラス母材を高温電気炉内に挿入しながら延伸して線引きする際に石英ガラス管211を利用することができる。

【実施例 11】

【0087】

図15は、焼結時に多孔質母材に取り付ける石英ガラス管の他の実施例を示す。この石英ガラス管212は第1実施例に示した石英ガラス管21と異なり、二重管構造になっていない。このような石英ガラス管212を用いた場合でも、焼結時に混合ガスを多孔質母材50内に流すことができる。

10

20

30

40

50

【実施例 12】

【0088】

図16に多孔質母材50の両端に石英ガラス管を融着接続する装置を示す。これはガラス旋盤800に石英ガラス管21及び211をチャックし、上記石英ガラス管21及び212に多孔質母材50の両端を挿入保持する。そして、一方の石英ガラス管21側からロータリージョイント81、配管82を介して矢印83で示すように不活性ガスを流し、反対側の石英ガラス管211側に上記不活性ガスを排出させながら石英ガラス管211と多孔質母材50を酸水素バーナー84に酸素85と水素86を流して火炎87を発生させて融着する。なお両石英ガラス管は旋盤で矢印方向に回転させておく。

【実施例 13】

10

【0089】

図17に多孔質母材を透明ガラス化する方法を示す。この実施例では、保護管25に代えて保護管29が用いられる。この保護管29は、不活性ガスを導入するための入口28が上下2段に設けられている点が、第1実施例に示した保護管25と異なる。このように入口28を増やすことにより、保護管29内をできる限り不活性ガス雰囲気に保つことができる。これにより、多孔質母材50の外周の温度を下げることができ、該多孔質母材50の中心部から焼結を行わせることができる。

【実施例 14】

【0090】

20

図18は多孔質母材を透明ガラス化する別の方法を示したものである。この実施例では、多孔質母材50の外周を石英ガラス管213で覆った状態で保護管25内に挿入するようにした点が第1実施例と異なる。高温電気炉26で加熱、焼結すると、通常は母材外周からの焼結が進行しやすく、母材の中心部まで十分に焼結されない場合が多い。これに対して、多孔質母材50の外周を石英ガラス管213で覆うことにより、輻射熱により多孔質母材50の中心部から焼結し易くなり、透明な光ファイバ母材を得ることができる。

【実施例 15】

【0091】

図19は多孔質母材を透明ガラス化する、さらに別の他の方法を示したものである。この実施例では、多孔質母材50を保護管25の下方から上方に向けて所定速度で引き上げながら高温電気炉26で焼結して透明ガラス化した点が第1実施例と異なる。

30

保護管25内には下部の入口28から不活性ガス（好ましくはHeガス）を流し、上部の出口27から排気する。細径の石英ガラス管23内に送り込んだHeガスと塩素ガスの混合ガスは多孔質母材50内の空孔を通って保護管25の出口27から排出する。

【実施例 16】

【0092】

図20は透明ガラス母材を線引きする方法を示す図である。この方法では、透明ガラス母材60を高温電気炉31内に所定速度で送り込みながら、上記母材60の下端側から延伸して線引きする。線引き後の光ファイバ33はドラム35に巻き取られる。線引きする際、細径の石英ガラス管23内には矢印F6のごとく不活性ガス（好ましくはHeガス、あるいはAr、N₂ガスでも良い。）を送り込み、透明ガラス母材60内に流すことにより、透明ガラス母材60内が外部圧力と比較して常に所望の圧力になるようになる。これにより、透明ガラス母材60に一定圧力が加えられ、この結果、透明ガラス母材60の空孔2~4の形状を制御することができる。一定の圧力を加えておくことは透明ガラスファイバ60内の空孔2~4の形状を均一に保つ上で極めて重要である。

40

なお、上記透明ガラス母材60を線引きしている間は、該母材60の外周に矢印F7で示すように不活性ガスを流す。また高温電気炉31の下端側には矢印F8で示すように不活性ガスを流し、上記不活性ガスと共に矢印F9で示すように排出させる。

【0093】

本発明の方法により得られた透明ガラス母材を高温電気炉内に所定速度で送り込みながら線引きして外径が125μm、コア径が10μm、長さが約10kmの光ファイバとし

50

、この光ファイバの散乱損失を測定した。なお、本発明では、透明ガラス母材を線引きすることにより最大約800kmの長さの光ファイバを得ることができるが、ここでは損失(散乱損失、吸収損失、OH基等の不純物による吸収損失)の測定を目的とするため、約10kmの長さとした。

【0094】

その結果、波長1.55μmにおいて、0.27dB/kmの損失であった。その損失の内訳を調べたところ、レーリー散乱損失が0.16dB/km、構造不整による散乱損失が0.03dB/km、赤外部、紫外部における固有吸収と不純物による吸収の損失が0.08dB/kmであった。そして、波長1.39μmにおける損失が、従来の方法で製造した母材を線引きして得たファイバの上記損失(約8dB/km)に比し大幅に低下し、2dB/kmにまで低下していることがわかった。このように構造不整による散乱損失が極めて低く、不純物による吸収損失が低いという結果は、空孔2内に挿入したガラスロッドとSiO₂クラッド層との界面が均一であること、及び母材内の脱OH基が空孔内に流すHeガスと塩素ガスによって効率良く行われていることを裏付ける結果であった。従来のように透明ガラス化した母材にHeガスと塩素ガスを流した母材ではこのような低OH基は実現できなかった。なおCH基、Si-H基による損失は無いことが確認できた。

【0095】

このように、本実施例では、従来の、母材の外周にのみ不活性ガスを流す透明ガラス化方法、ゾルゲル法では実現が困難な良好な結果を得ることができた。また、母材外形寸法を金属容器の寸法で容易に制御することができる事が分かる。

【0096】

なお、本発明は上記実施例に限定されない。

上記実施例では、多孔質母材(固化体)を乾燥させた後、この多孔質母材の空孔内にコア用ガラスロッドを挿入し、この状態で高温加熱して透明ガラス母材を得るようにしたが、孔質母材を透明ガラス化して透明ガラス母材を得た後、この透明ガラス母材の空孔内にコア用ガラスロッドを挿入し、透明ガラス母材を外周から高温に加熱して、コア用ガラスロッドを上記透明ガラス母材内に融着させるようにしても良い。

【0097】

ところで、光ファイバ母材の製造方法の一つに前述のゾルゲル法がある。ゾルゲル法では、液体状の原料物質(ゾル)を金型容器に注入し、ゲル状態を作った後に乾燥・焼結してガラス化することによって光ファイバ母材を製造する。液体状の原料物質を金型容器に注入する点で第1実施例等で説明した多孔質母材の製造方法と類似する。

しかし、ゾルゲル法では有機オキシシラン(例えば、テトラエトキシシラン)溶液と純水による加水分解反応により石英ガラスを生成しており、形状の制御が難しい。これに対して、本実施例では、上述したように、硬化性樹脂を含んだ石英ガラス溶液を用いているため、ゾルゲル法に比して極めて形状の制御が容易であり、割れやクラックの発生がほとんど無い。

【0098】

また、ゾルゲル法は加水分解反応で石英ガラスを生成しており、該石英ガラスの生成率が低い。さらに、ゾルゲル法では、焼結による光ファイバ母材の径方向及び軸方向の収縮率の差が30%~60%と大きく異なるので、割れやクラックが発生しやすい。そのため、大型の光ファイバ母材の製造が難しい。さらに、ゾルゲル法では、1日以上の長時間をかけて加水分解反応を起こさせないと割れやクラックが起き易く、かつ乾燥及び高温加熱も10日以上の長時間をかけて行わないと割れやクラックが起きる。

【0099】

それに対して本実施例ではシリカ粉末を分散剤と蒸留水の混合液に入れて固化させ、この固化体を乾燥、加熱しているので、乾燥・加熱時の径方向及び軸方向の収縮率の差が小さく、また、収縮率も約18%(=(100-82)%)と小さいため、割れやクラックの発生がほとんど無い。そのためにゾルゲル法の1/10以下の時間で固化させることができ

10

20

30

40

50

でき、乾燥もゾルゲル法の1/2以下の時間で且つ50から120の低温でよい。なお、金属容器に上記溶液を真空脱法して入れることにより気泡の混入がほとんど無くなり、固化したガラス母材内に空隙がほとんど形成されない。

【0100】

また、ゾルゲル法では通常、オルトケイ酸テトラメチル(TMOS)やオルトケイ酸テトラエチル(TEOS)を水と反応させてシリカゲルにするが、このシリカゲル中にヒドロキシ基(OH基)が含まれてしまう。この他、CH基、Si-H基もOH基と同様にシリカゲル中に含まれる。シリカゲルを乾燥・焼結してガラス化するまでの過程でOH基、CH基、Si-H基を取り除くことは難しいため、ゾルゲル法により得られた光ファイバ母材はOH基、CH基、Si-H基を含み、このような光ファイバ母材から作られる光ファイバは、光通信で使用する波長帯における損失が大きくなる。

10

【0101】

これに対して、本実施例では、多孔質母材の空孔内から外周に向けてHeガスと塩素ガスを流しながら焼結して透明ガラス化するので、透明ガラス母材の中から不要な物を蒸発、除去することが容易にできる。このため、透明ガラス母材中にCH基、Si-H基、OH基がほとんど含まれず、これらによる光損失を低く抑えた光ファイバを得ることができる。

【0102】

上述したように、固化体のガラス化による収縮率は約18%($= (100 - 82) \%$)であることから、得られる光ファイバ用ガラス母材の外径は125mm、長さは533m、空孔の内径は10mmであった。また、この光ファイバ用ガラス母材の外形変動は0.5%以下で、かつその表面粗さは0.5μm以下であった。外形変動の低さ、言い換えると外形の均一性は、内面が鏡面研磨されて表面粗さが0.01μmから0.03μmのステンレス製の容器を用いて光ファイバ用ガラス母材を製造したことにより得られたものである。この光ファイバ用ガラス母材の外形の均一性は形状の均一な光ファイバを実現する上で極めて有効である。また表面粗さが小さいことは光ファイバの機械的強度を向上させる上で極めて有効である。さらに光ファイバの構造パラメータ(コア径、外径など)を精確に設定することができる。すなわち、本実施例の光ファイバ用ガラス成形体では、径方向および軸方向のいずれもほとんど一様にわずかに縮小するだけであるので、構造パラメータの設計が容易である。

20

【0103】

コア用ガラスロッドの中心部に高屈折率の添加物と希土類元素を共添加したものを用いてもよい。上記希土類元素として、Er、Nd、Pr、Ce、Ybなどを用いることができる。また、上記コア用ガラスロッドの中心部内には希土類元素以外の共添加材料として、Al₂O₃、GeO₂、P₂O₅、TiO₂、などのSiO₂の屈折率を高める添加物を添加しても良い。このように希土類元素やAl₂O₃、GeO₂、P₂O₅を添加することにより光増幅器やレーザーを実現可能な光ファイバ母材を得ることができる。

30

【0104】

金属容器、金属ロッド、金属管の材質はステンレス以外に、Au、Ni、Cuなどの材質でもよい。

40

硬化性樹脂を含んだSiO₂のガラス原料溶液の配合比は上記した実施例(シリカ粉末87%、蒸留水21.2%、分散剤2.7%、硬化性樹脂10.1%)に限定されるものではない。本発明はシリカ粉末の調合量を圧倒的に多くしたことを特徴とするもので、この調合量は80%以上であれば良く、92%程度にまで多くすることができる。

【0105】

金属容器の内径D_o、長さL_oは上記値に限定されず、内径D_oは30mm~300mm程度の大きさにすることができる、長さL_oは20mm~1000mm程度にすることができる。これらの内径D_o、長さL_oが大きいほど長尺の光ファイバを実現することができる。

【0106】

50

コア用空孔およびコア用ガラスロッドの直径 D_c は 10 mm 程度から 100 mm 程度にすることができる。また、空孔アシストファイバ用、フォトニック結晶型ファイバ用、マルチコアファイバ用、パンダファイバ用のいずれのガラス母材の中心部周辺に設ける空孔の数量は限定されず、4 個から 30 個の範囲から選ぶことができる。また、空孔の内径は 0.5 μm から 5 μm の範囲が好ましい。空孔の間隔も 1 μm から 6 μm の範囲から選ぶことができる。

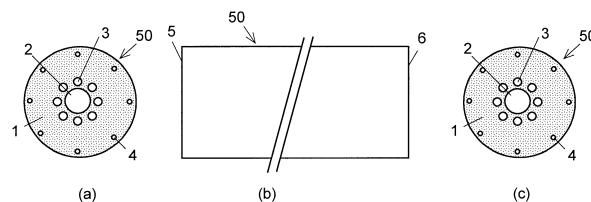
本発明の光ファイバ用ガラス成形体の外径寸法は特に限定されるものではない。

【符号の説明】

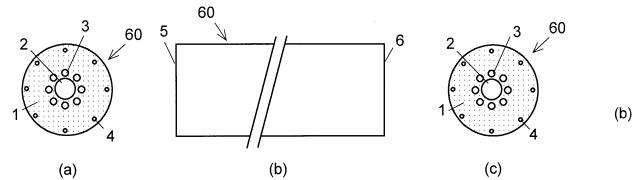
【0107】

- | | |
|--------------------------------|----|
| 1 ... コア用空孔 | 10 |
| 2 ... 空孔内面 | |
| 3 ... SiO_2 クラッド層 | |
| 4 ... SiO_2 クラッド層の外周部 | |
| 5 ... 金属ロッド | |
| 6 ... 硬化性樹脂を含んだ石英ガラス溶液と硬化剤の混合液 | |
| 7 ... 金属容器 | |
| 8 ... 金属容器の内面 | |
| 9 ... 細径空孔 | |
| 10 ... 細径金属ロッド | 20 |
| 11 ... コア用ガラスロッド | |
| 12 ... SiO_2 ガラス薄層 | |

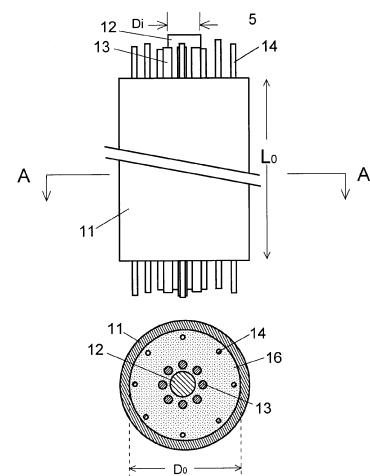
【図 1 A】



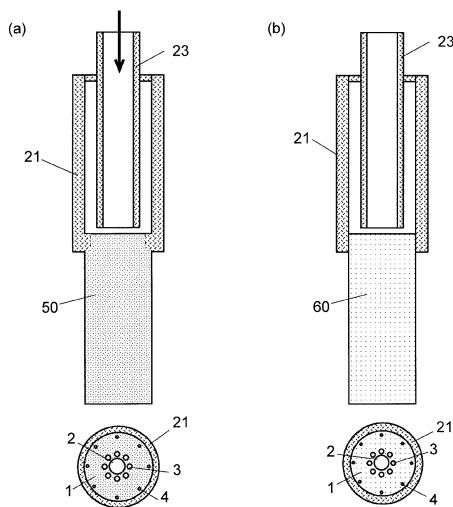
【図 1 B】



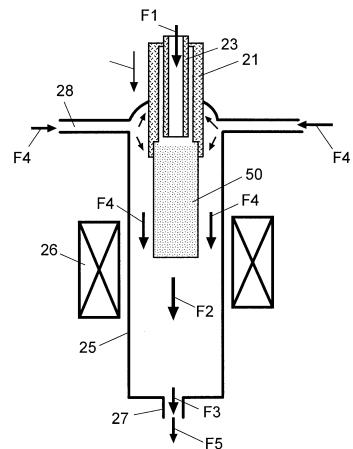
【図 2】



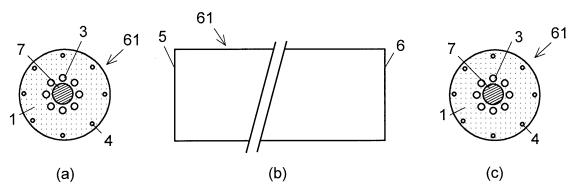
【図3】



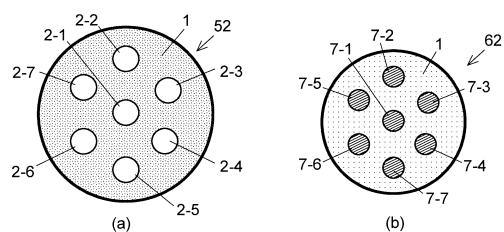
【図4】



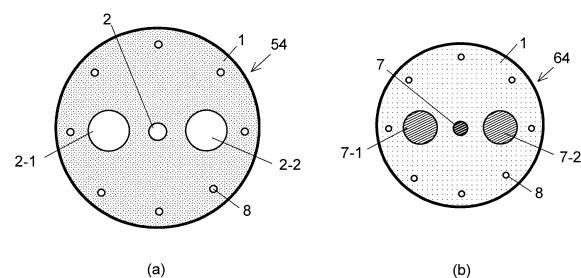
【図5】



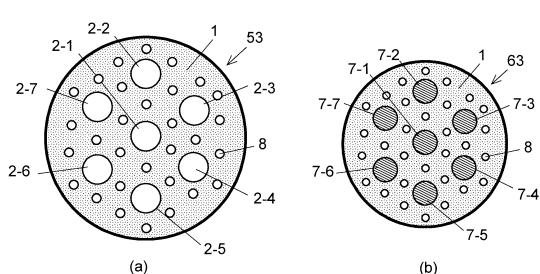
【図6】



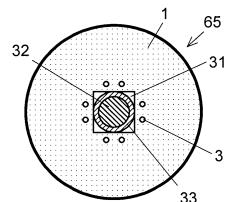
【図8】



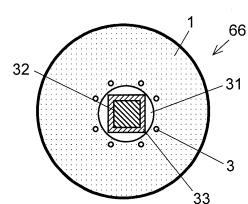
【図7】



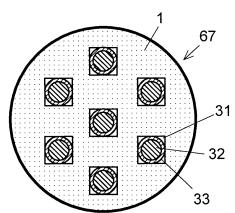
【図9】



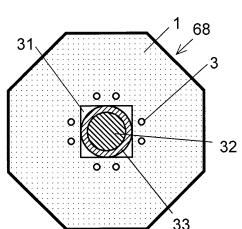
【図10】



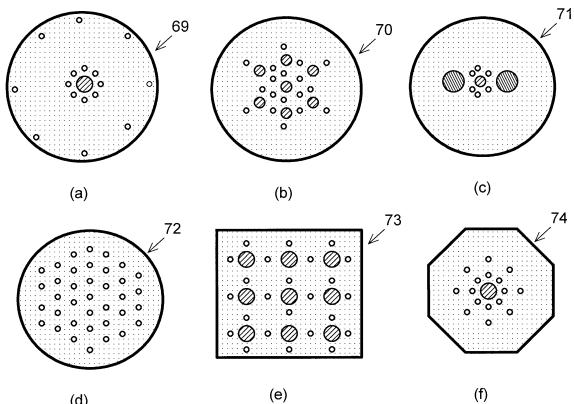
【図11】



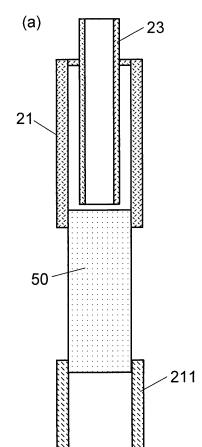
【図12】



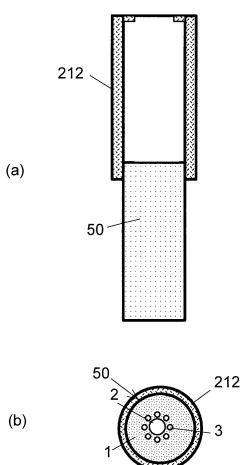
【図13】



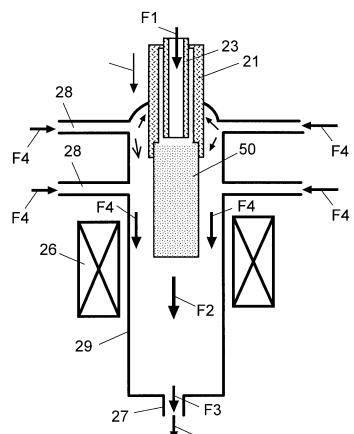
【図14】



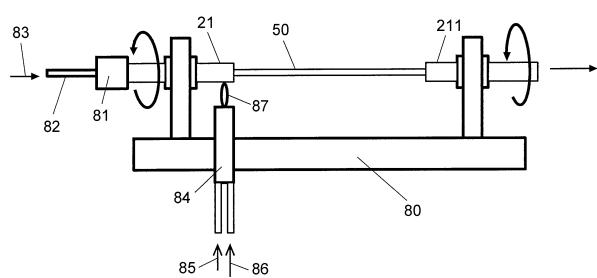
【図15】



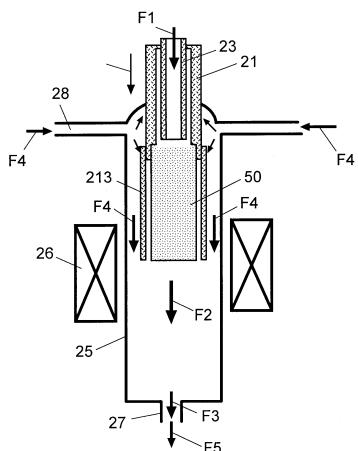
【図17】



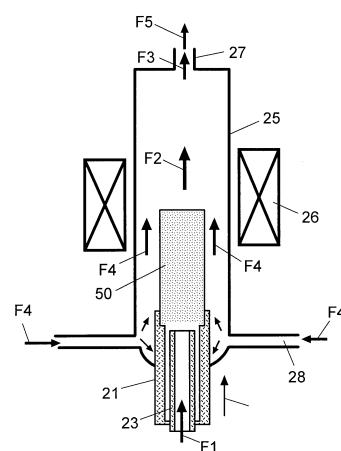
【図16】



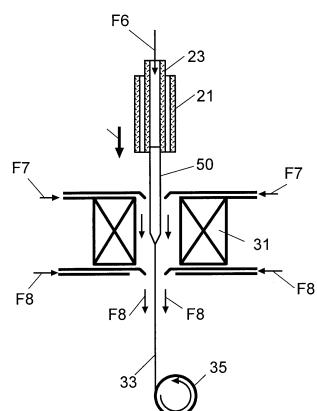
【図18】



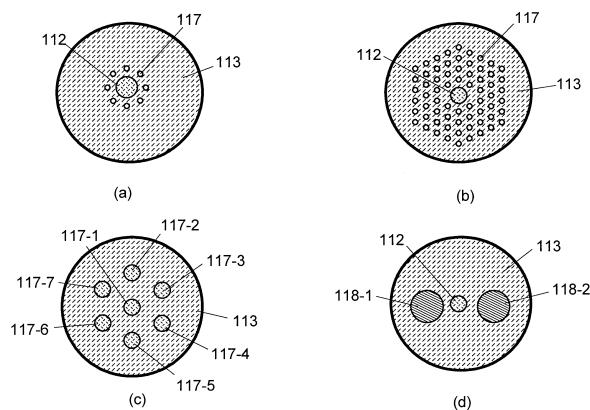
【図19】



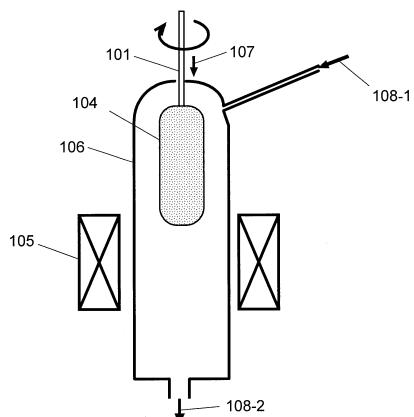
【図20】



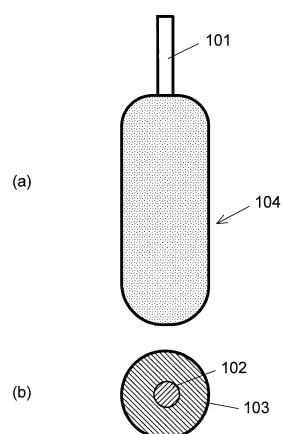
【図21】



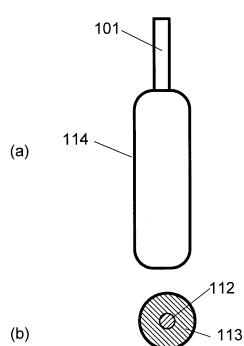
【図23】



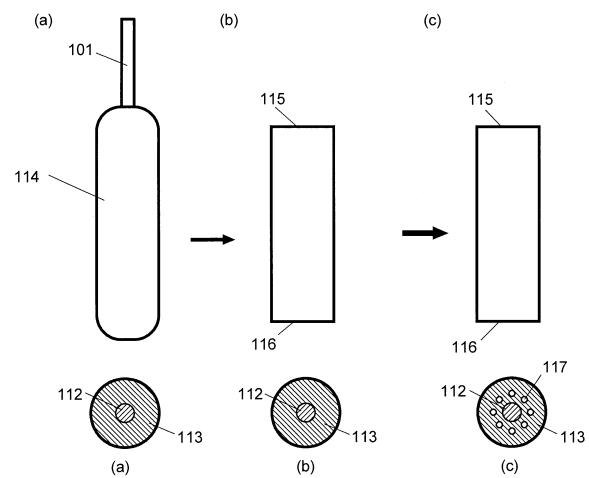
【図22】



【図24】



【図25】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 3 B 37/012 (2006.01) G 0 2 B 6/02 3 7 6 Z
C 0 3 B 37/012 A

(72)発明者 木下 祐輔
滋賀県長浜市高月町高月1623番地 湖北工業株式会社内

審査官 立木 林

(56)参考文献 特開2009-227548 (JP, A)
特開2003-329869 (JP, A)
特開2001-302268 (JP, A)
特開2012-101994 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 3 B 8 / 0 4
C 0 3 B 2 0 / 0 0
C 0 3 B 3 7 / 0 0 - 3 7 / 1 6
G 0 2 B 6 / 0 2