

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4785248号
(P4785248)

(45) 発行日 平成23年10月5日 (2011. 10. 5)

(24) 登録日 平成23年7月22日 (2011. 7. 22)

(51) Int. Cl.

F I

C O 3 B 8/04 (2006. 01)
C O 3 B 37/018 (2006. 01)
C 2 3 C 16/52 (2006. 01)
G O 2 B 6/00 (2006. 01)

C O 3 B 8/04 B
 C O 3 B 37/018 B
 C 2 3 C 16/52
 G O 2 B 6/00 3 5 6 A

請求項の数 9 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2000-390621 (P2000-390621)
 (22) 出願日 平成12年12月22日 (2000. 12. 22)
 (65) 公開番号 特開2001-220151 (P2001-220151A)
 (43) 公開日 平成13年8月14日 (2001. 8. 14)
 審査請求日 平成19年10月25日 (2007. 10. 25)
 (31) 優先権主張番号 1013944
 (32) 優先日 平成11年12月23日 (1999. 12. 23)
 (33) 優先権主張国 オランダ (NL)

(73) 特許権者 597104260
 プラズマ オプティカル ファイバー ベ
 スローテン フェンノートシャップ
 オランダ国 5 6 5 1 セーアー アイン
 ドーフェン ツワーンストラート 1
 (74) 代理人 100147485
 弁理士 杉村 憲司
 (74) 代理人 100134005
 弁理士 澤田 達也
 (74) 代理人 100072051
 弁理士 杉村 興作
 (72) 発明者 マリヌス ヤコブ デ ファーウ
 オランダ国 5 6 2 4 エヌエー アイン
 ドーフェン ホッタートパス 3 4

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 正確に規定した屈折率プロファイルを示すプリフォームを化学気相蒸着 (CVD) 技術により製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

正確に規定された屈折率プロファイルを示すプリフォームを得るために、反応性ガス混合物を用い、ドーブされた、又はされていないガラス層を基板チューブの内側に化学気相蒸着 (CVD) 技術により適用する方法で、該方法が、以下の工程からなることを特徴とする方法；

- a) 製造するプリフォームについて所望の屈折率プロファイルを決め、
- b) 意図するプリフォームの製造するために反応性ガスの組成及び供給速度の両方を、工程 a) で決めた屈折率プロファイルに適合するように、正確に調整し、
- c) 工程 b) で調整した条件下で、反応性ガスを基板チューブに導入し、チューブ中で反応を起こして基板チューブの内面上にガラス形成酸化物を蒸着させ、基板チューブの内面上へのガラス形成酸化物の全体の体積蒸着速度を、ほぼ一定のレベルに保ち、
- d) 工程 c) の蒸着処理で得られたチューブからプリフォームを成形し、このプリフォームを屈折率プロファイル計測に供し、
- e) 工程 a) で決めた屈折率プロファイルと工程 d) で測定された屈折率プロファイルとを比較し、及び
- f) 次の蒸着工程の間に、時間に応じて反応性ガス混合物の組成を調整することにより、工程 e) で測定された屈折率プロファイルの差を修正する。

【請求項 2】

ガラス形成酸化物の基板チューブの内面上への全体の体積蒸着速度を、蒸着工程におい

てほぼ一定のレベルに保つことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

反応性ガス混合物が SiCl_4 及び O_2 を含み、 SiCl_4 及び O_2 から形成した SiO_2 と比較して屈折率を増加又は減少させる 1 以上のドーパントは含んでも含まなくてもよいことを特徴とする、請求項 1 乃至 2 に記載の方法。

【請求項 4】

P_2O_5 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、 GeO_2 、 N 、 Al_2O_3 からなる群より選択した 1 以上の化合物を、屈折率を増加させるドーパントとして用いることを特徴とする、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

B_2O_3 及び F からなる群より選択した 1 以上の化合物を、屈折率を減少させるドーパントとして用いることを特徴とする、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 6】

工程 c) におけるガラス形成酸化物の蒸着を、内部プラズマを用いて行うことを特徴とする、請求項 1 乃至 5 に記載の方法。

【請求項 7】

工程 c) におけるガラス形成酸化物の蒸着を、外部熱源を用いて行うことを特徴とする、請求項 1 乃至 5 に記載の方法。

【請求項 8】

工程 a) で求めた屈折率プロファイルがプリフォームの半径に応じて徐々に変化することを特徴とする、請求項 1 乃至 7 に記載の方法。

【請求項 9】

工程 d) で行う屈折率プロファイルの測定精度を高めるために、工程 c) で得られたチューブから成形したプリフォームを、縦方向の多数の異なる場所で、多数の異なる角度で測定し、その結果得られた値を平均することを特徴とする、請求項 1 乃至 8 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、正確に規定した屈折率プロファイルを示すプリフォームを得るために、ドーブされた、又はされていないガラス層を、反応性ガス混合物を用い、基板チューブの内側に化学気相蒸着 (CVD) 技術により適用する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

この種の方法自体は、米国特許第 4,292,341 号により公知である。該米国特許によると、光ファイバーを伝わる光学的波エネルギーの効果的な伝播は、ファイバー・コアの屈折率に傾斜をつけることにより達成される。したがって、屈折率プロファイルを正確に知ることが、光ファイバーの伝播特性を評価するために必要である。このため、光ファイバー及び光ファイバー・プリフォームの屈折率プロファイルを測定するための様々な技術が開発されてきた。前記米国特許から公知の方法において、ガラス形成材料及び好適な屈折率変更ドーパントを含むガス状態の前駆物質を、基板チューブ中に流す。次いで、該基板チューブを加熱して、ガラス層をチューブの内面上に蒸着させる。したがって、各蒸着層の厚み及び各層のドーパントの濃度は、チューブ内に出来た高温域の温度、該高温域がチューブに沿って移動する速度、並びにチューブに送られるガス中のガラス形成材料及び屈折率変更ドーパントの濃度を含む、多数のパラメーターの関数と考えることができる。ゆえに、基板チューブに送られるガス状混合物中の正確な濃度を、プリフォームの製造中に正確に計測し、かつ慎重に確認する。このため、例えば GeCl_4 及び SiCl_4 といったガス状化合物に紫外線放射を行い、その後、該ガス状材料からの放射エネルギー強度を測定し、測定値を参照信号と比較し、この比較に対応して制御信号を発生させ、制御信号によりガス状材料中の GeCl_4 及び / 又は SiCl_4 の濃度を変更する。参照信号と制御信号の差がゼロになるまでの間のみ、このような変更を行う。このような方法を用い

10

20

30

40

50

ると、正確に計算された屈折率プロフィルを示すプリフォームを製造することができる。実際には、紫外線照射を用いる測定は、正確でなく、かつ十分な再現性がない、という点がこの種の技術の1つの欠点であり、ゆえに、製造するプリフォームの所望の屈折率プロフィルと比較して、許容できない偏差を示すプリフォームが得られる。更に、このような方法は、1つのドーパントを与える場合にのみ好適である。なぜなら、一般に2以上のドーパントを十分に識別することは出来ないからであり、またこれらのドーパントは紫外線照射の際に界面を形成するからである。

【0003】

この種の方法は、米国特許第4,161,656号からも公知であり、該特許では、屈折率変更ドーパントの濃度及びプロフィルを、ある長さのファイバー又はファイバープリフォームに紫外線を照射して測定している。この方法で生じる欠点は、正確性の点でこのような測定が現在の必要条件に適合していないということである。それに加えて、蒸着中の処理状況と測定値との間の正確なフィードバックが、実際には実現が困難であり、ゆえに最終的に得られたプロフィルが、意図したプロフィルと異なる値を示す。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

したがって、本発明の目的は、正確に決められた屈折率プロフィルを示すプリフォームを化学気相蒸着(CVD)技術により製造する方法を提供することである。

【0005】

本発明のもう1つの目的は、プリフォームを化学気相蒸着(CVD)技術により製造する方法で、連続蒸着処理中に屈折率を増加又は減少させるために2以上のドーパントを用いることのできる方法を提供することである。

【0006】

本発明のもう1つの目的は、プリフォームを化学気相蒸着(CVD)技術により製造する方法で、任意の所定の屈折率プロフィルを示すプリフォームを再現可能な方法で得ることのできる方法を提供することである

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明により、前記の方法は、次の工程からなることを特徴とする。すなわち、a)製造するプリフォームについて所望の屈折率プロフィルを決め、b)意図するプリフォームの製造するために反応性ガスの組成及び供給速度の両方を、工程a)で決めた屈折率プロフィルに適合するように、正確に調整し、c)工程b)で調整した条件下で、反応性ガスを基板チューブに導入し、チューブ中で反応を起こして基板チューブの内面上にガラス形成酸化物を蒸着させ、基板チューブの内面上へのガラス形成酸化物の全体の体積蒸着速度を、ほぼ一定のレベルに保ち、d)工程c)の蒸着処理で得られたチューブからプリフォームを成形し、このプリフォームを屈折率プロフィル計測に供し、e)工程a)で決めた屈折率プロフィルと工程d)で測定された屈折率プロフィルとを比較し、及びf)次の蒸着工程の間に、時間に応じて反応性ガス混合物の組成を調整することにより、工程e)で測定された屈折率プロフィルの差を修正する。

【0008】

前記の工程a)乃至f)を用いて、プリフォーム中に正確に決めた屈折率プロフィルを得ることができ、それにより最終プリフォームで測定した屈折率プロフィル及び蒸着処理で用いたガス添加量についてのフィードバックを行う。工程d)で得られた屈折率プロフィルの測定結果は、プリフォーム製造のために工程c)で行われる生産処理の調整に用いられる。工程d)で得られた屈折率プロフィルの結果をもとに、工程a)で決めた屈折率プロフィルに出来る限り近づけるために、処理工程、特に反応性ガス混合物の組成を調整すべき程度を、本発明により決めることが出来る。本発明の工程b)により、組成及び供給速度の両者を正確に調整した後、工程c)による蒸着処理を行う。工程c)による蒸着処理が終了すると、得られたチューブからプリフォームを成形し、このプリフォームを工程d)の屈折率プロフィル計測に供する。次に、工程d)で測定した屈折率プロフィル

を工程 a) で決めた屈折率プロファイルと比較し、その後、時間に応じて、次の蒸着処理の間に反応性ガス混合物の組成を調整することにより、工程 e) で測定した屈折率プロファイルの差の修正を工程 f) で行う。工程 f) で行う修正は、次の蒸着プロセスの間、連続的に反応性ガス混合物の組成を調整する必要があることを理解すべきである。しかし、工程 e) で測定された屈折率プロファイルの差が特定の許容範囲内にある場合、反応性ガス混合物の組成の修正を次の蒸着処理では行わない。工程 e) で測定した差が、特定の許容範囲を超えた場合のみ、修正を行う。

【 0 0 0 9 】

【 発明の実施の形態 】

本発明の特別の実施態様において、蒸着処理中、基板チューブの内面上へのガラス形成酸化物の全体の体積蒸着速度を、ほぼ一定のレベルに保つことが好ましい。「全体の体積蒸着速度」という用語は、ガラス形成酸化物及び、屈折率を増加若しくは減少させるガス状前駆物質又はドーパントの両方の蒸着率を表すと理解される。石英ガラスチューブが、好適な基板チューブとして好ましい。

【 0 0 1 0 】

できれば 1 以上のドーパントを補った、ガラス形成酸化物を基板チューブの内面上に蒸着する間、全体の体積蒸着率を一定にすると、特に有利である。基板チューブの内面上に層が蒸着した時点で、それがプリフォームの特定の半径位置に相当する時点を、このような条件で正確に決定するからである。結局、単位時間当たりどれだけの量を組み入れたかが正確に分かれれば、プリフォームの半径位置と、できれば 1 以上のドーパントを補った、酸化物のガラス形成層の蒸着が徐々に屈折率を変化させながら起きる時間との間の補正関係を確立することができる。ゆえに、工程 f) による時間補正のどの点が望ましいか、正確に分かる。

【 0 0 1 1 】

本発明に用いる反応性ガス混合物は、 SiCl_4 及び O_2 を含有することが望ましい。該反応性ガス混合物は、 SiCl_4 及び O_2 から作った SiO_2 と比較して、屈折率を増加又は減少させる 1 以上のガス状前駆物質又はドーパントを含んでも、含まなくてもよい。

【 0 0 1 2 】

P_2O_6 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、 GeO_2 、 N 、 Al_2O_3 からなる群より選択した 1 以上の化合物を、屈折率を増やす好適なガス状前駆物質又はドーパントとして用いる。

【 0 0 1 3 】

このような化合物又はドーパントの使用は、これらの正確な添加の可能性という観点から特に有利であり、ゆえにいかなる所望の屈折率プロファイルを得ることも可能である。

【 0 0 1 4 】

本発明において、 P_2O_3 及び F からなる群より選択された 1 以上の化合物を用い、蒸着処理中に屈折率を減少させることが好ましい。

【 0 0 1 5 】

本発明による方法は、内部プラズマ又は外部熱源を用いて工程 c) が行われる、ガラス形成酸化物の蒸着に特に好適である。

【 0 0 1 6 】

本発明は、プリフォームの半径に応じて徐々に変化する屈折率プロファイルを示すプリフォームの製造に、特に用いることができる。反応性混合物の組成を蒸着処理中のどの時点でも変更することができるので、徐々に変化する屈折率プロファイルで、意図するプロファイルと正確に一致するプロファイルを得ることができる。

【 0 0 1 7 】

工程 d) で行われる屈折率プロファイルの測定の正確性を増すために、工程 c) で得られたチューブからプリフォームを成形し、このプリフォームを縦方向の多数の異なる場所で、できれば多数の異なる角度で測定し、その結果得られた値を平均することが好ましい。

【 0 0 1 8 】

【実施例】

マルチモード・プリフォームの製造のため、所望の屈折率プロファイルを決めた。前記の所望の屈折率プロファイルをもとに、気体 SiCl_4 、 GeCl_4 、 C_2F_6 及び O_2 を石英ガラスチューブに導入した。オープンでチューブを 800 以上の温度に保ちながら、チューブの内部でプラズマを形成した。 SiCl_4 及び GeCl_4 の供給は時間が経過する間に行い、一方 C_2F_6 の供給は一定に保った。単位時間当たりに同量のガラスが石英チューブの内面上に蒸着し、既定の屈折率プロファイルが得られるように、気体 SiCl_4 及び GeCl_4 を変更した。ガラス層が石英チューブの内面上に蒸着すると、成形したチューブを更なる処理工程で大量の棒状にし、その後、このようにして得られたプリフォームの測定を、いわゆるプリフォームアナライザーを用いて行った。次に、事前に決めた屈折率プロファイルと得られたプリフォームから最終的に測定した屈折率プロファイルと比較した。プロファイルの形体は、プロファイル変数 α で示し、プロファイル変数 α が所望の値から 0.03 より大きく離れていることが明らかになった場合、次の蒸着工程の間に反応性ガス混合物の組成を時間の関数として調整する。正確性を増す観点から、多数のプリフォームを用いて、プロファイル変数 α の偏差を求めた。したがって、本発明の方法により、特性変数 α の標準偏差が 0.1 から 0.015 に減少するということが明らかになった。

フロントページの続き

(72)発明者 アントニウス ヘンリクス エリザベス ブレールス
オランダ国 6 1 2 9 エーエム ウルモント モーリツラーン 6

審査官 山田 貴之

(56)参考文献 特表昭 5 7 - 5 0 0 1 0 2 (J P , A)
特開昭 5 7 - 0 4 2 5 5 2 (J P , A)
特開昭 5 9 - 1 7 4 5 3 9 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C03B 8/04

C03B 20/00

C03B 37/00-37/16