

(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2008-31032  
(P2008-31032A)

(43) 公開日 平成20年2月14日(2008.2.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C03B 37/012 (2006.01)</b>	C03B 37/012 A	4G014
<b>C03B 37/014 (2006.01)</b>	C03B 37/014 Z	4G021
<b>C03B 8/04 (2006.01)</b>	C03B 8/04 P	
	C03B 8/04 M	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2007-164421 (P2007-164421)	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成19年6月21日(2007.6.21)	(74) 代理人	100093735 弁理士 荒井 鐘司
(31) 優先権主張番号	特願2006-175708 (P2006-175708)	(74) 代理人	100105429 弁理士 河野 尚孝
(32) 優先日	平成18年6月26日(2006.6.26)	(74) 代理人	100108143 弁理士 嶋崎 英一郎
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	井上 大 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内
		(72) 発明者	小出 弘行 茨城県神栖市東和田1番地 信越化学工業株式会社鹿島工場内

最終頁に続く

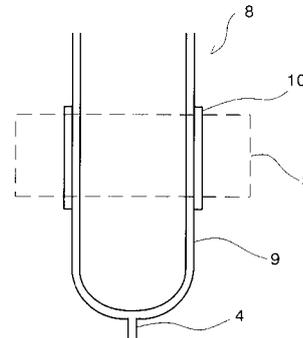
(54) 【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法及びその装置

(57) 【要約】

【課題】 多孔質ガラス母材を汚染したり、損傷することなく脱水、焼結することのできる光ファイバ母材の製造方法及びその装置を提供する。

【解決手段】 光ファイバ母材を製造する方法であって、ガラス微粒子を堆積して多孔質ガラス母材を形成する多孔質ガラス母材形成ステップと、珪素化合物を酸水素火炎で加水分解して生成したガラス微粒子を堆積してなるスート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケットティングされてなる複合管を使用した容器を準備する容器準備ステップと、該容器に脱水反応ガス及び不活性ガスを導入するガス導入ステップと、脱水反応ガス及び不活性ガスが導入された該容器を加熱する加熱ステップと、加熱された該容器内に前記多孔質ガラス母材を挿入し、脱水、焼結する脱水焼結ステップとを有することを特徴としている。

【選択図】 図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

光ファイバ母材を製造する方法であって、ガラス微粒子を堆積して多孔質ガラス母材を形成する多孔質ガラス母材形成ステップと、珪素化合物を酸水素火炎で加水分解して生成したガラス微粒子を堆積してなるスート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケッティングされてなる複合管を使用した容器を準備する容器準備ステップと、該容器に脱水反応ガス及び不活性ガスを導入するガス導入ステップと、脱水反応ガス及び不活性ガスが導入された該容器を加熱する加熱ステップと、加熱された該容器内に前記多孔質ガラス母材を挿入し、脱水、焼結する脱水焼結ステップとを有することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。 10

## 【請求項 2】

前記珪素化合物が、 $\text{SiCl}_4$ 、 $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$ 、 $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ のいずれか又はこれらの混合化合物である請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【請求項 3】

前記ジャケッティングが施されている部分が容器の一部であり、かつ前記加熱ステップで加熱される領域よりは広い部分に施されている請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【請求項 4】

前記容器準備ステップの後に、容器の一部を大気解放とした状態で $1,400 \sim 1,600$  の高温に加熱する事前加熱ステップを有する請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。 20

## 【請求項 5】

前記脱水焼結ステップにおいて、合成石英ガラス製の容器が $1400$  を超える温度に曝される時間の総計を、該容器の合成石英ガラス管の少なくとも一部の領域でガラス層が厚さ方向ですべて結晶化するまでの時間以内とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【請求項 6】

前記脱水焼結ステップにおいて、合成石英ガラス製の容器が $1,400$  を超える温度に曝される時間の総計を、該容器の合成石英ガラスの厚さ(mm)に $1,500$ 時間を乗じた時間以内とする請求項 1 に記載の光ファイバ母材の製造方法。 30

## 【請求項 7】

光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水、焼結する装置であって、装置の一部を構成する炉心管が、珪素化合物を酸水素火炎で加水分解して生成したガラス微粒子を堆積してなるスート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケッティングされてなる複合管を使用した容器であることを特徴とする光ファイバ母材の製造装置。

## 【請求項 8】

前記珪素化合物が、 $\text{SiCl}_4$ 、 $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$ 、 $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ のいずれか又はこれらの混合化合物である請求項 7 に記載の光ファイバ母材の製造装置。

## 【請求項 9】

前記ジャケッティングが施されている部分が容器の一部であり、かつ加熱源により加熱される領域よりは広い部分である請求項 7 に記載の光ファイバ母材の製造装置。 40

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、いわゆるVAD法により高品質の光ファイバ母材を安定して製造することのできる光ファイバ母材の製造方法及びその装置に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

光ファイバ母材の製造方法としてVAD法は良く知られている。この方法では、例えば以 50

下のような装置が使用される。

この装置では、反応室内に設置されたコア堆積用バーナとクラッド堆積用バーナにより生成されたガラス微粒子を、回転しつつ上昇するシャフトに取付けられた出発材の先端に堆積し成長させて、コア層とクラッド層からなる多孔質ガラス母材が製造される。コア層は、例えば $\text{GeO}_2$ がドーブされた $\text{SiO}_2$ であり、クラッド層は、例えばほぼ純粋な $\text{SiO}_2$ である。

#### 【0003】

このようにして製造された多孔質ガラス母材1は、例えば図1に示すように、密閉可能な炉心管2とこの一部又はほぼ全体を加熱する電気炉3、炉心管内に任意のガスを導入するガス導入ポート4、ガスを排出するガス排出ポート5を備えた加熱炉内で脱水、焼結される。図1において(a)~(c)は、順に多孔質ガラス母材がガラス化される様子を示している。なお、符号6は、多孔質ガラス母材1を支持するシャフトである。

脱水は、例えば塩素と酸素とヘリウムから構成される脱水ガス中で、約1,100 に加熱されて行われる。ガラス化は、例えばヘリウム雰囲気中で約1,500 に加熱して行われる。

#### 【0004】

上記加熱炉の一部を構成している炉心管には、特許文献1に記載されているように、従来より天然石英を原材料とする石英管が使われている。これには、粉碎した天然石英を電気炉で溶融して製造した電気炉溶融天然石英製ガラス管(以下、単に天然石英製ガラス管と称する)、例えばHERALUX-E(信越石英社製、商品名)などが挙げられる。

#### 【0005】

この天然石英製ガラス管を炉心管として使用し、多孔質ガラス母材を脱水及び焼結すると、得られる光ファイバ母材には、天然石英にわずかに含まれる不純物が原因と考えられる損失増の問題がある。これは、天然石英からなる炉心管は不純物や微結晶を含んでおり、常温下ではこれらが核となって結晶化(クリストパライト化)が進行する。その際、不純物は結晶粒界に沿って拡散するため、炉心管内に容易に放出され、光ファイバ母材を汚染することになる。

#### 【0006】

この問題に対して本発明者は、先に珪素化合物を原材料とし、これを酸水素火炎で加水分解して得られる合成石英を炉心管として使用することを提案している。合成石英は、不純物と微結晶のいずれも殆ど含んでいないため、結晶化が進行せず、不純物により光ファイバ母材が汚染される可能性は極めて低いという利点を有している。

以上のような方法で製造された光ファイバ母材は、この外周にさらにクラッドが付加されて最終的な光ファイバ母材とされることもある。

【特許文献1】特開2004-002109号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0007】

天然石英製ガラス管を炉心管として使用した場合に生じる光ファイバ母材の損失増の問題は、合成石英製ガラス管を炉心管として使用することにより、合成石英の高純度性によって解決されるが、天然石英製よりも高温での強度が劣るという問題がある。例えば、合成石英製炉心管は、高温で使用しても結晶化しないため、処理温度域である1,500 程度で軟化し、 $\pm 3\text{kPa}$ 程度の炉心管内圧力の僅かな変動で炉心管が変形し、多孔質ガラス母材に接触し傷を付けることがある。一方、天然石英製炉心管は先述したように結晶化が進みやすく、結晶化した炉心管は、高温下でも変形しにくい特徴を有している。

#### 【0008】

本発明は、多孔質ガラス母材を汚染したり、損傷することなく脱水、焼結することのできる光ファイバ母材の製造方法及びその装置を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

#### 【0009】

本発明は、このような課題を解決するためになされたものであり、すなわち、本発明の光ファイバ母材の製造方法は、ガラス微粒子を堆積して多孔質ガラス母材を形成する多孔

10

20

30

40

50

質ガラス母材形成ステップと、珪素化合物を酸水素火炎で加水分解して生成したガラス微粒子を堆積してなるスート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケットティングされてなる複合管を使用した容器を準備する容器準備ステップと、該容器に脱水反応ガス及び不活性ガスを導入するガス導入ステップと、脱水反応ガス及び不活性ガスが導入された該容器を加熱する加熱ステップと、加熱された該容器内に前記多孔質ガラス母材を挿入し、脱水、焼結する脱水焼結ステップとを有することを特徴としている。なお、前記珪素化合物は、 $\text{SiCl}_4$ 、 $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$ 、 $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ のいずれか又はこれらの混合化合物である。

#### 【0010】

上記複合管のジャケットティングが施されている部分を容器の一部とし、加熱ステップで加熱源により加熱される領域よりは広い部分に複合管のジャケットティングが施されているようにしても良い。なお、容器準備ステップの後に、容器の一部を大気解放とした状態で1,400~1,600の高温に加熱する事前加熱ステップを設けても良い。

なお、前記脱水焼結ステップにおいて、合成石英ガラス製の容器が1400を超える温度に曝される時間の総計を、該容器の合成石英ガラス管の少なくとも一部の領域でガラス層が厚さ方向ですべて結晶化するまでの時間以内とするか、または該容器の合成石英ガラスの厚さ(mm)に1,500時間を乗じた時間以内とするのが好ましい。

#### 【0011】

本発明の光ファイバ母材の製造装置は、光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水及び焼結する装置であって、装置の一部を構成する炉心管が、珪素化合物を酸水素火炎で加水分解して生成したガラス微粒子を堆積してなるスート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケットティングされてなる複合管を使用した容器であることを特徴としている。

#### 【発明の効果】

#### 【0012】

本発明によれば、合成石英製ガラス管の外側に天然石英製ガラス管をジャケットティングした複合管を炉心管として用いることで、炉心管材料に由来する不純物は炉心管内に放出されず、光ファイバ母材を汚染しない。複合炉心管は、処理温度域で軟化しないため、多少の圧力変動では変形せず、多孔質ガラス母材に接触し傷を付けることなく脱水、焼結することができ、安定して高品質の光ファイバ母材が得られる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0013】

本発明の製造装置は、合成石英製ガラス管の外側に天然石英製ガラス管をジャケットティングした複合管を炉心管（以下、複合炉心管と称する）として用いており、この複合炉心管は、1,400~1,600の高温に曝されると、100~300時間のうちに天然石英部分の結晶化（クリストパライト化）が進行し、高温下でも軟化しなくなる。

#### 【0014】

その結果、高温下で複合炉心管内側の合成石英が軟化しても、外側の結晶化した天然石英に支持されて複合炉心管の変形は防止され、多孔質ガラス母材に接触して傷を付けることはない。炉心管内側の合成石英は結晶化せず、ガラス状態のままであり、不純物の移動を可能とする粒界が存在しないので、不純物の拡散は極めて遅く、複合炉心管外側の天然石英に含まれる不純物が炉心管内に放出されてガラス母材に取り込まれるという問題は生じない。

#### 【0015】

なお、容器内に多孔質ガラス母材を挿入する前に、容器の一部を大気解放とした状態で1,400~1,600の高温に加熱する事前加熱ステップを設けると、天然石英製ガラス管の一部が結晶化し、変形に対する抑止効果が高まる。また、天然石英製ガラス管の最外部層の外表面から0.1mmの深さに、Alを0.1wt%以上含有するものであれば、事前加熱ステップによる天然石英管の結晶化がより促進されるので好ましい。

#### 【0016】

本発明においては、多孔質ガラス母材を脱水、焼結するのに使用する容器として、スート堆積体を溶融して形成された合成石英製ガラス管の外側に、電気炉で天然石英を溶融して形成された天然石英製ガラス管がジャケットティングされてなる複合管を用いるものであり、内層となる合成石英製ガラス管は、合成石英の結晶化が1,500時間で1mm程度であるため、合成石英管の肉厚に1,500時間を乗じた期間は、1,400以上の高温で使用してもガラス層が残った状態が維持されるため、光ファイバ母材への不純物混入のリスクが極めて低く抑えられる。

【0017】

(実施例1)

$\text{SiCl}_4$ 、 $(\text{CH}_3)\text{SiCl}_3$ 、 $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ 等の珪素化合物を酸水素火炎で加水分解してスート堆積体を形成し、さらに加熱炉で溶融しガラス化した厚さ4mmの合成石英製の管の外側に、厚さ4mmの天然石英製の管をジャケットティングして複合管を作製した。合成石英製の管としては、例えばSH100(商品名、信越石英社製)が挙げられ、天然石英製の管には、例えばHERALUX-E(商品名、信越石英社製)が挙げられる。

10

【0018】

図2の模式図で示したように、合成石英製ガラス管9の外側に天然石英製ガラス管10をジャケットティングして作製した複合管が、加熱源である電気炉3の加熱領域を十分にカバーするように複合炉心管8を構成し、加熱炉に装着した。なお、複合管を炉心管全体に使用することも可能であるが、高温に加熱される領域に限られる場合、複合管を使用するのは加熱領域をカバーできる範囲で十分であり、高温に加熱されない範囲まで複合管とするのは、コストアップとなるだけで特に利点はない。

20

【0019】

作製した複合炉心管は、炉心管上部を大気開放としたまま、1,450で7日間の事前加熱を行った。この事前加熱により、複合管の天然石英部分がある程度結晶化して強度が増し、炉心管は、その内外圧力差による変形を生じ難い状態となる。結晶化した天然石英は、ガラス状態に戻ることはないため、新しい炉心管に対してこの事前加熱を一度行っておけば、この炉心管に対してはそれ以降再度行う必要はない。

【0020】

VAD法で製造した多孔質ガラス母材を、複合炉心管を装着した加熱炉を用いて、1,100のヘリウム、塩素、酸素を含む雰囲気中で脱水し、その後、1,500のヘリウム雰囲気中でガラス化した。脱水及びガラス化の間、炉心管の加熱されている領域の内外圧力差は、 $\pm 3\text{kPa}$ 程度の範囲で変動していたが、脱水及びガラス化工程を20回繰り返しても、複合炉心管の加熱領域での変形は認められなかった。

30

【0021】

脱水、焼結して得られたガラス母材の外周に、さらにクラッドを付与して光ファイバ母材とした。この光ファイバ母材を線引きして得られた光ファイバには、天然石英製炉心管を用いて製造した場合のような損失増は、確認されなかった。なお、1,400以上の高温に曝された時間が6,000時間を超えたところで炉心管を取り出し、被加熱部を観察すると、多くの部分でガラス層が完全になくなり、すべて結晶化していた。

40

【0022】

(比較例1)

図3に示したような合成石英製ガラス管9を炉心管2として装着した加熱炉を用いて、多孔質ガラス母材の脱水、焼結を行った。実施例1と同様の条件で、多孔質ガラス母材の脱水、焼結工程を20回繰り返したところで、図4に認められるような、炉心管の加熱領域に変形が確認され、30回程度で炉心管の変形部分が多孔質ガラス母材と接触した。

【産業上の利用可能性】

【0023】

本発明によれば、光ファイバ母材の製造コスト低減に寄与する。

【図面の簡単な説明】

【0024】

50

【図1】(a)～(c)は、順に多孔質ガラス母材のガラス化工程を説明する模式図である。

【図2】本発明になる複合炉心管の一例を示す概略縦断面図である。

【図3】合成石英製炉心管を示す概略縦断面図である。

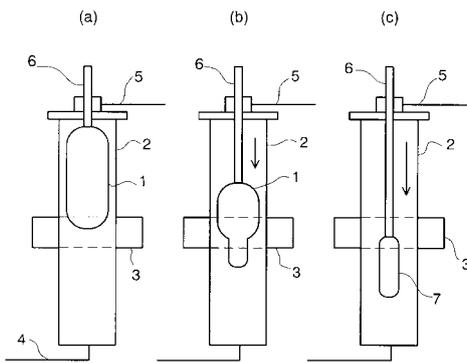
【図4】変形した合成石英製炉心管を示す概略縦断面図である。

【符号の説明】

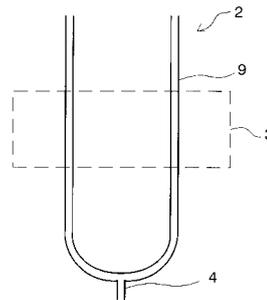
【0025】

- 1 多孔質ガラス母材、
- 2 炉心管、
- 3 電気炉、
- 4 ガス導入ポート、
- 5 ガス排出ポート、
- 6 シャフト、
- 7 ガラス母材、
- 8 複合炉心管、
- 9 合成石英製ガラス管、
- 10 天然石英製ガラス管。

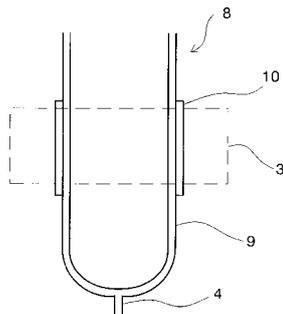
【図1】



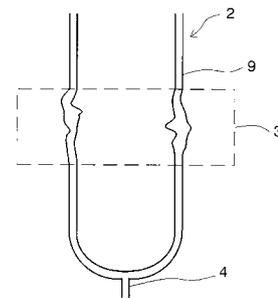
【図3】



【図2】



【図4】



---

フロントページの続き

(72)発明者 長尾 貴章

茨城県神栖市東和田 1 番地 信越化学工業株式会社鹿島工場内

Fターム(参考) 4G014 AH11 AH21

4G021 BA01 BA03 BA04 CA13 CA16 EA01