

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4124198号

(P4124198)

(45) 発行日 平成20年7月23日(2008.7.23)

(24) 登録日 平成20年5月16日(2008.5.16)

(51) Int.Cl.	F I
CO3B 37/018 (2006.01)	CO3B 37/018 B
CO3B 37/014 (2006.01)	CO3B 37/014 Z
GO2B 6/00 (2006.01)	GO2B 6/00 356A

請求項の数 17 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2004-530644 (P2004-530644)	(73) 特許権者	503435147
(86) (22) 出願日	平成15年8月20日 (2003.8.20)		エルジー ケーブル リミテッド
(65) 公表番号	特表2005-525289 (P2005-525289A)		LG Cable Ltd.
(43) 公表日	平成17年8月25日 (2005.8.25)		大韓民国 135-090 ソウル, ガ
(86) 国際出願番号	PCT/KR2003/001678		ンナム-グ, サムスン-ドン アセム
(87) 国際公開番号	W02004/018374		タワー 159 19-20F
(87) 国際公開日	平成16年3月4日 (2004.3.4)		19-20F ASEM Tower 1
審査請求日	平成16年8月6日 (2004.8.6)		59 Samsung-dong, Ga
(31) 優先権主張番号	10-2002-0049108		ngnam-gu, Seoul 135
(32) 優先日	平成14年8月20日 (2002.8.20)	(74) 代理人	100097180
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		弁理士 前田 均
		(74) 代理人	100099900
			弁理士 西出 眞吾

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 脱水及び脱塩素工程を含むMCVD法を用いた光ファイバ母材の製造方法及びこの方法により製造された光ファイバ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

回転する蒸着管の軸方向に沿って往復動する火炎提供手段を用いて、前記蒸着管内にクラッドとコアを形成するMCVD法を用いた光ファイバ母材の製造方法であって、

(a) 前記蒸着管内にハロゲン化合物系列のスト生成ガス及び酸素ガスを導入しながら、スト焼結温度以下でスト生成反応を誘発して、前記蒸着管の内側壁に空隙のあるスト層を形成する段階と、

(b) 前記蒸着管内に脱水ガスを導入して前記空隙を維持しながら、前記スト層内に存在する水酸基を除去する段階と、

(c) 前記蒸着管内に脱塩素ガスを導入して前記空隙を維持しながら、前記スト層内に存在する塩素不純物を除去する段階と、

(d) 前記蒸着管をスト焼結温度以上の温度で加熱して前記スト層を焼結させる段階と、を含むプロセスを、屈折率プロファイルに応じてスト生成ガスの組成を変化させながら、繰り返して行うことを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 2】

前記(a)段階は、1600 以下の温度で行われることを特徴とする請求項1に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 3】

前記(a)段階は、1400 ~ 1600 の温度範囲から選択された温度で行われることを特徴とする請求項1に記載の光ファイバ母材の製造方法。

10

20

【請求項 4】

前記(b)段階は、スート焼結温度以下の条件で行われることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 5】

前記(b)段階は、1200 以下の温度で行われることを特徴とする請求項 4 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 6】

前記(b)段階は、900 ~ 1200 の温度範囲から選択された温度で行われることを特徴とする請求項 4 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 7】

前記(b)段階において、火炎提供手段の移送速度は、700 mm/min 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の製造方法。

【請求項 8】

前記(b)段階の脱水ガスは塩素ガスであり、前記塩素ガスは不活性キャリアガスと混合された混合ガスの形態で蒸着管に供給されることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 9】

前記(c)段階は、スート焼結温度以下で行われることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 10】

前記(c)段階は、(b)段階の温度より50 以上高く、1200 より低い温度で行われることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 11】

前記(c)段階の火炎提供手段の移送速度は、700 mm/min 以下で維持されることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 12】

前記(c)段階の前記脱塩素ガスは酸素ガスであり、前記酸素ガスは不活性キャリアガスとの混合ガスで蒸着管に供給されることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 13】

前記(d)段階で、前記蒸着管内に酸化雰囲気造成ガスと脱水ガスをともに導入して、前記スート層の焼結と同時に前記スート層内の残存水酸基をさらに除去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の製造方法。

【請求項 14】

前記(d)段階は、1700 以上の温度で行われることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 15】

前記(d)段階の火炎提供手段の移送速度は、700 mm/min 以下で維持されることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 16】

前記屈折率プロファイルは、クラッドとコアの屈折率に対応され、前記クラッド及びコアの直径比 D/d は 2.0 ~ 2.5 範囲から決定されることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 17】

回転する蒸着管の軸方向に沿って往復動する火炎提供手段を用いて、前記蒸着管内にクラッドとコアを形成する MCV D 法を用いた光ファイバ母材の製造方法であって、

(a) 前記蒸着管内にハロゲン化合物系列のスート生成ガス及び酸素ガスを導入しながら、往復動するトーチを用いて前記蒸着管を 1400 ~ 1600 範囲の温度で加熱して、空隙のあるシリカスート層を前記蒸着管の内壁に生成する段階と、

(b) 前記蒸着管内に塩素ガス及び不活性キャリアガスを含む混合ガスを導入しながら、

10

20

30

40

50

700 mm/min以下の速度で往復動するトーチを用いて前記管を900～1200範囲の温度で加熱して、前記シリカコート層内の水酸基を除去する段階と、

(c)前記蒸着管内に酸素ガス及び不活性キャリアガスを含む混合ガスを導入しながら、700 mm/min以下の速度で往復動するトーチを用いて前記管を前記脱水工程より50以上高く1200より低い温度で加熱して、前記シリカコート層内の塩素不純物を除去する段階と、

(d)前記蒸着管内に塩素ガス、酸化雰囲気造成ガス及び不活性キャリアガスを含む混合ガスを導入しながら、700 mm/min以下の速度で往復動するトーチを用いて前記蒸着管を1700以上の温度で加熱して、シリカコート層内の水酸基を除去すると同時に焼結させる段階と、を含むプロセスを、屈折率プロファイルに応じてコート生成ガスの組成を変化させながら、繰り返して行うことを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、脱水及び脱塩素工程を含む内付け化学気相蒸着(Modified Chemical Vapor Deposition;MCVD)工法を用いた光ファイバ母材の製造方法及びこの方法により製造された光ファイバに関するもので、詳しくはMCVD法により蒸着管内にクラッドとコアを蒸着する際に、光損失を引き起こす水酸基及び塩素不純物の濃度を所定レベル以下に制御できる光ファイバ母材の製造方法及びその方法により製造された光ファイバに関する。

【背景技術】

【0002】

MCVD法は、広く用いられる光ファイバ製造工法の一つであり、蒸着管の内壁にクラッドを先に形成した後、その内部にコアを形成する工法である。

【0003】

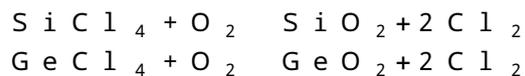
従来技術によるMCVD法においては、図1に示したように酸化珪素からなる蒸着管1を旋盤(図示せず)に取り付けたのち、蒸着管1を回転させながら $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ 、 $POCl_3$ のようなハロゲン化合物(halide)に属するコート(soot)生成ガスを酸素ガスとともに蒸着管1内部に吹き込む。同時に、火炎バーナまたはトーチなどの火炎提供手段2を蒸着管1の軸方向に沿って周期的に往復移送させて、蒸着管1を1600以上の温度で加熱することにより、蒸着管1内に導入されたコート生成ガスを酸素ガスと反応させる。

【0004】

火炎提供手段2が一回往復するたびに、蒸着管1内の火炎直上方では、下記の反応式1のようなコート生成ガスの酸化反応により微粉状のコート3が生成される。このコートは、火炎提供手段2が進んでいく方向のまだ加熱されていない蒸着管1の内壁へ熱泳動現象(thermophoresis)により移動して蒸着管1の内側表面に堆積される。

【0005】

反応式1



蒸着管1の内部表面に所定の厚さに形成されたコート層3aは、直後にくる火炎提供手段2が提供する1600以上の高温により焼結(sintering)されて、所定の厚さの透明なガラス層4に変化する。

【0006】

火炎提供手段2の往復移送によるコート3の生成、安着及び焼結は、予め定められた工程条件により繰り返され、これにより多数のクラッド層とコア層が蒸着管1の中心軸方向に繰り返して形成されて、光ファイバ母材が製造される。このとき、クラッドとコアは、相異なる屈折率を持つため、蒸着管1内に導入されるコート生成ガスの組成は、製造される光ファイバ母材の屈折率プロファイルにより制御される。このように製造された光ファ

10

20

30

40

50

イバ母材は、図2に示したように最外郭に蒸着管7を備え、蒸着管7の内側には、直径Dのクラッド6と直径dのコア5を備える。

【0007】

光ファイバは、光ファイバ母材の崩壊(c o l l a p s i n g)工程と、線引き工程を通じて製造される。このように製造された光ファイバを用いる光信号の伝送は、一般に1310nm~1550nmの波長帯域で行われるが、信頼性のある光信号の伝送が可能になるためには、前記波長帯域で光ファイバの光損失が一定水準以下に制御されなければならない。

【0008】

光ファイバの最も重要な特性である光損失は、コアとクラッドの密度差及び組成差に起因するレイリー散乱(R a y l e i g h s c a t t e r i n g)損失と、原子内の電子転移エネルギー吸収による紫外線吸収損失と、格子振動時エネルギー吸収による赤外線吸収損失と、水酸基の振動による水酸基吸収損失と、巨視的曲げ損失となどから構成される。

【0009】

ところが、上記のような様々な種類の光損失を起こす惹起因子のうち、MCVD法により製造された光ファイバ母材から線引をした光ファイバの場合は、水酸基の振動による水酸基の吸収損失とレイリー散乱損失が有意義に引き起こされるため、これに対する適切な制御が要求されている。

【0010】

具体的に、従来のMCVD法による光ファイバ母材の製造においては、蒸着管1内に微量の水蒸気が不純物として存在する。この水蒸気は、火炎提供手段2での燃焼反応により派生された水蒸気が蒸着管1の表面や微細なリーク(l e a k)を通じて拡散されたり、或いはスート生成ガスとともに蒸着管1に導入されたものである。

【0011】

蒸着管1内に存在する水蒸気は、MCVD法が行われる過程において、図3に示したようにスート3の表面に物理的かつ化学的に吸着してSi-OH結合を形成する。ところが、スート3の吸着及び焼結が殆ど同時に行われるMCVD法では、不純物除去のための拡散経路として用いられるスート層3aの空隙が、スート層3aの焼結により塞がるため、スート3に含まれた水酸基の除去が容易ではない。

【0012】

本発明が属する技術分野でよく知られているように、スート3におけるSiと化学結合された水酸基は、光信号の伝送波長帯域のうち1385nm波長帯で、水酸基の振動による吸収損失を引き起こして光信号の伝送特性を劣化させる。これにより、従来には1385nm波長帯の近傍である1340nm~1460nmの波長帯域では光ファイバを光信号の伝送用として使用できなかった。

【0013】

1310nmから1550nmまでの波長帯域を全部使用するためには、光ファイバ内の水酸基による1385nm波長帯の吸収損失が1310nm波長帯の平均的光損失値である0.34dB/Kmより小さな値を持たなければならない。

【0014】

シリカ光ファイバにおいては、ゲルマニウム酸化物とシリコン酸化物とから構成されたコアが、材料自体の密度差と組成差に起因する約0.28dB/Km程度のレイリー散乱損失を持つ。従って、水酸基による吸収損失が0.06dB/Km(0.34dB/Km-0.28dB/Km)以下に制御されると、光ファイバを1310nmから1550nmまでの全波長帯域で使用できる。理論的計算によると、水酸基による吸収損失を0.06dB/Km以下に制御しようとする、光ファイバ内の水酸基濃度が1ppb以下にならなければならない。しかし、0.1μmの直径を持つスート3粒子の表面に二つの水酸基のみが存在しても、これをppb濃度と光損失値に各々換算すると、約30ppb及び0.75dB/Kmに至るため、1385nm波長帯での水酸基による吸収損失の問題を解決することは非常に難しいことと今まで知られてきた。

10

20

30

40

50

【0015】

勿論、水酸基がない(OH-free)シングルモードの光ファイバは、米国特許US3、737、292、US3、823、995、US3、884、550等が提示している外部気相蒸着法(OVD; Outside Vapor Deposition)と、米国特許US4、737、179、US6、131、415等が提示している気相軸蒸着法(Vapor Axial Deposition; VAD)では製造可能と知られている。しかし、MCVD法では、米国特許US5、397、372を除いては水酸基がないシングルモード光ファイバの製造技術がまだ報告されていない。なお、米国特許US5、397、372は、無水素熱源であるプラズマ熱源を用いて水酸基がないシングルモード光ファイバを製造する技術を開示しているが、その具現可能性及び商業的価値は非常に疑わしい。

10

【0016】

一方、従来のMCVD法による光ファイバ母材の製造過程では、スート生成ガスの酸化反応により塩素ガスが副産物として生成される。また、副産物として生成された塩素ガスは、蒸着管1内に存在する不純物である水蒸気と反応することにより、ほかの不純物である塩化水素ガスを派生させるようになる。

【0017】

ところで、塩素ガスや塩化水素ガスのような塩素系不純物は、光ファイバ母材が蒸着管内で形成されていく過程において、母材内に塩素原子または分子形態で残留することもある。若し光ファイバ母材内部に塩素が残留すると、コアとクラッド間の屈折率差をさらに大きくするため、1310nm~1550nm波長帯のレイリー散乱損失(J. Non-Crystalline Solids, vol. 195, 1996, pp. 176-179)を全体的に増加させる結果をもたらす。

20

【0018】

また、MCVD法において、スート層3aの焼結は、既に前述したように1600以上の高温で行われるため、スート層3aに含まれた塩素の溶解度が減少されて光ファイバ母材に微細気泡が誘発され得る。このような微細気泡は、光ファイバの微視的な曲げ損失を引き起こす一つの要因として作用する。

【0019】

従って、MCVD法では水酸基のみならず、光ファイバ母材内に残留する塩素不純物の濃度までともに制御する必要がある。

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0020】

本発明は、前記のような問題点を解決するために創案されたもので、光吸収損失の発生要因である水酸基と、レイリー散乱損失発生要因である塩素不純物とを所定レベル以下に制御できる改善されたMCVD法による光ファイバ母材の製造方法を提供することにその目的がある。

【0021】

本発明の他の目的は、レイリー散乱損失が減少されて光ファイバの使用可能な波長帯域が従来の光ファイバより拡大され、1385nm波長帯で有意義な水酸基吸収損失特性を見せない光ファイバを提供することにある。

40

【課題を解決するための手段】

【0022】

前記の技術的課題を達成するための本発明による光ファイバ母材の製造方法は、回転する蒸着管の軸方向に沿って往復動する火炎提供手段を用いて、前記蒸着管内にクラッドとコアを形成するMCVD法を用いた光ファイバ母材の製造方法であって、前記蒸着管内にハロゲン化合物系列のスート生成ガス及び酸素ガスを導入しながら、スート焼結温度以下でスート生成反応を誘発して、前記蒸着管の内側壁に空隙のあるスート層を形成する段階と、前記蒸着管内に脱水ガスを導入して前記空隙を維持しながら、前記スート層内に存在

50

する水酸基を除去する段階と、前記蒸着管内に脱塩素ガスを導入して前記空隙を維持しながら、前記スート層内に存在する塩素不純物を除去する段階と、前記蒸着管をスート焼結温度以上の温度で加熱して前記スート層を焼結させる段階と、を含むプロセスを、屈折率プロファイルに応じてスート生成ガスの組成を変化させながら、繰り返して行うことを特徴とする。

【0023】

望ましく、前記スート層の形成段階は1600以下の温度で行われ、より望ましくは1400～1600の温度範囲から選択された値で行われる。

【0024】

前記スート層の脱水段階は1200以下の温度で行われることが望ましく、より望ましくは900～1200の温度範囲から選択された値で行われる。このとき、火炎提供手段の移送速度は700mm/min以下に維持されることが望ましい。前記脱水ガスとしては塩素ガスが用いられ、塩素ガスは不活性キャリアガスとともに蒸着管に供給されることが望ましい。

10

【0025】

前記スート層の脱塩素段階は、前記脱水段階より50以上高く1200より低い温度で行われ、前記火炎提供手段の移送速度は、700mm/min以下に維持されることが望ましい。

前記スート層の脱塩素段階での脱塩素ガスは酸素ガスが用いられ、酸素ガスは不活性キャリアガスとともに蒸着管に供給されることが望ましい。

20

【0026】

前記スート層の焼結段階では、前記蒸着管内に脱水ガスと酸化雰囲気造成ガスをともに導入して、焼結と同時にスート層に残留する水酸基をさらに除去することが望ましい。スート層の焼結は1700以上の温度で行われ、火炎提供手段の移送速度は700mm/min以下に維持されることが望ましい。

【0027】

本発明により製造される光ファイバ母材のクラッド及びコアの直径比 D/d は、2.0～2.5の範囲から決定されることが望ましい。

【0028】

前記他の技術的課題を達成するための本発明の一態様による光ファイバは、1385nmでの水酸基吸収損失ピークが0.33dB/Km以下であり、1310nmでの光損失が0.34dB/Km以下であり、1550nmでの光損失が0.20dB/Km以下であることを特徴とする。

30

【0029】

前記他の技術的課題を達成するための本発明の他の態様による光ファイバは、水酸基と塩素不純物の含量が1ppb以下であることを特徴とする。

【0030】

本発明による光ファイバのクラッド及びコアの直径比 D/d は、2.0～2.5の範囲から決定されることが望ましい。

【発明を実施するための最良の形態】

【0031】

明細書に統合されており明細書の一部を構成する添付図面は、本発明の現在の望ましい実施例を例示し、後述する望ましい実施例の詳細な説明とともに本発明の原理を説明する役割を果たす。

40

【0032】

図1は、従来のMCVD法による光ファイバ母材の製造過程を示した工程図、

図2は、従来のMCVD法により製造された光ファイバ母材の断面図、

図3は、従来のMCVD法において生成されたスートの表面に水酸基が結合されている状態を示したスート粒子構造図、

図4aないし図4dは、本発明による光ファイバ母材の製造方法を順次図示する図面であり、図4aはスーティング工程、図4bは脱水工程、図4cは脱塩素工程、図4dは焼

50

結工程、

図5は、図4bの脱水工程以後にスートの表面から水酸基が除去され塩素が再結合された状態を示したスート粒子構造図、

図6は、本発明による脱水工程及び脱塩素工程により水酸基及び塩素不純物が除去された状態のスート粒子構造図、

図7は、従来の技術により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバと、本発明により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバに対して、光信号の伝送波長帯に応じた光ファイバの損失を相互比べて示したグラフである。

【0033】

以下添付された図面に基づいて本発明の望ましい実施例を詳しく説明する。

10

【0034】

本発明による光ファイバ母材の製造方法は、MCVD法を用いるものであって、スーティング工程と、脱水工程と、脱塩素工程と、焼結工程とを含む単位プロセスを繰り返して行うことで、蒸着管内にクラッドとコアを形成する。

【0035】

具体的に、図4aは、本発明による光ファイバ母材の製造方法において蒸着管10の内部表面に空隙のあるスート層12aを形成するスーティング工程を示したものである。

【0036】

図4aを参照すると、酸化硅素からなる蒸着管10は、旋盤(図示せず)に取り付けられた状態で回転され、蒸着管10の外部にはバーナやトーチのような火炎提供手段14が前記蒸着管10の軸方向に沿って往復移送される。

20

【0037】

前記蒸着管10の内部には、ハロゲン化合物に属する $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ 、 $POCl_3$ のようなスート生成ガスを酸素ガスとともに吹き込む。このとき、火炎提供手段14は、蒸着管10の直下方で軸方向に沿って往復動しながら、直上方の蒸着管10に火炎を噴射して加熱させる。

【0038】

火炎提供手段14の直上方にある蒸着管10の部分では、高熱によりスート生成ガスの酸化反応により微粉状のスート12が生成される。このように生成されたスート12は、熱泳動現象によりまだ加熱されていない蒸着管10の内部表面に移動し堆積して、所定厚さのスート層12aを形成する。

30

【0039】

本スーティング工程が行われる過程では、従来のMCVD法と同様に、蒸着管10内にある不純物である水蒸気がスート12の表面に露出したSiと反応することで、Si-OH結合を形成したり、物理的にスート12の表面に吸着されるようになる。スート12の表面に物理的に吸着されていた水蒸気は、150の温度で蒸発されるため、あまり問題にはならない。しかし、Si-OH結合は、比較的安定しているために800以上の高温でも切れず、残存する水蒸気の拡散によりSi-OH結合が新たに生成されるため、水酸基の除去は非常に難しい。

【0040】

既に前述したように、水酸基は1385nm波長帯で大きい吸収損失を引き起こす。従って、本発明の目的を達成するためには、水酸基の濃度を好適に制御できる方法を講じるべきである。従って、本発明ではスーティング工程を行った後、シリコンと化学的親和力のある脱水ガスを用いて、別途の脱水工程を行う。脱水工程は、以後に詳しく説明される。

40

【0041】

なお、脱水工程を有効に行うためには、脱水ガスの拡散経路であるスート層12aの空隙が無くなってはいけないため、本スーティング工程ではスート層12aの焼結が誘発されないようにすることが望ましい。このため、火炎提供手段14は、スート層12aの一般的な焼結温度である1600よりは低い、スート生成ガスの酸化反応を誘発するには十分な温度条件を提供する。望ましくは、本発明によるスーティング工程は、1400

50

～ 1600 の温度で行う。これにより、本スーティング工程で形成されたスート層 12 a は、空隙のある状態を維持する。前記スート層 12 a に空隙が存在するという事は、スート 12 の曲率半径が正の値を持つことを意味するため、スート層 12 a は水酸基を除去し易い状態を保つようになる。

【0042】

図 4 b は、本発明による光ファイバ母材の製造方法において、スート層 12 a から水酸基を除去するために行う脱水工程を示す。

【0043】

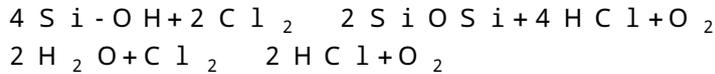
図 4 b を参照すると、本脱水工程では、スート層 12 a から水酸基を除去するために、蒸着管 10 内に脱水ガスとキャリアガスの混合ガスを導入する。本発明の実施例において、前記脱水ガスとしては塩素ガスが用いられ、前記キャリアガスとしてはヘリウムガス及び酸素ガスが用いられるが、本発明がこれに限定されるものではない。

【0044】

本発明の実施例のように、塩素ガスが含まれた混合ガスが蒸着管 10 に導入されると、塩素ガスがスート層 12 a に存在する空隙を通じてスート層 12 a の内部に拡散していくことにより、スート 12 粒子の表面で下記の反応式 2 のような脱水反応をもたらす。下記の反応式 2 による脱水反応は、塩素ガスの濃度が濃くなるほど、反応温度が増加するほど、反応時間が長くなるほど、Si-OH 結合を切るのに有効である。

【0045】

反応式 2



塩素ガスによる水酸基の除去は、スート層 12 a の焼結が始まる温度である 1200 より低い温度で行うことが望ましい。なぜならば、1200 以上の温度では、スート層 12 a で部分的に焼結反応が行われることにより、スート層 12 a に存在する空隙が減少して、スート層 12 a 内に塩素ガスが存在できる空間が減少し、特にスート層 12 a の表面が溶融されて空隙を塞ぐと、塩素ガスがスート層 12 a 内部に拡散されることが根本的に遮断されるからである。より望ましく、前記火炎提供手段 14 は、スート層 12 a で部分的な焼結も発生しないように約 900～1200 範囲の特定温度で蒸着管 10 を加熱する。

【0046】

なお、前記反応式 2 による脱水反応が十分に行われるためには、塩素ガスがスート層 12 a 内に留まる時間が保障されることが望ましい。従って、トーチ 14 の移送速度は、700mm/min 以下に維持されることが望ましい。若しトーチ 14 の移送速度が 700mm/min より速いと、塩素ガスによる脱水反応が十分に行われられない問題がある。本脱水工程では、混合ガスの総流量と脱水ガスである塩素ガスとキャリアガスの流量及び相対的分圧比を一定に維持することが望ましい。

【0047】

本脱水工程が行われると、図 5 に示したようにスート層 12 a に存在していた水酸基は除去されるが、スート層 12 a 内に残留する塩素ガスや脱水反応の副産物である塩化水素ガスがスート 12 の表面にまた吸着することにより、スート層 12 a に塩素が不純物として含まれることがある。不純物として含まれる塩素は、Si-Cl 結合または Cl 原子の形態で存在する。一方、図 4 a に示したスーティング工程でも、塩素ガスと塩化水素ガスが反応副産物として派生されるため、スーティング工程でも微量の塩素がスート層 12 a に不純物として陥入され得ることは言うまでもない。

【0048】

塩素不純物は、既に説明したように散乱損失と微細曲げ損失を引き起こす原因になるため、本発明ではスート層 12 a に含まれている塩素不純物を除去するため、スート層 12 a の焼結を行う前に、図 4 c に示したように脱塩素工程をさらに行う。

【0049】

図4cを参照すると、本脱塩素工程では蒸着管10内に酸素ガスとキャリアガスを含む混合ガスを導入しながら、火炎提供手段14を用いて焼結開始温度より低い温度範囲で蒸着管10を加熱する。本脱塩素工程に用いられる混合ガスとしては、酸素-ヘリウム混合ガスまたは酸素-窒素混合ガスなどが可能である。

【0050】

本脱塩素工程において、火炎提供手段14の蒸着管10加熱温度は、脱水工程時より50以上高く1200よりは低い範囲で選択されることが望ましい。一般に、脱水反応において H_2O と $Si-OH$ 間の水素結合または $Si-OH$ 内の $O-H$ 間の結合を切るエネルギーより、脱塩素反応において $Si-Cl$ 結合を切り、 $Si-O$ 結合の状態に変化させるのに必要なエネルギーが10倍以上大きい。従って、脱塩素工程の工程温度は、脱水工程時より約50以上高く保って、さらに多い熱エネルギーを供給することが望ましい。そして、脱塩素工程が1200以上の高温で行われると、スート層12aに存在する空隙が塞がるようになって、脱塩素反応自体の効率を低下させるため、脱塩素工程も脱水工程と同様に、焼結開始温度である1200よりは低い温度範囲で行なわれることが望ましい。

10

【0051】

本脱塩素工程においても、酸素ガスを含む混合ガスが脱水工程以後残存する塩素を十分に除去できるように、火炎提供手段14の移送速度を700mm/min以下に維持することが望ましい。若し火炎提供手段14の移送速度を700mm/minより大きくすると、塩素不純物が十分に除去されない問題がある。本脱塩素工程において、混合ガスの全体流量及び各

20

【0052】

図4dは、本発明による光ファイバ母材の製造方法において、スーティング、脱水、脱塩素工程の以後に行われる焼結工程を示す。

【0053】

図4dを参照すると、本発明による焼結工程では、火炎提供手段14を用いて蒸着管10を1700以上の高温で加熱してスート層12aを焼結させる。このとき、蒸着管10内には、焼結のための酸化雰囲気造成ガスを不活性キャリアガスとともに導入する。本発明の実施例において、前記酸化雰囲気造成ガスは酸素ガスでもよく、前記不活性キャリアガスはヘリウムでもよい。本焼結工程で、蒸着管10に供給する混合ガスの全体流量、各ガスの流量及びこれらの分圧比は一定の割合を保つことが望ましい。

30

【0054】

焼結工程以前の全工程は、全部スート層12aの焼結温度以下で行われるため、スート層12aは多孔性を維持した。しかし、本焼結工程では、多孔性粒子が1700以上の高温の熱を受けて焼結されてガラス化される。このとき、火炎提供手段14の移送速度は、スート層12aの焼結反応が十分に行われるように700mm/min以下に維持されることが望ましい。

【0055】

本焼結工程では、蒸着管10に塩素ガスをさらに導入することで、前述した脱水工程でまだ除去されなかった水酸基をさらに除去することができる。本焼結工程において、蒸着管10の内部は脱塩素作用をする酸素ガスにより酸化雰囲気が造成されているため、塩素ガスがさらに供給されてもスート層12aに塩素不純物が含まれることが防げる

40

このようにスーティング、脱水、脱塩素及び焼結工程を行うと、一層のクラッド層が形成され、この過程はクラッド層が所望の厚さになるまで持続的に繰り返す。

【0056】

また、クラッドが所望の厚さになった後は、スート生成ガスの導入割合を異なるように設定して、スーティング、脱水、脱塩素及び焼結工程を行ってコア層を形成し、コア層を一定の厚さまで生成すると光ファイバ母材が完成される。

【0057】

本発明により光ファイバ母材を製造するにおいて、蒸着されるコア5(図3参照)とクラ

50

ッド6(図3参照)は、直径割合 D/d が2.0~2.5の範囲で維持されることが望ましい。

【0058】

一般に、蒸着される物質の量は $(D/d)^2$ に比例するため、このような点を考慮すると、コア5とクラッド6の直径割合 D/d はできる限り低い方がよい。しかし、水酸基がコア側へ拡散することを防止するためには、クラッドの厚さが一定水準以上にならなければならない。従って、蒸着原料の節約と水酸基拡散の抑制という二つの点を同時に考慮すると、コアとクラッドの直径割合 D/d は、2.0~2.5の範囲で維持することが望ましい。

【0059】

前述したように、本発明の製造方法により製造された光ファイバ母材は、水酸基と塩素の含有量が1ppb以下に減少され、それにより水酸基による光吸収損失と塩素による光散乱損失が大きく改善される。

【0060】

また、前述した過程を経て完成された光ファイバ母材は、その後崩壊(collapse)工程と、線引き工程を経て光ファイバに作製される。このとき、光ファイバ母材の外部表面には各種の不純物が含まれているため、表面を1.0mm以上エッチングすることが望ましい。なぜならば、光ファイバ母材の外部表面は、火炎提供手段14の加熱により水酸基の含有量が光ファイバ母材内で最も高く各種不純物に露出しているからである。従って、光ファイバ母材の外部表面にシリカを溶かす化学物質であるフッ化水素(HF)などを用いて化学的エッチング(chemical etching)を行うと、光ファイバ母材表面の各種不純物及びppm単位で存在する多くの水酸基が除去される効果がある。

【0061】

図7は、本発明により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバと、脱水工程と脱塩素工程を除いた従来のMCVD法により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバのコアから発生する1100nmから1700nmまでの領域全体での光損失を比べて示したグラフである。図面から、従来の光ファイバコアの損失は点線で、本発明の光ファイバコアの損失は実線で示した。

【0062】

図7を参照すると、従来のMCVD法を用いて光ファイバを製造した場合、全波長帯域にわたって光損失の高いことがわかり、特に1385nm波長帯の損失が光ファイバに使用できない程高いことがわかる。しかし、本発明の改善された工法を用いて製造された光ファイバの場合、1385nm帯域の水酸基吸収損失ピーク(peak)が0.33dB/Km以下に遥かに減少したことがわかり、1310nmと1550nm帯域の散乱による光損失も各々0.34dB/Km、0.20dB/Kmより小さくて、従来のシングルモード光ファイバに比べて向上された光伝送特性を持っていることが確認できた。

【0063】

本発明により製造された光ファイバは、1280nm波長帯で0.34dB/Kmの光損失を持ち、1620nm波長帯で0.20dB/Kmの光損失を持つため、1280nm~1620nmの波長帯域でも用いられる。

【産業上の利用可能性】

【0064】

本発明によると、スーティング工程の後脱水工程を適用することで、1385nm波長帯での水酸基による光吸収損失を0.33dB/Km以下に減少させ、脱水工程時スート層内部に吸収された塩素不純物を除去するために脱塩素工程を適用することで、水酸基と塩素の含量を1ppb以下まで低めた光ファイバ母材を製造できる。

【0065】

本発明により製造された光ファイバ母材から作製された光ファイバは、1385nm波長帯での光吸収損失が0.33dB/Km以下であるのみならず、1310nm波長帯での光散乱損失が0.34dB/Kmより小さく、1550nm波長帯での光散乱損失が0.20dB/Kmより小さ

10

20

30

40

50

い。これにより、本発明を用いて製造された光ファイバは、1 2 8 0 nm ~ 1 6 2 0 nmの波長帯域でも用いられる。

【0066】

以上のように、本明細書および図面に記載された実施の形態は本発明の最も望ましい実施の形態に過ぎず、本発明の技術的思想を制限するものではなく、本出願のときにこれらに代替可能な多様な均等例と変形例があり得ることを理解すべきである。

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図1】図1は、従来のMCVD法による光ファイバ母材の製造過程を示した工程図である。

10

【図2】図2は、従来のMCVD法により製造された光ファイバ母材の断面図である。

【図3】図3は、従来のMCVD法において生成されたスートの表面に水酸基が結合されている状態を示したスート粒子構造図である。

【図4a】図4aは、本発明による光ファイバ母材の製造方法におけるスーティング工程である。

【図4b】図4bは、本発明による光ファイバ母材の製造方法における脱水工程である。

【図4c】図4cは、本発明による光ファイバ母材の製造方法における脱塩素工程である。

【図4d】図4dは、本発明による光ファイバ母材の製造方法における焼結工程である。

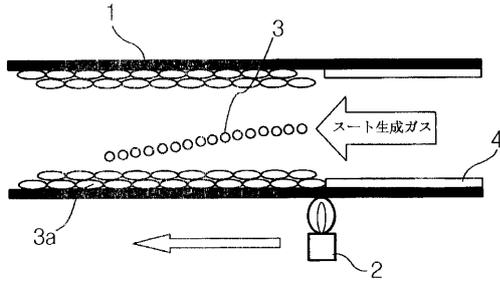
【図5】図5は、図4bの脱水工程以後にスートの表面から水酸基が除去され塩素が再結合された状態を示したスート粒子構造図である。

20

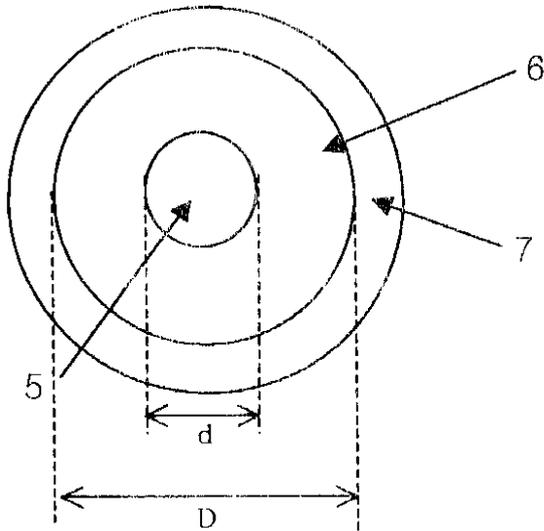
【図6】図6は、本発明による脱水工程及び脱塩素工程により水酸基及び塩素不純物が除去された状態のスート粒子構造図である。

【図7】図7は、従来の技術により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバと、本発明により製造された光ファイバ母材から線引きした光ファイバに対して、光信号の伝送波長帯に応じた光ファイバの損失を相互比べて示したグラフである。

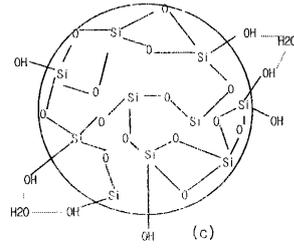
【図1】



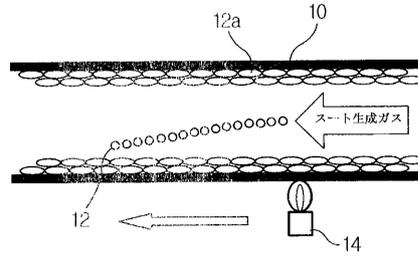
【図2】



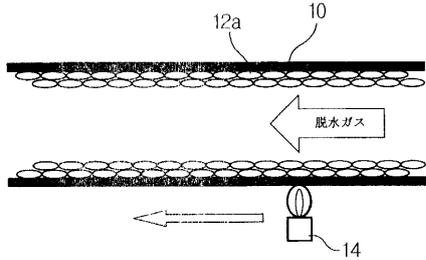
【図3】



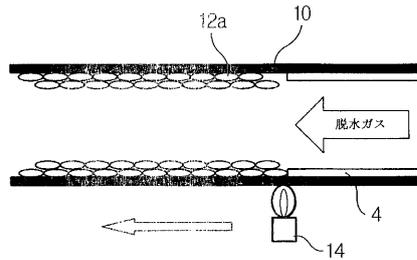
【図4a】



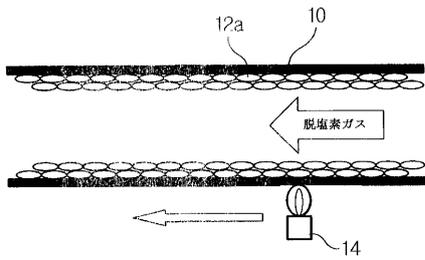
【図4b】



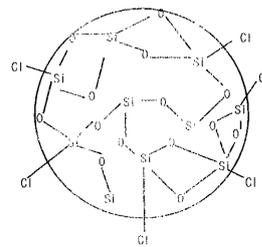
【図4d】



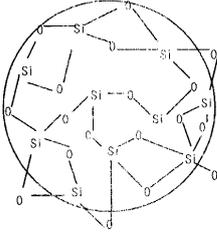
【図4c】



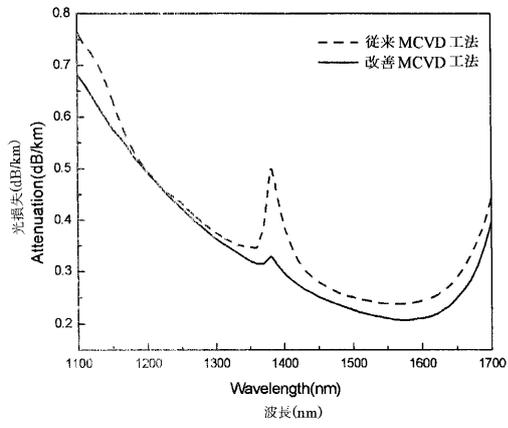
【図5】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

- (74)代理人 100111419
弁理士 大倉 宏一郎
- (74)代理人 100117927
弁理士 佐藤 美樹
- (72)発明者 ヤン, キ-ワン
リパブリック オブ コリア 156-090 ソウル, ドンヤク-グ, サダン-ドン 91
-137
- (72)発明者 パーク, ラエ-ヒュク
リパブリック オブ コリア 150-778 ソウル, エオンデユンポ-グ, シンギル-ド
ン, サムソン アパートメント 1-510
- (72)発明者 リー, チャン-ジュ
リパブリック オブ コリア 121-867 ソウル, マポ-グ, エオンナム-ドン, 3
83-97

審査官 柿崎 美陶

- (56)参考文献 特開平11-171575(JP,A)
特開2003-183042(JP,A)
特開平08-290931(JP,A)
特開2000-191336(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C03B 37/00-37/16
G02B 6/00-6/02