

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7170555号  
(P7170555)

(45)発行日 令和4年11月14日(2022.11.14)

(24)登録日 令和4年11月4日(2022.11.4)

(51)国際特許分類 F I  
C 0 3 B 37/018(2006.01) C 0 3 B 37/018 A

請求項の数 3 (全8頁)

(21)出願番号	特願2019-22339(P2019-22339)	(73)特許権者	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区丸の内一丁目4番1号
(22)出願日	平成31年2月12日(2019.2.12)	(74)代理人	100108143 弁理士 嶋崎 英一郎
(65)公開番号	特開2020-128321(P2020-128321 A)	(72)発明者	小島 大輝 茨城県神栖市東和田1 信越化学工業株 式会社 精密機能材料研究所内
(43)公開日	令和2年8月27日(2020.8.27)	(72)発明者	松永 祐一 茨城県神栖市東和田1 信越化学工業株 式会社 鹿島工場内
審査請求日	令和3年1月21日(2021.1.21)	審査官	須藤 英輝

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】

ガラス原料ガスおよび燃焼用ガスをバーナから噴出させて形成される火炎中で生成するガラス微粒子を、回転する出発材上に堆積させて光ファイバ用多孔質ガラス母材を製造する方法において、ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造(堆積)を開始するまでの間、前記バーナから不活性ガスを線速  $N_s$ 、 $1.0\text{ m/s}$   $N_s$   $1.5\text{ m/s}$  で噴出させ続けることを特徴とする光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法。

## 【請求項2】

前記ガラス原料ガスをマスフローコントローラを介して前記バーナに供給し、ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造(堆積)を開始するまでの間、前記マスフローコントローラに該流量レンジの10%以下の不活性ガスを流し続ける請求項1に記載の光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法。

## 【請求項3】

前記ガラス原料が $\text{SiCl}_4$ あるいは $\text{GeCl}_4$ である請求項2に記載の光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【 0 0 0 2 】

例えば、ガラス原料ガスおよび燃焼用ガスをバーナから噴出させて生成したガラス微粒子を回転する出発材上に堆積させて、光ファイバ用多孔質ガラス母材を形成する方法がある（特許文献 1 参照）。

ガラス微粒子の堆積中、ガラス微粒子合成用バーナで生成されたガラス微粒子のうち、多孔質ガラス母材として堆積しなかった未付着のガラス微粒子が反応室内壁面に付着するなどして微粒子塊となって反応容器内に残留し、それらが次の製造（堆積）開始前の合成用バーナ内部に侵入することがあり、合成用バーナの噴出ポートの閉塞や、合成用バーナに侵入していた微粒子塊が次バッチの母材製造中に噴出し、堆積中の多孔質ガラス母材に混入すると、この母材を加熱し透明ガラス化して得られるガラス母材中に気泡を生じる原因となる。

10

## 【 0 0 0 3 】

そこで、多孔質ガラス母材の製造を開始する前に、ガラス微粒子合成用バーナに不活性ガスを線速  $25 \text{ m/s}$  以上になるように流すことによって、バーナに入り込んだガラス微粒子の塊を予め除去する技術がある（特許文献 2 参照）。

一方、バーナで生成したガラス微粒子の多孔質ガラス母材への堆積効率を高め、未付着のガラス微粒子を低減するために、合成用バーナの中心に設けられた原料ガス噴出ポートを取り囲むように小口径ガス噴出ポートを配置し、その小口径ガス噴出ポートから助燃性ガスを噴出させるようにしたガラス微粒子合成用バーナがある（特許文献 3 参照）。

## 【 先行技術文献 】

20

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 4 】

【文献】特開2013-234078号公報

特開平11-240732号公報

特開2010-215415号公報

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 0 5 】

多孔質ガラス母材の製造後、反応室内に残留したガラス微粒子の塊がバーナ内に混入・付着すると、この混入したガラス微粒子の塊が次の製造バッチにおいて、バーナから噴出して製造中の多孔質ガラス母材に付着することがあり、この多孔質ガラス母材を焼結して透明ガラス化した際に気泡となる可能性がある。

30

特に、特許文献 3 に示されるような小口径ガス噴出ポートを備えるバーナの場合、小口径ガス噴出ポート内に混入・付着したガラス微粒子の塊を真空掃除機などで吸い出すのは容易ではない。また、特許文献 2 に示されるようなガラス微粒子の合成を開始する前に  $25 \text{ m/s}$  以上の不活性ガスをバーナに流すと、小口径ガス噴出ポートがガス圧やガス流による振動などの影響を受けて破損しやすいという問題があった。

## 【 0 0 0 6 】

これらの問題に鑑み、本発明の課題は、ガラス微粒子合成用バーナを用いて生成したガラス微粒子を堆積させて多孔質ガラス母材を形成し、この多孔質ガラス母材を加熱し透明ガラス化して、気泡の極めて少ないガラス母材が得られる光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法を提供することにある。

40

## 【 課題を解決するための手段 】

## 【 0 0 0 7 】

本発明は上記状況に鑑みてなされたもので、本発明の光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法は、ガラス原料ガスおよび燃焼用ガスをバーナから噴出させて形成される火炎中で生成するガラス微粒子を、回転する出発材上に堆積させて光ファイバ用多孔質ガラス母材を製造する方法において、ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造（堆積）を開始するまでの間、前記バーナから不活性ガスを線速  $N \text{ s}$ 、 $1.0 \text{ m/s}$   $N \text{ s}$   $15 \text{ m/s}$  で噴出させ続けることを特徴とする。

50

前記バーナから不活性ガスを噴出させ続けることを特徴とする。

【0008】

前記ガラス原料ガスをマスフローコントローラを介して前記バーナに供給し、ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造（堆積）を開始するまでの間、前記マスフローコントローラに該流量レンジの10%以下の不活性ガスを流し続けるのが好ましい。

なお、前記ガラス原料は $\text{SiCl}_4$ あるいは $\text{GeCl}_4$ である。

【発明の効果】

【0009】

本発明の光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造方法によれば、多孔質ガラス母材を引き上げ製造を終了した後、次の製造を開始するまでの間、各バーナの全ての噴出ポートに不活性ガスを流し続けることにより、残留したガラス微粒子塊が合成用バーナ内に侵入・付着するのを防ぐことができ、次の製造バッチにおいて、気泡の極めて少ない光ファイバ用ガラス母材が得られる。

10

また、マスフローコントローラ内に不活性ガスを流し続けることにより、マスフローコントローラ内の流量計測用の細管流路にガラス原料ガスが滞留して凝縮することにより生じる腐食を防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】VAD法による多孔質ガラス母材製造装置の概略を示す模式図である。

【図2】マルチノズルバーナのガス噴出ポートの構成を示す図である。

20

【図3】バーナから噴出されるガスの線速測定位置を示す図である。

【図4】原料ガス等を噴出するバーナポート上流の配管構成図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

図1は、本発明で使用したVAD法による光ファイバ用多孔質ガラス母材の製造装置の概略を示す模式図である。

多孔質ガラス母材1は、反応容器の堆積室2に包囲され、汚染が防止されるとともに、製造の過程で発生するガラス微粒子などの系外への飛散を防止するように構成されている。反応容器には、給気口3および排気口4が設けられ、コア堆積バーナ5、コア側のクラッド部を形成する第一クラッド堆積バーナ6ならびに表面側のクラッド部を形成する第二クラッド堆積バーナ7を備えている。

30

【0012】

堆積室2には、上方から出発材（図示省略）が挿入されるとともに、この出発材の先端に向けてコア堆積バーナ5が、側面に向けて第1クラッド堆積バーナ6及び第2クラッド堆積バーナ7が、それぞれ出発材の引上げ軸に対して所定の角度で配置されている。

反応容器の給気口3からは、例えば清浄な空気が供給される。これにより、多孔質ガラス母材1を製造する環境が正常に保たれる。排気口4からは、供給された空気の一部とともに、合成されたものの多孔質ガラス母材に付着しなかったガラス微粒子が堆積室2の外部へ排出される。排出されたガラス微粒子は、反応容器の外部で捕集され、周辺環境への散逸が防止される。

40

【0013】

これらのバーナはいずれも一般的には石英ガラス製であり、その中心部に原料ガス噴出ポートが設けられ、この同心外側にはシールガス噴出ポートが設けられている。原料ガス噴出ポートからは、ガラス微粒子の原料ガスの他、 $\text{Ar}$ や $\text{O}_2$ が噴出される。なお、これらの原料ガスは、以後、総じて単に原料ガスと称する。

コア堆積バーナ5には、例えば同心4重管バーナを採用し、原料ガス（例えば $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{O}_2$ ）、可燃性ガス（例えば $\text{H}_2$ ）、助燃性ガス（例えば $\text{O}_2$ ）、及びシールガス（例えば $\text{N}_2$ ）が供給される。第1クラッド堆積バーナ6及び第2クラッド堆積バーナ7には、図2に示すようなマルチノズルバーナを採用した。

【0014】

50

図 2 において、マルチノズルバーナのガス噴出ポートが示され、該バーナは、中心部に設けられ原料ガス（例えば  $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{O}_2$ ）を噴出する原料ガス噴出ポート 8 と、原料ガス噴出ポート 8 の同心外側に環状に設けられ、シールガス（例えば  $\text{N}_2$ ）を噴出する第 1 シールガス噴出ポート 9 と、第 1 シールガス噴出ポート 9 の同心外側に環状に設けられ、可燃性ガス（例えば  $\text{H}_2$ ）を噴出する可燃性ガス噴出ポート 10 と、可燃性ガス噴出ポート 10 内に、第 1 シールガス噴出ポート 9 を取り囲むように設けられ、助燃性ガス（例えば  $\text{O}_2$ ）を噴出する複数の小口径助燃性ガス噴出ポート 11 と、可燃性ガス噴出ポート 10 の同心外側に環状に設けられ、シールガスを噴出する第 2 シールガス噴出ポート 12 と、第 2 シールガス噴出ポート 12 の同心外側に環状に設けられ、助燃性ガスを噴出する助燃性ガス噴出ポート 13 と、を備えている。

10

**【 0 0 1 5 】**

多孔質ガラス母材 1 は、図示しない上部のシャフトの下端に把持され垂下された種棒（出発材）に、バーナ火炎中で形成されたガラス微粒子が付着堆積し、下方に向かって成長する。シャフトは鉛直な回転軸の周りに回転し、上下に昇降可能な構成となっており、多孔質ガラス母材 1 を鉛直な中心軸を中心に回転させつつ、多孔質ガラス母材 1 下端でのガラス微粒子の堆積成長に伴って引上げられ、母材が目標の長さまで堆積が続けられる。

コア堆積バーナ 5、第一クラッド堆積バーナ 6、および第二クラッド堆積バーナ 7 のそれぞれは、ガラス原料である四塩化ケイ素、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の原料ガスを酸水素炎中に吹き込んでガラス微粒子を合成する。

20

**【 0 0 1 6 】**

多孔質ガラス母材 1 においてコア部は、最終的に光ファイバのコアとなる。コア堆積バーナ 5 は、屈折率を上昇させるドーパントとなる酸化ゲルマニウムの原料として四塩化ゲルマニウム等が原料ガスに添加され、コア部を形成する。

第一クラッド堆積バーナ 6 は、コア堆積バーナ 5 によって堆積させたコア部の側面に、合成したガラス微粒子を堆積させてクラッド部の一部を形成する。第二クラッド堆積バーナ 7 は、その上にさらにガラス微粒子を堆積させて多孔質ガラス母材 1 を形成する。このようにして製造された多孔質ガラス母材 1 は、後工程において、加熱炉で脱水・焼結され透明なガラス母材とされる。

**【 0 0 1 7 】**

多孔質ガラス母材 1 を所定長まで成長させたところで上方に引き上げ、製造を終了する。合成されたものの多孔質ガラス母材 1 に付着しなかったガラス微粒子の一部は、排気口 4 から外部に排出されず堆積室 2 の内壁に付着するなどして反応容器 2 内に残留する。そのため、残留したガラス微粒子が合成用バーナ内に侵入するのを防ぐために、製造を終了した後、次の製造を開始するまでの間、各バーナの全ての噴出ポートに不活性ガスを流し続ける。これにより、残留したガラス微粒子塊がバーナ内に侵入・付着するのを防ぐことができる。

30

**【 0 0 1 8 】**

本発明では、ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造（堆積）を開始するまでの間、バーナから不活性ガスを噴出させ続けることを特徴とするが、バーナのガス噴出ポートから噴出するガスの線速  $N_s$  は  $0.5 \text{ m/s} < N_s < 2.5 \text{ m/s}$ 、より好ましくは  $1.0 \text{ m/s} < N_s < 1.5 \text{ m/s}$  とすると良い。なお、ガス線速が  $0.5 \text{ m/s}$  以下では、バーナ内へのガラス微粒子の混入を十分に抑制することが出来ない。一方で、線速が  $2.5 \text{ m/s}$  を超えると、バーナの小口径ポートが破損することがある。さらに、ガラス母材製造直後は、バーナから噴出するガス流の延長線上に製造直後の多孔質ガラス母材が存在しており、これに線速が速く低温のガス流が衝突すると、多孔質母材が急冷されて割れることがある。よって、ガス線速を上記範囲に管理することにより、不活性ガス噴出によるバーナの破損や多孔質ガラス母材の割れを防ぎつつバーナ内への意図せぬガラス微粒子塊の混入を防ぐことができる。

40

なお、前記ガスの線速  $N_s$  は、バーナの開口端面から  $10 \text{ mm}$  先の位置で計測した値で

50

あり、熱線式風速計で測定することができる。図3は、ガス線速を測定する位置を示している。

#### 【0019】

ガラス原料ガスを噴出するポートへの不活性ガスの導入は、その上流のガラス原料ガスの流量を調節するマスフローコントローラよりもさらに上流から、不活性ガスの一部または全部を導入すると良い。不活性ガスをバーナ内に流す具体的手段としては、バーナの各噴出ポートに繋がる上流ガス配管の途中から加圧した不活性ガスを流し、ローターメータなどで流量を調整する方法が挙げられる。線速は常に一定とせず、上記範囲で適宜変更してもよい。

不活性ガスの種類は、ガラス堆積用バーナや途中の配管に影響を与えないものであって、得られた多孔質ガラス母材から作成される光ファイバの伝送損失を増加させる要因となる物質を含まないものが好ましい。例えばヘリウム、アルゴン、窒素が挙げられる。

#### 【0020】

図4は、バーナの原料ガス噴出ポート8の上流配管のフロー図であり、多孔質ガラス母材の製造中、原料ガスは、原料ガス供給弁18より供給され、マスフローコントローラ15を経てバーナ16に供給される。マスフローコントローラ15は、120に加熱保持され、原料ガスが配管内で凝縮するのを防いでいる。

ガラス微粒子の堆積を終了して次の製造（堆積）を開始するまでの間、マスフローコントローラ15への不活性ガスの供給は、不活性ガス流量調節計14、不活性ガス供給弁17を通りマスフローコントローラ15に供給される。マスフローコントローラ内には流量計測用の細管流路などを含んでおり、そこにガラス原料ガスが滞留して凝縮すると腐食・故障の要因となりうるが、不活性ガスを流し続けることによりこれを防ぐことができる。

#### 【0021】

さらに、ガラス原料ガスとして、四塩化ケイ素、四塩化ゲルマニウムなどを用いる場合、これらの原料ガスが流路の途中で凝縮しないよう、原料ガスは、例えば100～120の保持温度に加熱して供給する。そこで、原料ガス用マスフローコントローラに流す不活性ガスは、予めガラス原料ガスの沸点よりも高温になるように予熱してから導入すると良い。こうすることにより、大流量の低温の不活性ガスを導入した際に生じる急激な温度変化を防ぐことができ、マスフローコントローラの精密なセンサやヒーターへの温度変化による負荷は軽減され、故障の確率が低減する。

#### 【0022】

あるいは、これらのマスフローコントローラに低温の不活性ガス、例えばマスフローコントローラの保持温度100以下の不活性ガスを流す場合は、マスフローコントローラの流量レンジの10%以下の流量となるように調節して流すと、マスフローコントローラの故障を防ぐ効果が得られる。その場合、マスフローコントローラの下流から追加の不活性ガスを導入したり、バーナの別のポート（可燃性ガス、助燃性ガス、シールガスを噴出するポート）から噴出させる不活性ガスの流量を多くすることで、バーナ出口での線速を制御するようによい。

#### 【実施例1】

#### 【0023】

図1に示した製造装置を使用して10本の多孔質ガラス母材を連続して製造した。多孔質ガラス母材1の製造終了後、下記表1の線速となるように3本のバーナ全てにN<sub>2</sub>を流した。原料ガス噴出ポートの上流ガス配管では、原料ガス供給弁18を閉じるとともに不活性ガス供給弁17を開とした。不活性ガス流量調節計14で流量を調節された不活性ガスのN<sub>2</sub>は、全開のマスフローコントローラ15を通り、バーナ16へと流れる。原料ガスラインに供給されるN<sub>2</sub>は、不活性ガス流量調節計14において30である。他方、マスフローコントローラ15は、原料ガスの凝縮を防ぐために120に保持されている。よって、高温に保持されたマスフローコントローラ15に低温の不活性ガスを多量に流すと、マスフローコントローラの破損や故障の原因となるため、N<sub>2</sub>の流量は、マスフローコントローラ15の流量レンジ200ml/minの5%に相当する10ml/min

10

20

30

40

50

min程度に調節した。

【0024】

多孔質ガラス母材の製造終了後、各バーナに線速条件（条件1～8）を変えて不活性ガス（ $N_2$ ）を流し、その後再び多孔質ガラス母材を製造する工程を10回繰り返し行った。

その結果、線速が25 m/s未満の条件1～6では、バーナの破損は見られず、10本の多孔質ガラス母材を連続製造できた一方、条件7、8ではバーナの小口径ポートの破損が生じ、製造本数が10本に満たなかった。製造した多孔質ガラス母材は、ヘリウムガス中で1500 に加熱し、透明ガラス化した後、透明ガラス母材中の0.5 mm以上の気泡数を目視計測した。なお、表1に示す平均気泡数は、透明ガラス母材の直胴部分の体積1,000 cm<sup>3</sup>あたりの気泡数である。

不活性ガスを流さない条件1を除き、平均気泡数がそれぞれ10個未満と良好であった。製造終了後、次の製造バッチを開始するまでの間、バーナに不活性ガスを流し続けることにより、バーナ内にガラス微粒子塊が侵入するのを防ぐ効果が確認できた。

【0025】

【表1】

	線速 (m/s)	製造本数	母材割れ数	平均気泡数
条件1	0	10	0	13.87
条件2	0.1	10	0	7.11
条件3	0.5	10	0	1.36
条件4	1.5	10	0	0.23
条件5	14.5	10	0	0.15
条件6	24.5	10	1	0.08
条件7	40	7	3	0.07
条件8	60	3	2	0.08

表1の母材割れ数は、製造終了後にバーナから噴出させた $N_2$ ガスの噴射を受けて、製造直後の多孔質ガラス母材に割れが生じた本数である。線速の速い条件7、8では製造本数の半数前後に割れが生じた。また、線速の遅い条件1では極めて多くの気泡が生じていた。これにより、バーナから噴出する不活性ガスの線速Nsは、0.5 m/s < Ns < 25 m/sとするのが好ましく、より好ましくは、1.0 m/s < Ns < 15 m/sである。

【符号の説明】

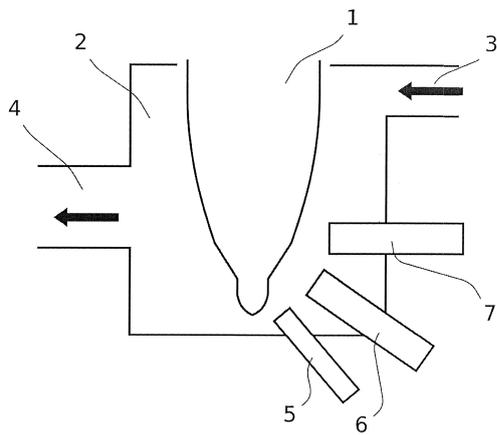
【0026】

- 1 多孔質ガラス母材
- 2 堆積室
- 3 給気口
- 4 排気口
- 5 コア堆積バーナ
- 6 第一クラッド堆積バーナ
- 7 第二クラッド堆積バーナ
- 8 原料ガス噴出ポート
- 9 第1シールガス噴出ポート
- 10 可燃性ガス噴出ポート
- 11 小口径助燃性ガス噴出ポート
- 12 第2シールガス噴出ポート
- 13 助燃性ガス噴出ポート
- 14 不活性ガス流量調節計
- 15 (原料ガス)マスフローコントローラー
- 16 バーナ
- 17 不活性ガス供給弁

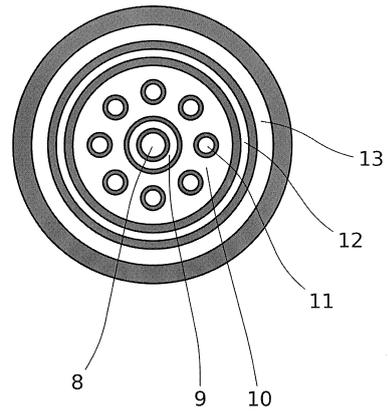
1 8 原料ガス供給弁

【図面】

【図 1】

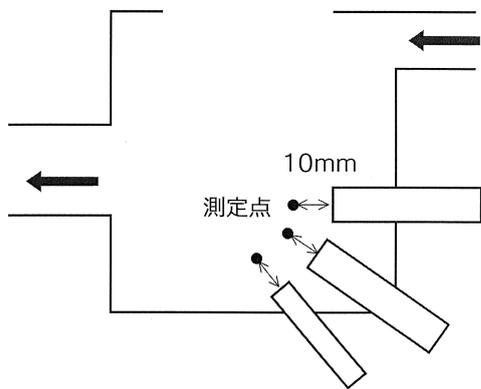


【図 2】

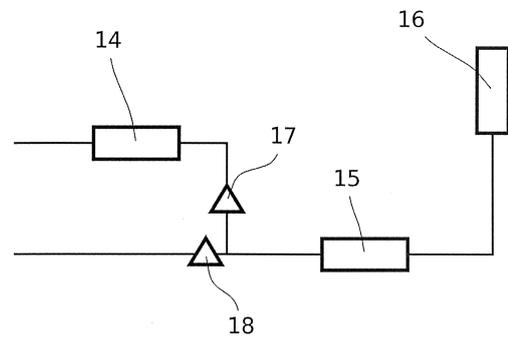


10

【図 3】



【図 4】



20

30

40

50

---

フロントページの続き

(56)参考文献 国際公開第02/102724(WO,A1)  
特開2012-041227(JP,A)  
特開平08-081234(JP,A)  
特開2011-230937(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)  
C03B 37/00 - 37/16  
C03B 8/04  
F23D 14/20 - 14/24