T2R2 東京科学大学 リサーチリポジトリ
Science Tokyo Research Repository

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	多重火炎 VAD法による光ファイバ母材高速合成技術
Title(English)	
著者(和文)	須田裕之, 柴田修一, 中原基博, 堀口正治
Authors(English)	SHUICHI SHIBATA, Motohiro Nakahara, Masaharu Horiguchi
出典(和文)	電子通信学会, Vol. , No. ,　OQ85-108
Citation(English)	, Vol. , No. ,　OQ85-108
発行日 / Pub. date	1985, 11
URL	http://search.ieice.org/
権利情報 / Copyright	本著作物の著作権は電子情報通信学会に帰属します。 Copyright (c) 1985 Institute of Electronics, Information and Communication Engineers.

Powered by T2R2 (Science Tokyo Research Repository)

OQE85－108

多重火炎ＶＡＤ法による光ファイバ母材高速合成技術

須田裕之・柴田修一
中原基博・堀口正治
（ＮＴＴ通研）

1985年11月18日

社団法人 電子通信学会

OQE85-108

多重火炎VAD法による光ファイバ母材高速合成技術

HIGH-RATE FABRICATION TECHNIQUES FOR OPTICAL FIBER PREFORMS BY THE MULTI-FLAME VAD PROCESS

須田 裕之　柴田 修一　中原 基博　堀口 正治
Hiroyuki SUDA　Shuichi SHIBATA　Motohiro NAKAHARA　Masaharu HORIGUCHI
NTT 電気通信研究所
NTT Electrical Communications Laboratories

1. はじめに

光ファイバ通信の本格的導入が間近になった現在，石英系光ファイバの低価格化を実現するための技術開発はますます重要な課題となっている。特に，近い将来構築される高度情報通信システムにおいては，加入者系線路への光ファイバ導入が不可欠であり，光ファイバ素線のより経済化が望まれている。

石英系光ファイバ母材の製造方法としては，MCVD法，OVD法およびVAD法が知られており，現在これらの製造方法によって伝送損失特性，伝送帯域特性に優れた光ファイバが製造されている。そして各製造方法において母材高速合成法が検討される[1)2)]と共に母材製造コスト低減を目指した新しい手法が提案されている。[3)4)]

これらの母材製造方法の中でもVAD法は，①火炎加水分解反応であるため反応効率が高い②軸方向に引上げて合成するため母材の大形化が可能である　等により量産性に優れている。このVAD法の特徴をさらに生かすため種々の検討がなされ，火炎流状態の最適化等が行なわれてきた。[5)] VAD法では，多孔質母材成長端にバーナを複数個設置することにより，そのバーナ本数に応じて合成速度を向上させることができる。しかし，バーナ本数が増加するにつれ，工程が煩雑になる他，安定性，再現性が低下するため，バーナ1本あたりの合成速度を向上させる必要がある。

本報告では，バーナ構造に改良を加え，バーナ1本あたりの合成速度を向上させることができた多重火炎VAD法の概要と，多重火炎VAD法による母材合成技術，ガラス堆積機構及びその透明ガラス化技術について述べる。

2. 多重火炎VAD法

2.1. 多重火炎VAD法の概要

多重火炎VAD法による多孔質母材合成の概念図を図1に示す。ここでは多重火炎の一例として，二重火炎構造を示した。多重火炎VAD法で特徴的なことは，従来のVAD法で用いられていた酸水素炎の外側にさらに複数組の火炎構造を持たせ，より内側の火炎が外側の火炎に

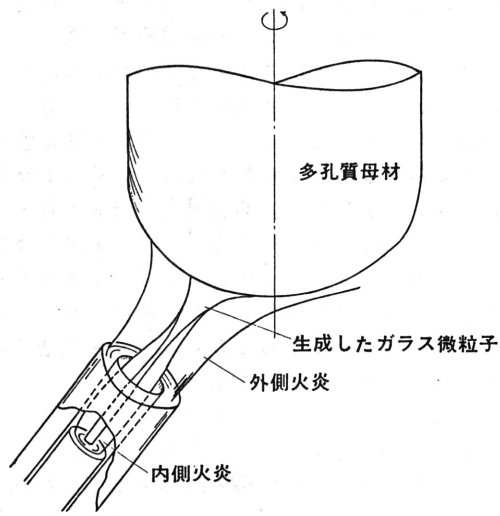


図1. 多重火炎VAD法の概念図

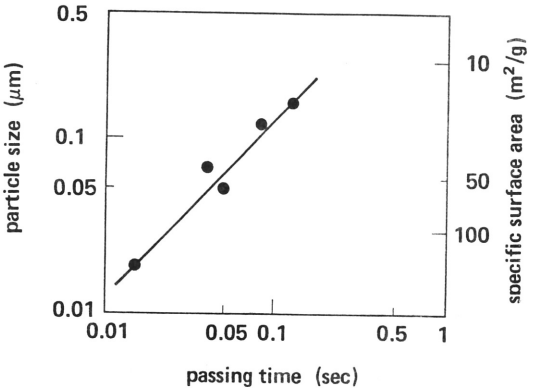


図2. ガラス微粒子粒径の火炎内通過時間依存性

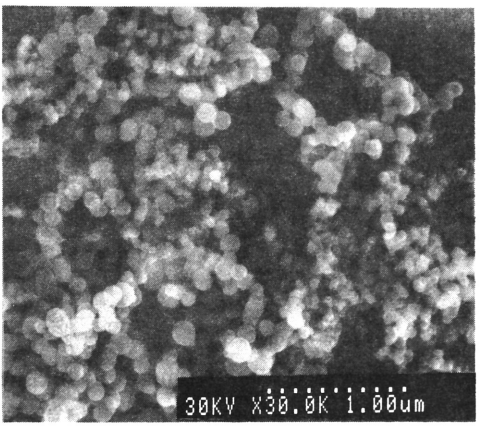
対して火炎の上流側（即ちバーナの奥側）に退行するように構成したことである。

ガス状のガラス原料がまず退行した内側の火炎に供給され微小なガラス粒子が形成される。次にこの微小なガラス粒子は，内側火炎で反応しなかったガラス原料と共に外側火炎中に巻き込まれ，核となり反応して粒径の大きなガラス微粒子に成長する。この成長したガラス微粒子が多孔質母材表面に堆積し，多孔質母材が形成される。

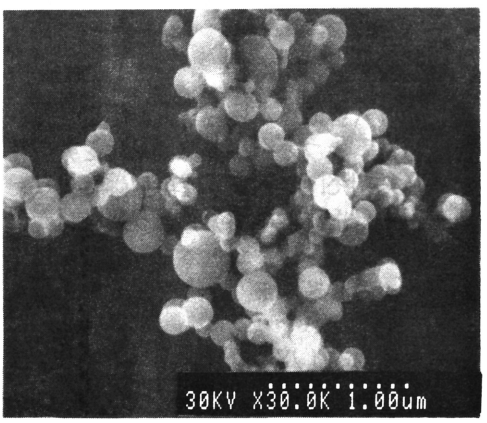
2.2. ガラス微粒子の成長

図2に，供給したガラス原料流量から計算した火炎内におけるガラス微粒子通過時間と堆積したガラス微粒子粒径の関係を示す。ガラス微粒子粒径は比表面積をBET法で測定し，換算し直したものである。火炎内通過時間を増加させることにより，生成するガラス微粒子径が大きくなる。通常バーナ口径が一定ならば，ガラス原料供給量を増加するとガラス原料流速は速くなり生成するガラス微粒子径は小さくなる傾向にある。これも火炎内通過時間が短かくなるため，ガラス微粒子が十分成長せず，同時に反応効率も低下するものと考えられる。多重火炎VAD法では，より内側の火炎を退行させることにより実効的な火炎長を長くし，火炎内通過時間の増加を図ったものである。

図3に，同一バーナにおける(a)内側火炎のみの場合 (b)二重火炎による場合 の生成されたガラス微粒子のSEM観察結果を示す。内側火炎のみでは0.1 μm程度であり，粒径が二重火炎では0.4～0.5 μmまでに成長している。



(a) 内側火炎のみ



(b) 二重火炎

図3. 生成したガラス微粒子SEM観察像

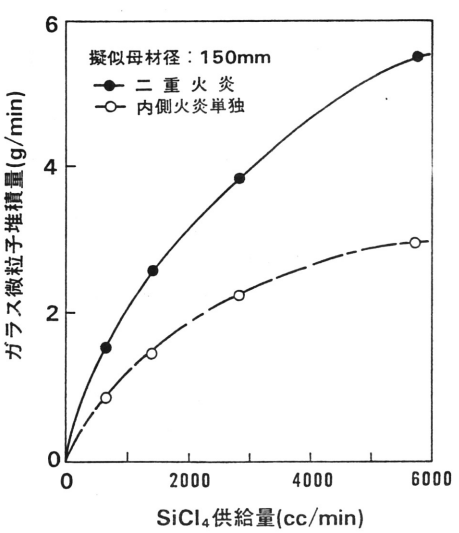


図4. 二重火炎バーナのガラス微粒子堆積特性

2.3. ガラス微粒子堆積特性

図4に二重火炎バーナを使用した時のガラス微粒子堆積特性を示す。これは直径150mmの石英ガラス製擬似母材上にガラス微粒子を堆積させ、その重量を測定したものである。二重火炎によるものを実線で、内側火炎のみの場合を破線で示した。ガラス微粒子堆積量は二重火炎にすることにより1.5倍増加した。また、この多重化の効果はガラス原料供給量が多い程、顕著であることがわかる。

3. 多孔質母材高速合成技術

3.1. 大形母材の作製

二重火炎バーナによりGI型コア用多孔質母材を作製した。この時、実効火炎長が長くなったこと、反応性が高くなったことを考慮して作製条件を調整した。

その結果、多孔質母材合成速度としてバーナ1本により3.5～4.5 g/分を得ることができた。また、母材の成長も安定で長時間の作製も可能となり、図5(a)に示すような大形多孔質母材を得ることができた。多孔質母材径130 mm、多孔質母材長900 mmである。図5(b)に透明ガラス化後の母材を示す。透明ガラス化母材径55 mm、透明ガラス化母材長500 mmであり、また母材重量は2500 gであり、50 μmファイバコアに換算すると580 kmに相当する。$SiCl_4$及び$GeCl_4$の原料合成収率は合わせて55%であった。また透明ガラス化方法については後述する。

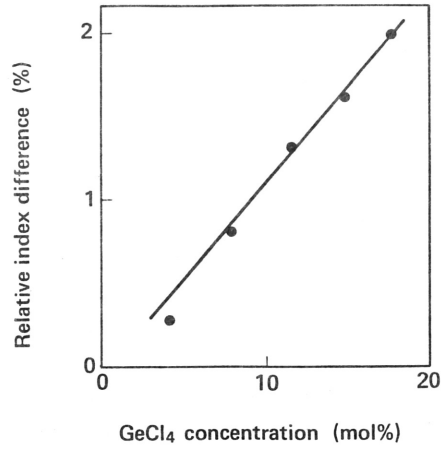


図6. $GeCl_4$原料濃度と比屈折率差の関係

3.2. 高Δ化および屈折率分布制御

加入者系システム等に使用されるファイバは接続及び光源との結合効率の点から高NAであること、またその伝送容量に応じた帯域特性が要求される。そこでコア母材合成における高Δ化とその屈折率分布制御を検討した。

ガラス原料中の$GeCl_4$流量を増加させ母材を作製した。母材合成速度は3.4～3.8 g/分であり、酸水素ガス流量は一定とした。図6にガラス原料中の$GeCl_4$濃度と得られた母材の比屈折率差

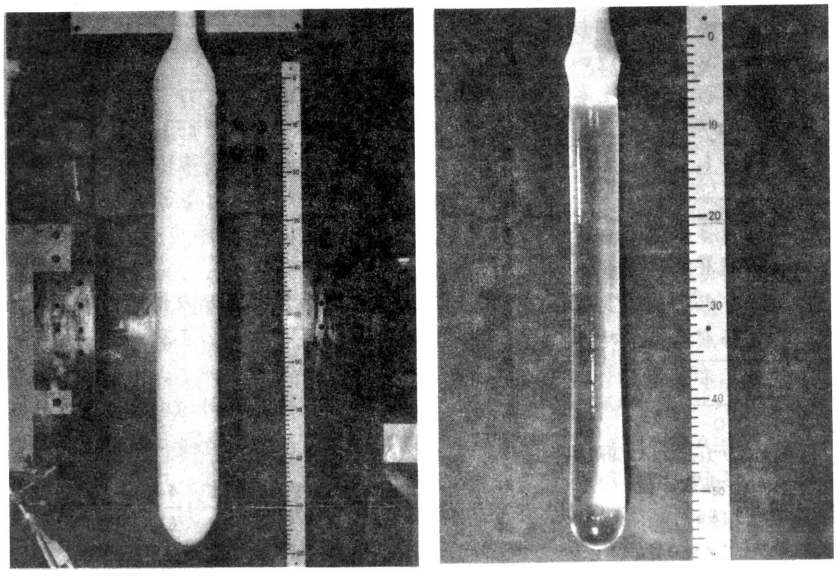


図5.
左(a)
高速合成多孔質母材

右(b)
高速合成透明ガラス化母材

の関係を示す。ガラス原料中の $GeCl_4$ 濃度 18 mol% で比屈折率差 2.0 % が得られた。$GeCl_4$ 原料の合成収率は従来VAD法とほぼ等しく，高速合成による収率低下は見られなかった。

また伝送帯域特性を改善するために屈折率分布制御法を同時に検討した。従来VAD法の屈折率分布制御技術でも知られているように，二酸化ゲルマニウムの固溶濃度は多孔質母材作製時における表面温度分布に大きく依存する。[6] 多重火炎VAD法による屈折率分布制御法が従来VAD法と異なるのは，多重の火炎構造を持つためにその表面温度分布形成が複雑になることである。この表面温度分布をガス流量比を最適化することにより，てなめらかな分布とした。また，表面温度範囲を二酸化ゲルマニウムが固溶する温度に調整することにより屈折率分布を制御できることがわかった。

4. 透明ガラス化技術

4.1. 大形母材の透明ガラス化条件

多重火炎VAD法で作製した多孔質母材は外径が非常に大きくなり，透明ガラス化条件にも変化が見られた。特に GeO_2 を多く添加したコア用母材に対し，この変化は顕著であった。

そこで二重火炎バーナにより作製した多孔質コア母材を厚さ 80 mm に輪切りにし，表1に示すように，炉温度及び昇温速度を変化させて透明ガラス化した。透明ガラス化した母材をさらに研磨し，その吸収係数を測定した。結果を図6に示す。吸収係数が小さい程，その残留気泡が小さく透明化が完全に行なわれていると考えられ，透明ガラス化温度が高いほど，また昇温速度が遅い程，透明化が完全に行なわれることがわかった。

一般に透明ガラス化時に残留する気泡は，(1)式で表わされる残留する空孔の臨界直径：d_c の大きさで決まり，d_c が大きい程残留する空孔が少なく透明化が完全に行なわれると考えられている。[7]

$$d_c = k_1 + \sqrt{k_2 + k_3 \frac{S\,D\,T^2}{L\,C}} \qquad (1)$$

d_c：臨界直径　　S：雰囲気ガスのガラスへの溶解度
D：雰囲気ガスのガラス中への拡散係数
T：透明化温度　　L：ガラス体の厚さ
C：昇温速度　　$k_1 k_2 k_3$：その他の定数

表1. 透明ガラス化条件

試　料	炉最高温度 (℃)	昇温速度 (℃/hr)
1	T_0	C_0
2	T_0 + 100	C_0
3	T_0 + 50	C_0 / 3

T_0, C_0 ： 従来条件

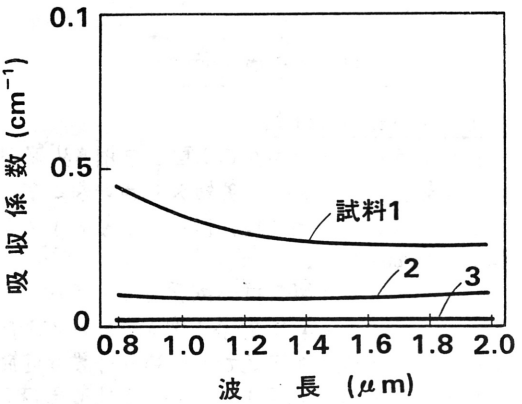


図6. 透明ガラス化条件の差による透明化度

図6の実験結果は，式(1)により表わされる傾向と一致し，大形多孔質母材はその透明ガラス化のために従来寸法の多孔質母材よりガラス化温度は高く，昇温速度を遅くする必要があることがわかった。

4.2. 多孔質母材寸法の影響

多孔質母材の外径が大きくなるにつれ，透明ガラス化条件が変化することがわかった。そこで以下のモデル計算により，多孔質母材寸法の影響を定性的に把握することを試みた。

［計算の概略］

多孔質母材は無限長円柱と仮定し，一定熱量：q_0 の伝熱により昇温するものとする。すると次の熱伝導方程式(2)を解くことができ，解として(3)式が得られる。その結果，時間：t における多孔質母材の半径方向温度：T を求めることができる。

$$\frac{\delta T}{\delta t} = \kappa^2 \left\{ \frac{\delta^2 T}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta T}{\delta r} \right\} \qquad (2)$$

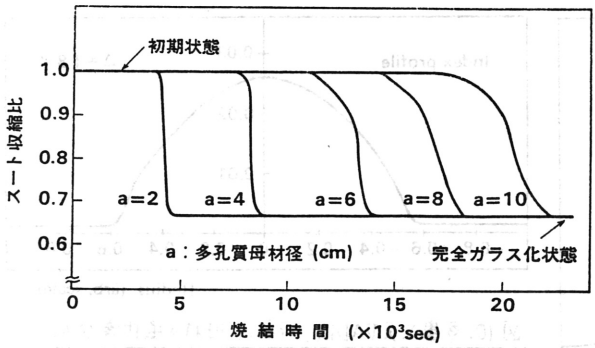


図7. 焼結条件の多孔質母材外径依存性

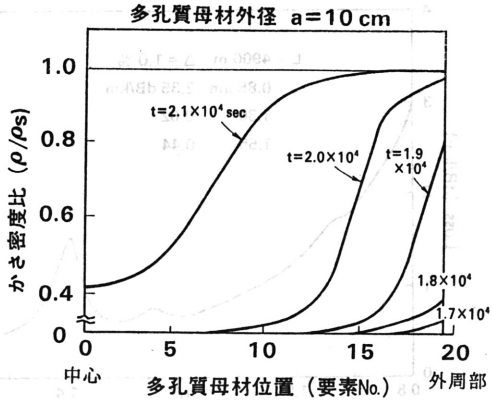


図8. 収縮過程密度変化

$$T=\frac{2q_0}{aK}\left[x^2t+\frac{r^2}{4}-\frac{a^2}{8}-a^2\sum_{n=1}^{\infty}\frac{J_0(\alpha n\, r/a)}{\alpha n^3 J_0(\alpha n)}\exp\left\{-(x\alpha n/a)^2t\right\}\right] \quad (3)$$

T：温度　K：熱伝導率　q_0：熱量　a：多孔質母材径
x^2：熱伝達係数（＝K／cs　c：比熱　s：密度）

そこで次のような処理によって収縮率の数値計算を行なった。ここで粘性率及び焼結曲線はScherer の報告[8][9]とその近似式を使用した。

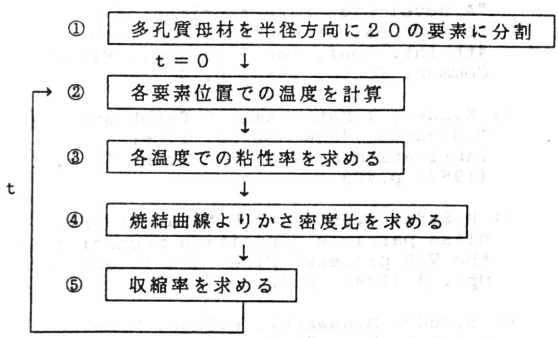


図7にガラス化が終了する過程を多孔質母材径をパラメータとして示した。多孔質母材径が大きくなるほど収縮開始からガラス化が終了するまでの時間がかかり、ほぼ半径に比例することがわかる。また図8に多孔質母材径10cmの場合の時間経過による収縮過程の密度変化を示した。中心部における収縮の遅れが見られると共に単位時間あたりの変化が中心部の方が大きく、局部的な昇温速度は中心部の方が速いことがわかる。これらの場合、熱量：q_0を大きくすると透明ガラス化される時間は短縮されるが不均一性は逆に増長されることになる。

以上は均質材質及び固定した熱伝導率の計算ではあるが、定性的な傾向を把握することができる。実際の母材の透明ガラス化では、収縮後の熱伝導率が大きくなり、より短かい時間で収縮する。透明ガラス化時の残留空孔の程度は、モデル計算で考えたような局所的な昇温速度と式(1)から考えることができる。一般的にpure-SiO_2 とdoped-SiO_2 では必要なガラス化温度はdoped-SiO_2の方が低くなるか、昇温速度条件を考えた場合、添加物質の揮発により、ガラス化雰囲気としてのガス定数が変化し、doped-SiO_2の方が条件的に厳しくなるものと考えられる。

5. ファイバ特性

多重火炎VAD法により作製したファイバの代表的な損失特性を図9に示す。波長1.3μmでの損失値は0.62 dB/km，最低損失値は波長1.55μmにおいて0.44 dB/kmと低損失であり、従来の方法によるものとの差は見られなかった。

また高NA化を目的に作製した高Δファイバの代表的な屈折率分布を図10に示す。比屈折率差1.8％において伝送帯域幅 440 MHz·km（波長1.3μm，標準1％SGSファイバ入力）であ

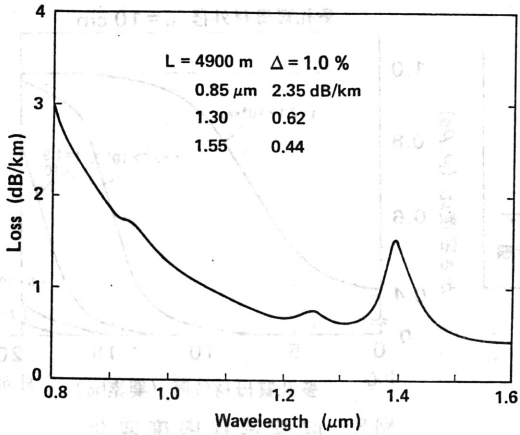


図9. 多重火炎VAD法で作製したファイバの損失特性

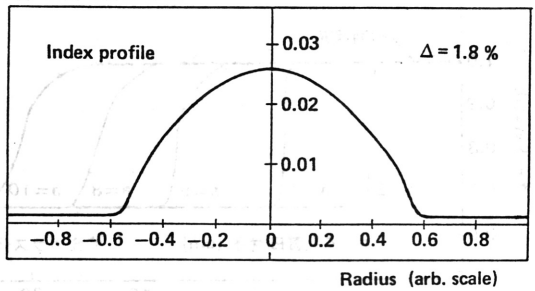


図10. 多重火炎VAD法で作製した母材の屈折率分布

った。3.2節で示した屈折率分布制御法を活用することにより、比較的広帯域な特性が実現できた。さらに最適化を図ることにより、より広帯域のファイバが得られるものと考えられる。

6. まとめ

光ファイバ母材高速合成技術として、多重火炎VAD法を提案すると共に、実際の母材作製に適用し、その有用性を示した。同時に大形多孔質母材の透明ガラス化条件を検討し、その母材外径の影響を明らかにした。また得られたファイバも低損失であり、高比屈折率差を有する場合にも比較的広帯域な特性が得られることが確認できた。

本方法により、高品質な光ファイバを高速で製造でき、光ファイバ母材製造コストの経済化に寄与できるものと考える。

謝辞

本研究を進めるにあたり、御指導、御鞭撻を頂きました高田久夫氏、稲垣伸夫氏、山川進三氏ならびに千田和憲氏に感謝致します。また母材作製に際し、有益な御討論を頂きました塙文明氏、実験及び計算に御協力頂きました山村哲哉氏、木下岳司氏、伊藤寿美子嬢に深謝致します。

参考文献

1) K.L.Walker, F.T.Geyling and S.R.Nagel "Thermophoretic deposition of small particles in Modified Chemical Vapor Deposition process", J. Amer. Ceram. Soc. 63 (1980) p.552

2) M.G.Blankenship, A.J.Morrow and L.A.Silverman,"Large GRIN preforms deposited at high rate using OVD", Tech. Dig. Opt. Fiber Commun., Phoenix, 1982, p.18

3) S.Sudo, M.Nakahara and N.Inagaki, "A novel high rate fabrication process for optical fiber preforms" Tech. Dig. 4th Int. Conf. Int. Opt. Opt. Fiber Commun, Tokyo, 1983, p.14

4) K.Susa, I.Matsuyama, S.Satoh and T.Sugamuma,"New optical fiber fabrication method" Electron. Lett. 18 (1982) p.499

5) H.Suda, S.Sudo and M.Nakahara,"Fine glass particle deposition mechanism in the VAD process" Fiber and Integrated Opt. 4 (1983) p.427

6) S.Sudo, M.Kawachi, H.Suda, M.Nakahara and T.Edahiro,"Refractive-index profile control techniques in the Vapor-phase Axial Deposition method", Trans. IECE Japan E64 (1981) p.536

7) S.Sudo, T.Edahiro and M.Kawachi, "Sintering process of porous preforms made by a VAD method for optical fiber fabrication", Trans. IECE Japan E63 (1980) p.731

8) G.W.Scherer,"Sintering of low-density glasses I, Theory", J. Amer. Ceram. Soc. 60 (1977) p.236

9) G.W.Scherer and D.L.Bachman, "Sintering of low-density glasses II, Experiment study", J. Amer. Ceram. Soc. 60 (1977) p.239