



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년12월20일
 (11) 등록번호 10-1343683
 (24) 등록일자 2013년12월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03B 37/014 (2006.01) *C03B 37/018* (2006.01)
G02B 6/00 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2008-7029633
 (22) 출원일자(국제) 2007년06월26일
 심사청구일자 2012년05월29일
 (85) 번역문제출일자 2008년12월04일
 (65) 공개번호 10-2009-0028700
 (43) 공개일자 2009년03월19일
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2007/062808
 (87) 국제공개번호 WO 2008/001775
 국제공개일자 2008년01월03일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2006-175712 2006년06월26일 일본(JP)
 JP-P-2007-164422 2007년06월21일 일본(JP)
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2002249342 A
 JP2003165736 A
 JP2004231482 A
 전체 청구항 수 : 총 8 항

(73) 특허권자
 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤
 일본 도쿄도 지요다꾸 오메마치 2쥬메 6방 1고
 (72) 발명자
 이노우에 다이
 일본 군마켄 안나카시 이소베2쥬메 13방 1고 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 내
 코이데 히로유키
 일본 이바라키켄 카미스시 히가시와다 1 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 내
 나가오 타카야키
 일본 이바라키켄 카미스시 히가시와다 1 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 내
 (74) 대리인
 채종길

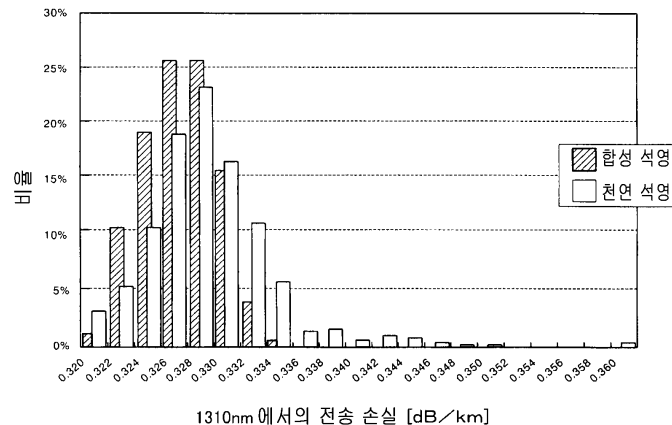
심사관 : 박환수

(54) 발명의 명칭 **광섬유 모재의 제조 방법 및 그 장치**

(57) 요약

특히 1,310nm 이하의 짧은 파장 영역에서 손실이 커진다고 하는 현상의 발생을 억제하는 것이 가능한, 광섬유 모재의 제조 방법 및 그 장치를 제공한다. 광섬유 모재를 제조하는 방법으로서, 유리 미립자를 퇴적하여 다공질 유리 모재를 형성하는 다공질 유리 모재 형성 단계와, 규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 생성된 유리 미립자를 퇴적하여 이루어지는 수트 퇴적체를 용융하여 형성된 합성 석영 유리체의 용기를 준비하는 용기 준비 단계와, 당해 용기에 탈수 반응 가스 및 불활성 가스를 도입하는 가스 도입 단계와, 탈수 반응 가스 및 불활성 가스가 도입된 당해 용기를 가열하는 가열 단계와, 가열된 당해 용기 내에 상기 다공질 유리 모재를 삽입하고 탈수, 소결하는 탈수 소결 단계를 가지는 것을 특징으로 하고 있다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

광섬유 모재를 제조하는 방법으로서,

유리 미립자를 퇴적하여 다공질 유리 모재를 형성하는 다공질 유리 모재 형성 단계와,

규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 생성된 유리 미립자를 퇴적하여 이루어지는 수트 퇴적체를 용융하여 형성된, 0.001ppm 또는 0.001ppm 미만의 알루미늄을 함유하는 합성 석영 유리제의 일부분과 천연 석영 유리제의 나머지 부분을 가지는 용기를 준비하는 용기 준비 단계와,

당해 용기에 탈수 반응 가스 및 불활성 가스를 도입하는 가스 도입 단계와,

합성 석영 유리제의 일부분에서, 탈수 반응 가스 및 불활성 가스를 함유하는 당해 용기를 가열하는 가열 단계와,

가열된 당해 용기 내에 상기 다공질 유리 모재를 삽입하고 탈수, 소결하는 탈수 소결 단계를 가지는 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 규소 화합물이 SiCl_4 , $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ 의 어느 하나 또는 이들의 혼합 화합물인 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 가열 단계에 있어서, 적어도 가열원에 의해 가열되는 영역보다 넓은 부분이 상기 용기의 합성 석영 유리제의 일부분인 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 탈수 소결 단계에 있어서, 합성 석영 유리제의 일부분이 1400℃를 초과하는 온도에 노출되는 시간의 총계를, 당해 용기의 합성 석영 유리제의 일부분에서 유리층이 두께 방향에서 모두 결정화할 때까지의 시간 이내로 하는 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 탈수 소결 단계에 있어서, 합성 석영 유리제의 일부분이 1,400℃를 초과하는 온도에 노출되는 시간의 총계를, 당해 용기의 합성 석영 유리의 두께(mm)에 1,500시간을 곱한 시간 이내로 하는 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 방법.

청구항 6

광섬유용 다공질 유리 모재를 탈수, 소결하는 장치로서,

상기 장치의 일부를 형성하는 노심관으로서, 규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 생성된 유리 미립자를 퇴적하여 이루어지는 수트 퇴적체를 용융하여 형성된, 0.001ppm 또는 0.001ppm 미만의 알루미늄을 함유하는 합성 석영 유리제의 용기의 일부분과, 천연 석영 유리제의 용기의 나머지 부분을 가지는 용기와;

상기 합성 석영 유리제의 용기의 일부분을 가열하는 가열원을 포함하는 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 장치.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 규소 화합물이 SiCl_4 , $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ 의 어느 하나 또는 이들의 혼합 화합물인 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 장치.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 가열원에 의해 가열되는 영역보다 넓은 부분이 상기 합성 석영 유리제의 용기의 일부분인 것을 특징으로 하는 광섬유 모재의 제조 장치.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 이른바 VAD법에 의해 고품질의 광섬유 모재를 안정하게 제조하는 것이 가능한 광섬유 모재의 제조 방법 및 그 장치에 관한 것이다. 본 출원은 하기의 일본 출원에 관련된다. 문헌의 참조에 의한 편입이 인정되는 지정국에 대해서는, 하기의 출원에 기재된 내용을 참조에 의해 본 출원에 편입하여 본 출원의 일부로 한다.

[0002] 1. 일본 특허출원 2006-175712 출원일 2006년 6월 26일

[0003] 2. 일본 특허출원 2007-164422 출원일 2007년 6월 21일

배경기술

[0004] 광섬유 모재의 제조 방법으로서 VAD법은 잘 알려져 있다. 이 방법에서는 예를 들면 이하와 같은 장치가 사용된다.

[0005] 이 장치에서는 반응실 내에 장착된 코어(core) 퇴적용 버너(burner)와 클래드(clad) 퇴적용 버너에 의해 생성된 유리 미립자를, 회전하면서 상승하는 샤프트(shaft)에 장착된 출발재의 선단에 퇴적하고 성장시켜, 코어층과 클래드층으로 이루어지는 다공질 유리 모재가 제조된다. 코어층은 예를 들면 GeO_2 가 도프(dope)된 SiO_2 이고, 클래드층은 예를 들면 거의 순수한 SiO_2 이다.

[0006] 이와 같이 하여 제조된 다공질 유리 모재(1)는, 예를 들면 도 1에 나타내듯이, 밀폐 가능한 노심관(2)과 이 일부 또는 거의 전체를 가열하는 전기로(3), 노심관 내에 임의의 가스를 도입하는 가스 도입 포트(port)(4), 배기 가스를 배출하는 가스 배출 포트(5)를 구비한 가열로 내에서 탈수, 소결된다. 도 1에 있어서 (a)~(c)는, 순서대로 다공질 유리 모재가 유리화되는 모습을 나타내고 있다. 또한, 부호 6은 다공질 유리 모재(1)를 지지하는 샤프트(shaft)이다.

[0007] 탈수는 예를 들면 염소와 산소와 헬륨(helium)으로 구성되는 탈수 가스 중에서, 약 1,100℃로 가열되어 행해진다. 유리화는 예를 들면 헬륨 분위기 중에서 약 1,500℃로 가열하여 행해진다.

[0008] 상기 가열로의 일부를 구성하고 있는 노심관에는, 특허문헌 1에 기재되어 있듯이, 종래부터 천연 석영을 원재료로 하는 석영관이 사용되고 있다. 이것에는, 분쇄한 천연 석영을 전기로에서 용융하여 제조된 전기로 용융 천연 석영제(이하, 간단히 천연 석영제라고 칭한다)의 유리관, 예를 들면 HERALUX-E(상품명, 신에츠석영사 제조) 등을 들 수 있다.

[0009] 이상과 같은 방법으로 제조된 광섬유 모재는, 이 외주에 클래드(clad)가 더 부가되어 최종적인 광섬유 모재로 되는 것도 있다.

[0010] 광섬유는 상기와 같이 하여 제조된 광섬유 모재를 선풍기하여 얻어지고, 광신호 전송용으로서 통신에 제공된다. 예를 들면, 싱글모드(single mode) 섬유는 1,310nm나 1,550nm의 광이 변조되어 전송된다.

[0011] 특허문헌 1: 일본 특허공개 2004-002109호 공보

발명의 상세한 설명

[0012] <발명이 해결하고자 하는 과제>

[0013] 1,310nm에 있어서의 광섬유의 전송 손실은 0.32~0.34dB/km 정도이지만, 드물게 등 파장에서의 전송 손실이 0.34~0.36dB/km 정도로 통상보다 높아지는 일이 있다. 그 대부분의 경우에 있어서, 1,550nm에서의 손실은 통상치와 비교하여 그만큼 높게는 되어 있지 않다. 또한, 900nm~1,600nm라고 하는 넓은 파장대에서 전송 손실을 조사하면, 파장이 짧을수록 높아지고 있다. 이와 같은 전송 손실은, 종래라면 허용되는 정도의 것이었지만, 근년 들어 시장에서의 광특성에 대한 요구가 엄격하게 되어, 이와 같은 손실도 문제시되도록 되어 오고 있다.

[0014] 그래서, 본 발명은 상기와 같은, 특히 1,310nm 이하의 짧은 파장 영역에서 손실이 커진다고 하는 현상의 발생을 억제하는 것이 가능한, 광섬유 모재의 제조 방법 및 그 장치를 제공하는 것을 목적으로 하고 있다. 이 목적은 청구의 범위에 있어서의 독립항에 기재된 특징의 조합에 의해 달성된다. 또 종속항은 본 발명의 새로운 유리한 구체적인 예를 규정한다.

[0015] <과제를 해결하기 위한 수단>

[0016] 본 발명은 이와 같은 과제를 해결하기 위해서 이루어진 것이고, 즉, 본 발명의 광섬유 모재의 제조 방법은, 광섬유 모재를 제조하는 방법으로서, 유리 미립자를 퇴적하여 다공질 유리 모재를 형성하는 다공질 유리 모재 형성 단계와, 규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 생성된 유리 미립자를 퇴적하여 이루어지는 수트(soot) 퇴적체를 용융하여 형성된, 0.001ppm 또는 0.001ppm 미만의 알루미늄을 함유하는 합성 석영 유리체의 일부분과 천연 석영 유리체의 나머지 부분을 가지는 용기를 준비하는 용기 준비 단계와, 당해 용기에 탈수 반응 가스 및 불활성 가스를 도입하는 가스 도입 단계와, 탈수 반응 가스 및 불활성 가스가 도입된 당해 용기를 가열하는 가열 단계와, 가열된 당해 용기 내에 상기 다공질 유리 모재를 삽입하고 탈수, 소결하는 탈수 소결 단계를 가지는 것을 특징으로 하고 있다.

[0017] 또한, 상기 규소 화합물은 $SiCl_4$, $(CH_3)SiCl_3$, $(CH_3)_2SiCl_2$ 의 어느 하나 또는 이들의 혼합 화합물로 된다. 상기 가열 단계에 있어서, 상기 가열 단계에 있어서, 적어도 가열원에 의해 가열되는 영역보다 넓은 부분이 상기 용기의 합성 석영 유리체의 일부분이 된다.

[0018] 또, 상기 탈수 소결 단계에 있어서, 합성 석영 유리체의 일부분이 1400℃를 초과하는 온도에 노출되는 시간의 총계를, 당해 용기의 합성 석영 유리체의 일부분에서 유리층이 두께 방향에서 모두 결정화할 때까지의 시간 이내, 혹은 당해 용기의 합성 석영 유리의 두께(mm)에 1,500시간을 곱한 시간 이내로 한다고 하는 것이 바람직하다.

[0019] 본 발명의 광섬유 모재의 제조 장치는, 광섬유용 다공질 유리 모재를 탈수 및 소결하는 장치로서, 상기 장치의 일부를 형성하는 노심관으로서, 규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 생성된 유리 미립자를 퇴적하여 이루어지는 수트 퇴적체를 용융하여 형성된, 0.001ppm 또는 0.001ppm 미만의 알루미늄을 함유하는 합성 석영 유리체의 용기의 일부분과, 천연 석영 유리체의 용기의 나머지 부분을 가지는 용기와; 상기 합성 석영 유리체의 용기의 일부분을 가열하는 가열원을 포함하는 것을 특징으로 하고 있다. 또한, 상기 가열원에 의해 가열되는 영역보다 넓은 부분이 상기 합성 석영 유리체의 용기의 일부분인 것이 바람직하다.

[0020] 또한, 상기의 발명의 개요는 본 발명의 필요한 특징의 모두를 열거한 것은 아니고, 이들 특징군의 서브컴비네이션(sub-combination)도 또, 발명으로 될 수 있다.

[0021] <발명의 효과>

[0022] 본 발명에 의하면, 합성 석영 유리체의 용기를 노심관으로서 이용함으로써, 노심관 재료에 유래하는 불순물이 노심관 내로 방출되는 것이 아니라, 광학 특성이 뛰어난 광섬유 모재를 안정하게 제조할 수가 있고, 이것을 선택함으로써 전송 손실이 낮은 광섬유가 얻어진다.

실시예

[0033] 이하, 발명의 실시의 형태를 통하여 본 발명을 설명하지만, 이하의 실시 형태는 청구의 범위에 걸리는 발명을 한정하는 것은 아니고, 또 실시 형태 중에서 설명되어 있는 특징의 조합의 모두가 발명의 해결 수단에 필수라고는 할 수 없다.

[0034] 이상과 같은 문제를 해결하기 위하여 검토를 거듭한 결과, 종래의, 노심관을 구성하는 천연 석영은, 미량의 철(Fe) 등을 불순물로서 포함하고 있고, 그러한 불순물이 광섬유 모재로 받아들여지고, 전송 손실을 상승시키고 있는 것이라고 생각되었다. 그 밖에, 노를 구성하는 금속 혹은 카본(carbon)에 포함되는 금속이 부식에 의해 노심관 벽을 확산·투과하여, 노심관 내의 광섬유 모재로 받아들여지고, 전송 손실을 상승시키고 있는 것으로 생

각되었다.

[0035] 구체적으로는, 전송 손실의 상승은 이하와 같은 메카니즘(mechanism)으로 야기된다고 생각된다. 즉, 천연 석영제의 노심관은 약 1,400℃라고 하는 고온에서 사용되는 동안에 서서히 결정화(크리스토타라이트(cristobalite)화)가 진행된다. 이 결정화는, 천연 석영이 함유하고 있는 불순물이나 미세 결정을 핵으로 하여 시작되고, 수백 시간을 경과하면 피가열 영역의 대부분이 결정화된다. 이 결정화의 과정에서, 천연 석영 중에 포함되는 철(Fe) 등의 미량의 불순물은, 결정립계로 석출하여 확산한다고 생각된다. 결정립계에 있어서의 불순물의 확산 속도는, 아모퍼스(amorphous) 유리 중에서의 확산과 비교하면 훨씬 빠르다.

[0036] 그 결과, 결정화 전의 상태와 비교하면, 결정화한 천연 석영제의 노심관으로부터는, 철 등의 불순물이 노심관 내로 용이하게 방출된다. 노심관 내로 방출된 불순물의 일부는 광섬유 모재로 받아들여지고, 유리의 밀도 요동을 야기하고, 레일리(Rayleigh) 산란을 증가시킨다. 레일리 산란에 의한 광의 손실은, 광의 파장을 λ 로 하면, $1/\lambda^4$ 에 비례하는 것이 알려져 있고, 파장이 짧을수록 손실이 통상보다도 높다고 하는 상기 현상은, 이상과 같은 메카니즘으로 설명된다.

[0037] 그래서, SiCl_4 , $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ 등의 규소 화합물을 산수소 화염으로 가수분해하여 수트(soot) 퇴적체를 형성하고, 가열로에서 더 용융하고 유리화한 합성 석영을 사용하여 노심관을 제작하였다.

[0038] 이와 같은 순도가 높은 원재료를 사용하여 제작된 합성 석영관에 포함되는 불순물의 농도는, 예를 들면 철(Fe)의 경우 0.01ppm 이하이다. 그에 대해 종래부터 사용되고 있는 천연 석영은, 원재료 중의 불순물을 완전히 제거하는 것은 곤란하고, 0.1ppm 정도의 철(Fe)을 불순물로서 함유하고 있다. 표 1에 원재료 중에 포함되는 금속 불순물의 분석예를 나타내었다.

표 1

	금속 불순물 (ppm)								OH기
	Na	K	Li	Mg	Cu	Fe	Ca	Al	
천연 석영	0.3	0.4	0.6	0.05	<0.05	0.1	0.5	15	20
합성 석영	< 0.01	< 0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	< 0.01	<0.01	< 1

[0039]

[0040] 원재료에 고순도의 규소 화합물이 사용되는 합성 석영은, 불순물이나 미세 결정을 대부분 포함하고 있지 않다. 따라서, 고온 하에서 사용해도 결정화는, 천연 석영과 비교하면 매우 완만하게 되든지 진행하지 않는다. 따라서, 불순물이 적을 뿐만 아니라 장기간에 걸쳐 불순물의 확산 경로도 형성되지 않기 때문에, 합성 석영을 노심관으로서 사용하면, 노심관 내의 불순물의 방출은 대부분 일어나지 않는다고 생각된다. 따라서, 이와 같은 메카니즘에 의해 합성 석영제 노심관을 이용하여 제조되는 광섬유 모재는, 손실 증가의 리스크(risk)를 종래에 비해 훨씬 낮게 억제할 수가 있다.

[0041] 본 발명이 대상으로 하는 사용 환경 하에서는, 합성 석영의 결정화는 1,500시간에서 1mm 정도이기 때문에, 합성 석영관의 벽 두께에 1,500시간을 곱한 기간에는, 1,400℃ 이상의 고온에서 사용해도 유리층이 남아 있는 상태가 유지되고, 광섬유 모재에의 불순물 혼입의 리스크가 낮게 억제된다.

[0042] 또한, 노심관은 적어도, 가열원, 예를 들면 전기로에 의해 고온으로 가열되는 부분이 합성 석영제라면 좋고, 그 이외의 부분이 천연 석영제라도 본 발명의 효과가 저해되는 것은 아니다.

[0043] 또, 본 발명의 목적과 직접은 관계하지 않지만, 여기서 사용한 합성 석영은, OH기의 함유량이 1ppm 이하로 적고, 노심관에 함유되어 있는 수분이 광섬유의 1,380nm 부근의 손실 특성에 악영향을 미친다고 하는 특허문헌 1에 기재된 내용을 감안하면, 특허문헌 1과는 노심관의 제조 방법이 다르다고 할 수 있고, 근년들어 수요가 급속히 늘어나고 있는 저OH 함유 광섬유의 제조에 사용해도 전혀 문제가 없다. 특허문헌 1에 기재되어 있는 것 같은 흡착 수분을 제거하는 단계는, 본 발명에서 사용되는 합성 석영제의 노심관에도 마찬가지로 적용하는 것이 가능하다.

[0044] (실시예 1)

[0045] VAD법에 의해 퇴적한 다공질 유리 모재를, 비교를 위해서 용기 벽의 두께가 각각 4mm인 합성 석영제 노심관과 천연 석영제 노심관을 사용하여 각각 탈수, 소결하고, 또 다른 프로세스(process)에서 클래드(clad)를 부여하고

유리화하여 광섬유 모재로 하였다. 얻어진 광섬유 모재를 각각 선뽑기하여 파장 1,310nm에 있어서의 손실을 측정하고, 그 분포를 비교하였다. 측정된 광섬유는, 동 시기에 제조한 광섬유 모재를 선뽑기한 것이고, 합성 석영제 노심관을 사용하여 제조한 것이 177개, 천연 석영제 노심관을 사용한 것이 1,059개이다.

[0046] 도 2에 나타낸 것처럼, 천연 석영제 노심관을 사용한 것에서는, 전송 손실이 0.34dB/km를 초과하는 것은 4% 정도였다. 그에 대해, 합성 석영제 노심관을 사용한 것에서는, 전송 손실이 0.34dB/km를 초과하는 것은 전무하였다.

[0047] 또한, 1,400℃ 이상의 고온에 노출된 시간이 6,000시간을 초과한 곳에서 합성 석영제 노심관을 꺼내어 피가열부를 관찰하면, 많은 부분에서 유리층이 완전히 없어지고, 모두 결정화되어 있었다.

[0048] 본 발명의 제조 방법 및 제조 장치는 하기의 형태로 제공되어도 좋다. 광섬유 모재의 제조 방법 및 제조 장치에 있어서 다공질 유리 모재를 수용하는 합성 석영 유리제의 용기로서, 천연 석영 유리보다도 금속 불순물의 함유량이 적다. 바람직하게는, 합성 석영 유리의 금속 불순물의 함유량은 천연 석영 유리의 금속 불순물의 함유량의 10분의 1 이하이다.

[0049] 이상, 본 발명을 실시의 형태를 이용하여 설명했지만, 본 발명의 기술적 범위는 상기 실시의 형태에 기재된 범위에 한정되지 않는다. 상기 실시의 형태에 다양한 변경 또는 개량을 가하는 것이 가능하다는 것이 당업자에게 분명하다. 그와 같은 변경 또는 개량을 가한 형태도 본 발명의 기술적 범위에 포함될 수 있다는 것이 청구의 범위의 기재로부터 분명하다.

산업상 이용 가능성

[0050] 본 발명에 의하면 저손실의 광섬유가 얻어진다.

도면의 간단한 설명

[0023] 도 1의 (a)~(c)는 순서대로 다공질 유리 모재의 유리화 공정을 설명하는 모식도이다.

[0024] 도 2는 합성 석영제 노심관과 천연 석영제 노심관을 사용하여 얻은 광섬유의, 각각 1,310nm에서의 전송 손실의 분포를 비교하는 도이다.

[0025] <부호의 설명>

[0026] 1 다공질 유리 모재

[0027] 2 노심관

[0028] 3 전기로

[0029] 4 가스 도입 포트(port)

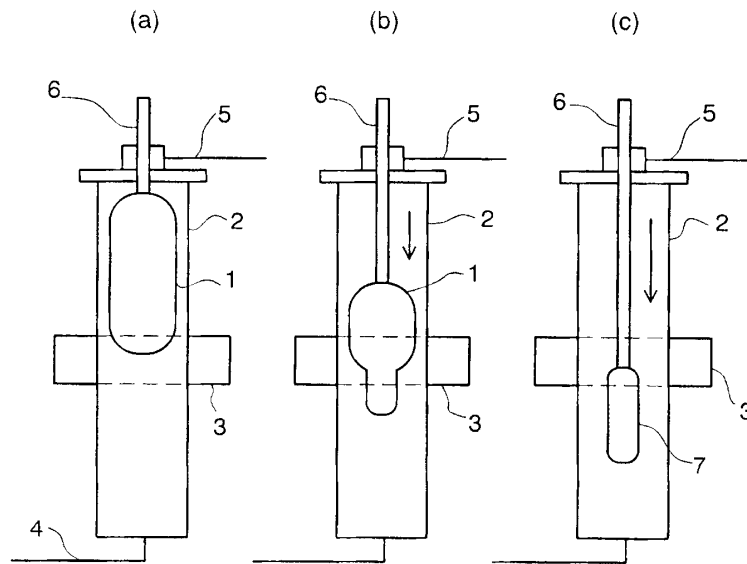
[0030] 5 가스 배출 포트

[0031] 6 샤프트(shaft)

[0032] 7 유리 모재

도면

도면1



도면2

