

(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2013-32241

(P2013-32241A)

(43) 公開日 平成25年2月14日(2013.2.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO3B 37/012 (2006.01)	CO3B 37/012 A	4G021
CO3C 13/04 (2006.01)	CO3C 13/04	4G062
CO3B 37/018 (2006.01)	CO3B 37/018 B	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2011-168706 (P2011-168706)
 (22) 出願日 平成23年8月1日(2011.8.1)

(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 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
 (72) 発明者 春名 徹也
 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

最終頁に続く

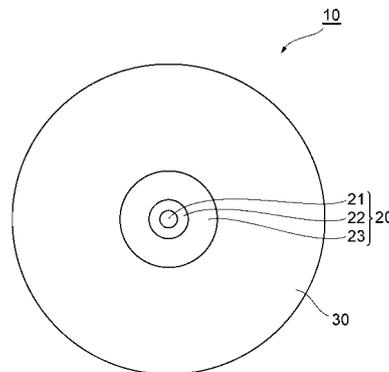
(54) 【発明の名称】 光ファイバ母材製造方法

(57) 【要約】

【課題】 上記問題点を解消する為になされたものであり、伝送損失が低い光ファイバを歩留よく製造するのに好適な光ファイバ母材を製造する方法を提供する。

【解決手段】 本発明の光ファイバ母材製造方法は、コアロッド作成工程およびクラッド部付加工程を備える。コアロッド作成工程では、Cl濃度が600atm・ppm未満である第一コア部21と、第一コア部の外周に存在しCl濃度が600atm・ppm未満である第二コア部22と、第二コア部の外周に存在しCl濃度が3000atm・ppm以上である第三コア部23とを有し、第一コア部、第二コア部および第三コア部のうち第一コア部に選択的にアルカリ金属元素が添加されたコアロッドを作成する。クラッド部付加工程では、温度1200 以上での加熱を7時間以下としてコアロッドの周囲にクラッド部30を付加する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

中心軸を含むコア部と、前記コア部の外周に存在し前記コア部より屈折率が低いクラッド部と、を有する光ファイバ母材を製造する方法であって、

中心軸を含み Cl 濃度が 600 atm・ppm 未満である第一コア部と、前記第一コア部の外周に存在し Cl 濃度が 600 atm・ppm 未満である第二コア部と、前記第二コア部の外周に存在し Cl 濃度が 3000 atm・ppm 以上である第三コア部とを有し、前記第一コア部、前記第二コア部および前記第三コア部のうち前記第一コア部に選択的にアルカリ金属元素が添加されたコアロッドを作成するコアロッド作成工程と、

前記コアロッドの周囲にクラッド部を付加するクラッド部付加工程と、
を備え、

前記クラッド部付加工程において、温度 1200 以上での加熱を 7 時間以下として前記コアロッドの周囲に前記クラッド部を付加する、

ことを特徴とする光ファイバ母材製造方法。

【請求項 2】

前記第二コア部の径 d_2 と前記第一コア部の径 d_1 との比 (d_2 / d_1) が 1.2 以上 2.5 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材製造方法。

【請求項 3】

前記比 (d_2 / d_1) が 1.5 以上 2.5 以下であることを特徴とする請求項 2 に記載の光ファイバ母材製造方法。

【請求項 4】

前記クラッド部付加工程において、温度 1200 以上での加熱を 1 時間以下として前記コアロッドの周囲に前記クラッド部を付加する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材製造方法。

【請求項 5】

前記クラッド部付加工程において、前記クラッド部となるべき石英ガラスパイプに前記コアロッドを挿入して両者を一体化することで、前記コアロッドの周囲にクラッド部を付加する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、光ファイバ母材製造方法に関するものである。

【背景技術】**【0002】**

アルカリ金属元素がコア領域に添加された石英ガラスの光ファイバが知られている（特許文献 1～9 を参照）。光ファイバ母材のコア部にアルカリ金属元素が添加されていると、光ファイバ母材を線引するときにコア部の粘性を下げることができ、石英ガラスのネットワーク構造の緩和が進行するため、光ファイバの伝送損失を低減することが可能であるといわれている。

【0003】

アルカリ金属元素を石英ガラス中に添加する方法としては拡散法が知られている（例えば特許文献 1, 2 を参照）。拡散法は、原料となるアルカリ金属元素またはアルカリ金属塩などの原料蒸気をガラスパイプ内に導入しながら、ガラスパイプを外部熱源により加熱したり、ガラスパイプ内にプラズマを発生させたりすることで、アルカリ金属元素をガラスパイプの内表面に拡散添加するものである。

【0004】

このようにしてアルカリ金属元素をガラスパイプの内表面近傍に添加した後、このガラスパイプを加熱して縮径させる。縮径後、アルカリ金属元素の添加の際に同時に添加されてしまう Ni や Fe などの遷移金属元素を除去する目的で、ガラスパイプの内表面のある

10

20

30

40

50

厚みをエッチングする。アルカリ金属元素は遷移金属元素よりも拡散が速いためガラス表面をある厚みでエッチングして遷移金属元素を除去してもアルカリ金属元素を残留させることが可能である。エッチング後、ガラスパイプを加熱して中実化することで、アルカリ金属元素添加コアロッドを製造する。このアルカリ金属元素添加コアロッドの外側にクラッド部を合成することで光ファイバ母材を製造する。そして、この光ファイバ母材を線引することで光ファイバを製造することができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特表2005-537210号公報

10

【特許文献2】米国特許出願公開第2006/0130530号明細書

【特許文献3】特表2007-504080号公報

【特許文献4】特表2008-536190号公報

【特許文献5】特表2010-501894号公報

【特許文献6】特表2009-541796号公報

【特許文献7】特表2010-526749号公報

【特許文献8】国際公開第98/002389号

【特許文献9】米国特許第5146534号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0006】

本発明者は、石英ガラスの光ファイバにおいてアルカリ金属元素とCl元素とを共存させることが低損失化に有効であることを見出した。しかし、光ファイバ母材のコア部にアルカリ金属元素およびCl元素が共に添加されていると、石英ガラス中にアルカリ金属塩化物の結晶や気泡が生成される、このアルカリ金属塩化物の結晶や気泡は、光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する工程で光ファイバの断線や外径変動を生じさせ、また、光ファイバの局所的な伝送損失を悪化させて、光ファイバ製造歩留を悪化させる要因となる。

【0007】

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、伝送損失が低い光ファイバを歩留よく製造するのに好適な光ファイバ母材を製造する方法を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の光ファイバ母材製造方法は、中心軸を含むコア部と、コア部の外周に存在しコア部より屈折率が低いクラッド部と、を有する光ファイバ母材を製造する方法であって、中心軸を含みCl濃度が600atm・ppm未満である第一コア部と、第一コア部の外周に存在しCl濃度が600atm・ppm未満である第二コア部と、第二コア部の外周に存在しCl濃度が3000atm・ppm以上である第三コア部とを有し、第一コア部、第二コア部および第三コア部のうち第一コア部に選択的にアルカリ金属元素が添加されたコアロッドを作成するコアロッド作成工程と、コアロッドの周囲にクラッド部を付加するクラッド部付加工程と、を備え、クラッド部付加工程において、温度1200以上での加熱を7時間以下としてコアロッドの周囲にクラッド部を付加することを特徴とする。

40

【0009】

第二コア部の径 d_2 と第一コア部の径 d_1 との比(d_2/d_1)は、1.2以上2.5以下であるのが好ましく、また、1.5以上2.5以下であるのが更に好ましい。クラッド部付加工程において、温度1200以上での加熱を1時間以下としてコアロッドの周囲にクラッド部を付加するのが好ましい。また、クラッド部付加工程において、クラッド部となるべき石英ガラスパイプにコアロッドを挿入して両者を一体化することで、コアロッドの周囲にクラッド部を付加するのが好ましい。

50

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、伝送損失が低い光ファイバを歩留よく製造するのに好適な光ファイバ母材を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本実施形態の光ファイバ母材製造方法により製造されるべき光ファイバ母材10の断面図である。

【図2】コアロッド作成工程を説明する図である。

【図3】クラッド部付加工工程を説明する図である。

10

【図4】クラッド部付加工工程を説明する図である。

【図5】クラッド部付加工工程の各条件における結晶発生の有無を示すグラフである。

【図6】クラッド部付加工工程の各条件における結晶発生の有無をまとめた図表である。

【図7】第二コア部22の径 d_2 と第一コア部21の径 d_1 との比 (d_2/d_1) と光ファイバの伝送損失との関係を示すグラフである。

【図8】第二コア部22の径 d_2 と第一コア部21の径 d_1 との比 (d_2/d_1) と光ファイバの伝送損失との関係をまとめた図表である。

【図9】光ファイバの屈折率プロファイルを示す図である。

【図10】光ファイバの屈折率プロファイルの他の例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

20

【0012】

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。

【0013】

図1は、本実施形態の光ファイバ母材製造方法により製造されるべき光ファイバ母材10の断面図である。光ファイバ母材10は、石英ガラスからなり、中心軸を含むコア部20と、このコア部20の外周に存在しコア部20より屈折率が低いクラッド部30とを有する。また、コア部20は、中心軸を含む第一コア部21と、第一コア部21の外周に存在する第二コア部22と、第二コア部22の外周に存在する第三コア部23とを有する。

【0014】

30

第一コア部21のCl濃度は600atm・ppm未満である。第二コア部22のCl濃度は600atm・ppm未満である。第三コア部23のCl濃度は3000atm・ppm以上である。第一コア部21、第二コア部22および第三コア部23のうち第一コア部21に選択的にアルカリ金属元素が添加されている。

【0015】

本実施形態の光ファイバ母材製造方法は、コア部20となるべきコアロッドを作成するコアロッド作成工程と、このコアロッドの周囲にクラッド部30を付加するクラッド部付加工工程とを備える。

【0016】

図2は、コアロッド作成工程を説明する図である。Cl濃度が600atm・ppm未満である石英系ガラスパイプ1の内部に、熱源(電気炉やバーナなど)2により加熱されたアルカリ金属原料3のガスをキャリアガス(O_2 ガス、Arガス、Heガスなど)と共に供給する。これと共に、ガラスパイプ1を外部熱源(熱プラズマや酸水素火炎など)4により加熱する。これにより、ガラスパイプ1の内表面からガラスパイプ1にアルカリ金属元素を拡散添加する。

40

【0017】

このガラスパイプ1を加熱して縮径し、ガラスパイプ1の内面をエッチングして、アルカリ金属元素の添加の際に同時に添加されてしまうNiやFeなどの遷移金属元素やOH基を除去する。ガラスパイプ1を中実化して、ガラスロッドを作製する。このガラスロッドのうちアルカリ金属元素が添加されている中心部が第一コア部21となる。ガラスロッド

50

ド1の外周面を一定量だけ研削して、外周面の遷移金属元素やOH基を除去する。これにより、ガラスロッド1の周縁部は、アルカリ金属元素および塩素元素の双方が低濃度である第二コア部22となる。

【0018】

ガラスロッド1の外周に第三コア部23を形成して、コア部20となるべきコアガラスロッドを作製する。第三コア部23は、3000atm・ppm以上の高濃度のCl元素が添加された石英系ガラスを合成することで形成される。或いは、第三コア部23は、3000atm・ppm以上の高濃度のCl元素が添加された石英系ガラスパイプをコラプスすることで形成される。この第三コア部23の外周にクラッド部30を形成して、光ファイバ母材10を製造する。

10

【0019】

図3は、クラッド部付加工程を説明する図である。同図に示されるクラッド部付加工程（以下「クラッド焼結法」という。）は、VAD法やOVD法等によりバーナ5から原料ガス等（SiCl₄, O₂, H₂）を噴出してガラス微粒子堆積体30Aをコアロッド20の外周に形成し（同図（a）、煤付工程）、ヒータ6により加熱することでガラス微粒子堆積体30Aを透明化してクラッド部30として（同図（b）、焼結工程）、光ファイバ母材10を製造する。

【0020】

図4は、他のクラッド部付加工程を説明する図である。同図に示されるクラッド部付加工程（以下「ロッドインコラプス法」という。）は、クラッド部30となるべきパイプ材30Bを準備し、そのパイプ材30Bの中にコアロッド20を挿入し、バーナ7によりパイプ材30Bの外側を加熱することで両者を一体化（中実化）して、光ファイバ母材10を製造する。

20

【0021】

第一コア部21に添加されたアルカリ金属元素は、拡散速度が非常に速く、加熱時間が長いと広い範囲に拡散する。図3に示されるクラッド焼結法によるクラッド部付加工程では、特に焼結工程において、一般に少なくとも1200以上の温度で8時間以上の加熱が必要である。このとき、第一コア部21のアルカリ金属元素の拡散が進み、低Cl濃度（<600atm・ppm）の第二コア部22と高Cl濃度（>3000atm・ppm）の第三コア部23との界面において、アルカリ金属元素とCl元素とが反応し、結晶化や気泡の要因となる塩となる。

30

【0022】

次に、第一コア部21にアルカリ金属元素としてカリウム元素を添加した場合について実験を行って得られた結果について説明する。この実験では、ガラスパイプ1のCl濃度（すなわち、第一コア部21および第二コア部22それぞれのCl濃度）を300atm・ppmとした。第三コア部23のCl濃度を10000atm・ppmとした。クラッド部付加工程では、第一コア部21におけるカリウム元素濃度、第二コア部22の径d₂と第一コア部21の径d₁との比(d₂/d₁)、および、温度1200以上の加熱時間、の各パラメータを種々の値として、各条件の下で製造された光ファイバ母材10の第二コア部22と第三コア部23との界面における結晶発生の有無を調べた。なお、比(d₂/d₁)が大きいほど、低Cl濃度の第二コア部22が厚い。温度1200以上の加熱時間が8時間以上であるときはクラッド焼結法を採用し、その加熱時間が8時間未満であるときはロッドインコラプス法を採用した。

40

【0023】

図5は、クラッド部付加工程の各条件における結晶発生の有無を示すグラフである。また、図6は、クラッド部付加工程の各条件における結晶発生の有無をまとめた図表である。これらの図から、第二コア部22の径d₂と第一コア部21の径d₁との比(d₂/d₁)が一定であるときは、カリウム濃度が高いほど、短い加熱時間で結晶が発生することが分かる。また、比(d₂/d₁)が大きいほど、加熱時間が長くても結晶が発生しにくいことが分かる。

50

【0024】

図7は、第二コア部22の径 d_2 と第一コア部21の径 d_1 との比(d_2/d_1)と光ファイバの伝送損失との関係を示すグラフである。また、図8は、第二コア部22の径 d_2 と第一コア部21の径 d_1 との比(d_2/d_1)と光ファイバの伝送損失との関係をまとめた図表である。なお、光ファイバの伝送損失は波長1550nmでの値である(以下、同様)。これらの図から、第一コア部21製造時の第一コア部21の平均カリウム濃度が100atm・ppmであるときは、比(d_2/d_1)が2.5以下であれば、伝送損失が0.180dB/km未満であることが分かる。

【0025】

第一コア部21のカリウム濃度が高いほど、比(d_2/d_1)が大きくても伝送損失の悪化は緩和される。しかし、第一コア部21の平均カリウム濃度が1000atm・ppmであるときであっても、比(d_2/d_1)が3.5より大きくなると、伝送損失は0.180dB/km付近まで高くなる。これは、比(d_2/d_1)が大きくなることで、コア部20に占める低C1ガラスの割合が高くなり、伝送損失が悪化したためである。

10

【0026】

一方、第一コア部21製造時の平均カリウム濃度が100atm・ppmと低くても、比(d_2/d_1)が2.5以下であれば、カリウムを添加していない純石英コアファイバの平均的な伝送損失である0.180dB/kmを下回ることができる。また、比(d_2/d_1)が2.5で、第一コア部21製造時の平均カリウム濃度が1000atm・ppmと高くても、1200以上の温度での加熱時間を7時間以下にすることで結晶化を抑制することができる。

20

【0027】

したがって、クラッド部付加工程は、クラッド用パイプにコアロッドを挿入した後に一体化(コラプス化)するロッドインコラプス法により、1200以上の加熱を7時間以下で実施することが好ましい。また、ロッドインコラプス法を用いてのクラッド部合成時は、加熱時間の延べ時間が7時間以下であれば、ロッドインコラプスを複数回に分けて行ってもよい。

【0028】

このようにして光ファイバ母材10を製造することにより、光ファイバ母材10においてアルカリ金属元素とC1元素とを互いに隔離して、アルカリ金属塩化物の生成を抑えることができる。この光ファイバ母材を線引して光ファイバを製造する際に、光ファイバの断線や外径変動の発生を抑制することができ、また、光ファイバの局所的な伝送損失の悪化を回避することができ、伝送損失が低い光ファイバを歩留よく製造することができる。

30

【0029】

温度1200以上の加熱を1時間まで短縮することで、比(d_2/d_1)を1.5まで下げることができ、伝送損失を0.162dB/kmまで低減できることが分かる。また、温度1200以上の加熱を0.5時間以下まで短縮することで、比(d_2/d_1)を1.2まで下げることができ、伝送損失を0.161dB/kmまで低減できることが分かる。

40

【0030】

よって、第二コア部22の径 d_2 と第一コア部21の径 d_1 との比(d_2/d_1)は1.2以上2.5以下であることが好ましく、温度1200以上の加熱は7時間以下、更には1時間以下、更には0.5時間以下であることが好ましい。

【0031】

また、このとき第一コア部21とコア部20全体との断面積比は1:20であり、光ファイバ母材でのコア部20全体の平均カリウム濃度は第一コア部21のカリウム濃度の1/20であった。つまり、第一コア部21製造時の平均カリウム濃度が100atm・ppmであるとき、コア部20全体の平均カリウム濃度は約5atm・ppmであった。

【0032】

50

以上までに説明した光ファイバ母材製造方法により製造された光ファイバ母材を線引して、光ファイバを製造した。図9は、この光ファイバの屈折率プロファイルを示す図である。この光ファイバの光学特性は以下のとおりであった。波長分散（波長1550nm）は+15.5~+16.2ps/nm/kmであり、スロープ（波長1550nm）は+0.052~+0.054ps/nm²/kmであり、零分散波長は1307~1315nmであり、零分散波長における分散スロープは+0.080~+0.083ps/nm²/kmであった。実効断面積（波長1550nm）は78~84μm²であり、モードフィールド径（波長1550nm）は9.9~10.6μmであり、モードフィールド径（波長1310nm）は8.8~9.5μmであった。光ファイバカットオフ波長（2m）は1280~1340nmであり、ケーブルカットオフ波長（22m）は1190~1250nmであった。また、偏波モード分散（C,Lバンド帯）は0.04~0.12ps/kmであり、非線形係数（波長1550nm、ランダム偏波状態）=0.9~1.1(W·km)⁻¹であった。このように低伝送損失の光ファイバが得られた。

10

【0033】

また、コア部20の直径は6~20μmであってよく、コア部20とクラッド部30との比屈折率差は0.2~0.5%であって良い。また、クラッド部30にはフッ素が添加され、コア部20よりクラッド部30の平均の屈折率が低く、コア部20にはClおよびFのハロゲン及びアルカリ金属元素がされており、各元素添加濃度はハロゲン濃度が最も高いような石英系ガラスであると、伝送損失が低減する。更に、コア部20およびクラッド部30それぞれは屈折率構造を有しても良く、例えば図10に示されるようなプロファイルであってよいが、これらに制限されることはない。更に、カリウムの濃度が高いほど放射線照射による損失増が高くなり、カリウム濃度の上限は500atm·ppmが最適である。

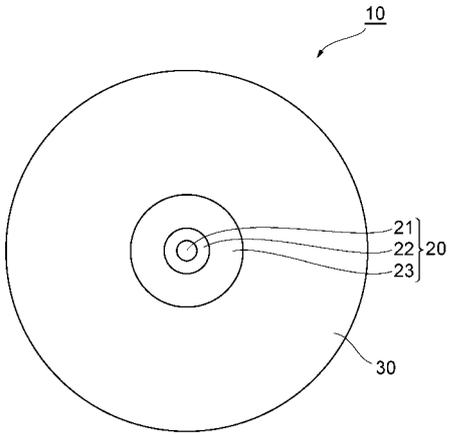
20

【符号の説明】

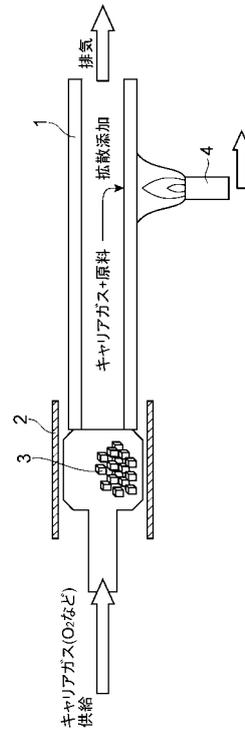
【0034】

1...ガラスパイプ、2...熱源、3...アルカリ金属原料、4...外部熱源、5...バーナ、6...ヒータ、7...バーナ、10...光ファイバ母材、20...コア部、21...第一コア部、22...第二コア部、23...第三コア部、30...クラッド部。

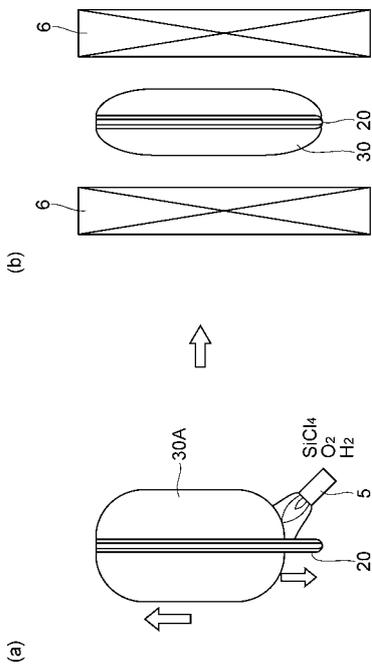
【 図 1 】



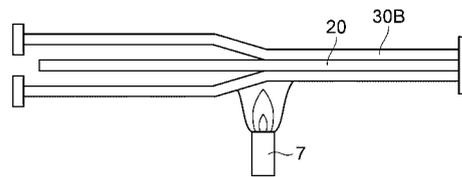
【 図 2 】



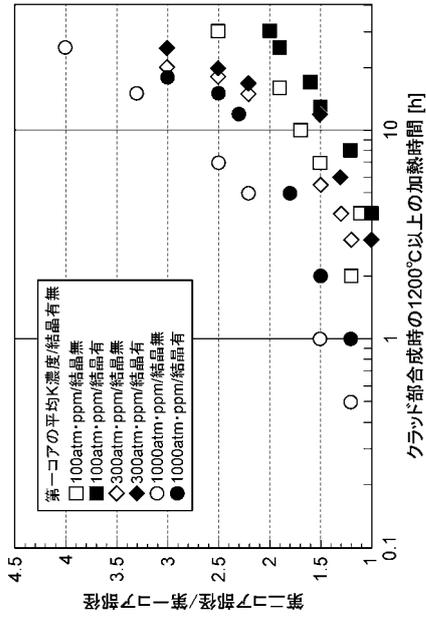
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】

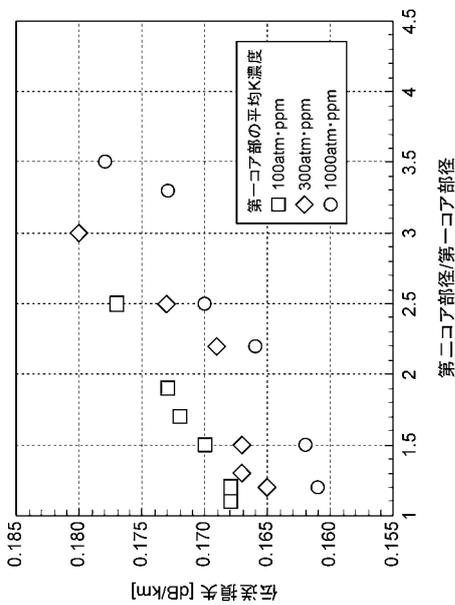
第一コア部の平均カリウム濃度: 100atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 300atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 1000atm・ppm	
クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径	クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径	クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径
4	1.1	3	1.2	0.5	1.2
2	1.2	4	1.3	1	1.5
7	1.5	5.5	1.5	5	2.2
10	1.7	15	2.2	7	2.5
16	1.9	18	2.5	15	3.3
30	2.5	20	3	25	4

結晶無し

第一コア部の平均カリウム濃度: 100atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 300atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 1000atm・ppm	
クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径	クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径	クラッド部合成時の加熱時間	第二コア部径/第一コア部径
4	1	3	1	1	1.2
8	1.2	6	1.3	2	1.5
13	1.5	12	1.5	5	1.8
17	1.6	17	2.2	12	2.3
25	1.9	20	2.5	15	2.5
30	2	25	3	18	3

結晶養生

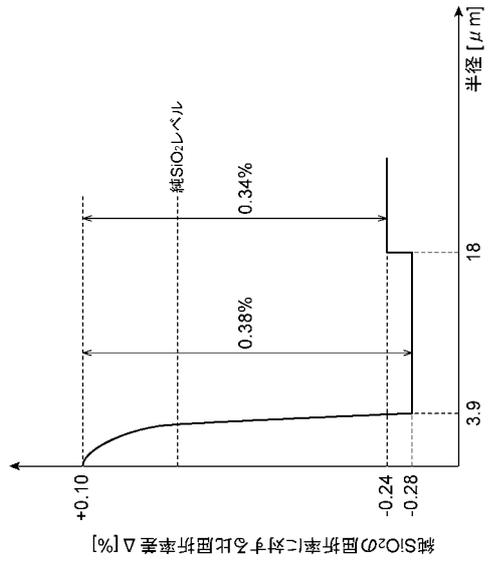
【 図 7 】



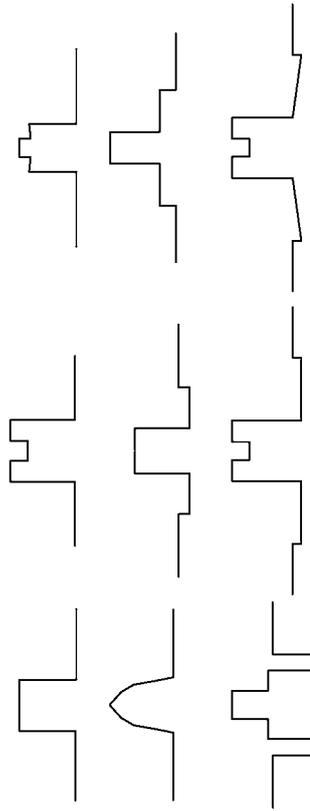
【 図 8 】

第一コア部の平均カリウム濃度: 100atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 300atm・ppm		第一コア部の平均カリウム濃度: 1000atm・ppm	
第二コア部径/第一コア部径	伝送損失 [dB/km]	第二コア部径/第一コア部径	伝送損失 [dB/km]	第二コア部径/第一コア部径	伝送損失 [dB/km]
1.1	0.168	1.2	0.165	1.2	0.161
1.2	0.168	1.3	0.167	1.5	0.162
1.5	0.17	1.5	0.167	2.2	0.166
1.7	0.172	2.2	0.169	2.5	0.17
1.9	0.173	2.5	0.173	3.3	0.173
2.5	0.177	3	0.18	3.5	0.178

【 図 9 】



【 図 10 】



フロントページの続き

(72)発明者 平野 正晃

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

(72)発明者 田村 欣章

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) 4G021 BA02 BA04 EA02 EB19 EB24

4G062 AA07 BB02 LA10