

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 19 日現在

機関番号：30118

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420316

研究課題名(和文) 石英系光ファイバ用耐高温遮光膜成膜技術の開発

研究課題名(英文) Development of the heat-resistant and light shielding film fabrication technology for optical silica fiber

研究代表者

小林 壮一 (KOBAYASHI, SOICHI)

千歳科学技術大学・理工学部・教授

研究者番号：80326595

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的は金属皮膜を有する光ファイバの遮光性に着目し、その効果を有する耐高温なガラス材料開発をすることにより金属皮膜工程を省略すること、およびマルチコア用高密度コア技術のクロストーク低減化にある。以上の目的のため本研究では今までにない過度なBi元素の添加をVAD法により試み、耐高温黒色ガラスを実現し、VAD法による材料最適条件を見出し、黒色ガラス作製条件を明らかにした。次に作製された黒色ガラスの光学特性である透過特性、黒色ガラスの耐高温特性、半導体レーザ照射後の温度上昇特性、電気伝導特性、黒色被膜付き光ファイバの伝搬損失特性、斜め入射によるクロストーク損失特性について明らかにした。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study based on the light blocking effect of the metal film on optical fibers is the fabrication of light-blocking and heat-resistant glass layer on the optical fiber for omitting the metal film process and reducing cross-talk between cores in the high density multi-core fiber. To realize the purpose the black silica glass was fabricated with the unprecedented excessive Bi₂O₃ doping by the VAD method and its optimum fabrication condition was found. Next, the transmission, the heat-resistant, the temperature rising by laser irradiation and the electrical conduction characteristics of the black glass are discussed and the propagation loss and the cross-talk attenuation characteristics of the coated black-glass optical fibers are studied.

研究分野：光ファイバ、レーザ光学、光導波路

キーワード：黒色ガラス VAD法 遮光膜 電気伝導度 クロストーク マルチコア 酸化ビスマス カーボン

1. 研究開始当初の背景

近年、内視鏡CCDカメラでは画像は見えるが生体内部の分光分析ができず、細径光ファイバ及び広帯域光源により、生体組織の観測が注目されている。また、近接場光学顕微鏡では、分解能と微弱信号の検出感度向上のため、光ファイバプローブに遮光用金属膜が施されている[1]。従来、遮光用光ファイバはガラスファイバ上に金属コーティングすることで実現されている。国内特許[2]では光通信用ガラス母材を線引きしてファイバ化した後、Bi、Pb、Sn、Cdなどの組成で融点250以下合金をファイバ上に塗布することを特徴としている。国内特許[3]では光ファイバ裸線の外周面に金属コート層を設け、更に保護層、金属部材を設け、中性子を吸収、減速している。国外特許[4]では金属が含有されたスラリーを液体状にして光ファイバに被覆し、低温にして固相状態にする金属被覆されたファイバが研究されている。これら従来の遮光性、耐放射線、磁性被覆技術を代表とする外界からの影響を遮断し、ガラス上に金属被膜を形成する技術は低温(1000以下)で行われていること、酸化物と金属という物理定数の異なった物質同士を接触させているため機械的ストレス、耐環境性の劣化が予測される。本研究では遮光性に優れた、高温(1000~1800)に耐え得る、生産性の良い、酸化物からなる - 光ファイバ用遮光被膜 - を新たに発現すべく材料の研究を行うものである。研究者らは従来、ファイバレーザおよび光増幅器用光ファイバの研究を進め、 Bi_2O_3 添加石英系光ファイバの作製を試みている。先に大阪大学中塚教授のグループではシリカガラスに Bi_2O_3 などを粉末で混合しガラス化して1.3 μm 帯用ファイバ増幅器の研究が進んでい

る[5]。一方、ロシアでは同じ目的で光ファイバ製法であるMCVD (Modified Chemical Vapor Deposition)法により Bi_2O_3 添加シリカ光ファイバを研究している[6]。しかし、MCVD法による Bi_2O_3 添加シリカ光ファイバは最終工程にて高温で母材形成を行うため十分な Bi_2O_3 ガラスをシリカ光ファイバに添加することが難しい。そこで研究者等は光ファイバ製法であるVAD (Vapor Phase Axial Deposition)法により Bi_2O_3 添加シリカ光ファイバ用ガラスを作製し、 Bi_2O_3 の量が多く添加されていることを確認した。今回のテーマの着想に至った経緯は SiO_2 - GeO_2 - Al_2O_3 - Bi_2O_3 ガラスを研究する過程で Al_2O_3 と Bi_2O_3 の混合比を変えることにより 黒いガラスが発現すること、 高温(1600以上)で黒被覆光ファイバ線引き可能なこと、 長時間線引き可能なこと等が見出されたことである。

<引用文献>

- [1] 斎木敏治、物部秀二、応用物理、68(1999)313
- [2] 田島祥光、松井和則、山西徹 (特開昭59-21546) (日本電信電話公社、住友電工)
- [3] 塩田孝夫、千吉良定雄、真田和夫、福田長 (特開昭59-128501) (藤倉電線)
- [4] フランツ・トーマス・ゲーリング (ウエストンエレクトリックカンパニー) 米国特許 #352511
- [5] Yasushi Fujimoto and Masahiro Nakatsuka, Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 40(2001) pp. L279-L281
- [6] V. O. Sokolov, V. G. Plotnichenko and E. M. Dianov, (Russian Academy of Sciences) OPTICS LETTERS / Vol. 33, No. 13 / July 1, 2008

2. 研究の目的

本研究では光ファイバの遮光性向上を目指し、耐高温黒色ガラスを被覆した光ファイバを実現するため、 $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ 組成を基本とした石英系黒色ガラスを発現する。そして黒色ガラスの波長依存光透過特性、石英系光ファイバ作製可能な耐高温性、バンドル光ファイバの画像鮮明度について、 $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ガラスの組成比、黒色ガラス被膜形成の温度、圧力、溶液濃度、時間、光ファイバ形成の温度、圧力、線引き速度等の最適化を行う。また遮光性に優れた黒色ガラス被覆光ファイバ及び画像鮮明度良好なバンドル光ファイバ実現のため、黒色ガラスの波長依存光透過特性、光ファイバ黒色ガラス被覆の耐高温性、バンドル光ファイバの画像鮮明度について発現材料の基本特性を明確にすることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) VAD 法による $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ 黒色ガラスの組成変化と透過スペクトルの関係の明確化：本研究では従来の光ファイバ製造方法であるVAD 法を主体とした方法で $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$ 微細粉末からなるスートを作製し、仮焼結後Al及びBi を液浸法によりスート内部に浸透させ、ガラス化することにより黒色ガラス被膜石英系光ファイバ母材を試作する工程を採用している。しかし酸化アルミニウムと酸化ビスマスでは体積、質量ともに異なるため黒色ガラスの透過率を推定することが困難である。更に液浸法によるスート内部へのアルミニウムとビスマス溶液の浸透容易性と仮焼結ガラスの密度との関係が存在するため、それらのメカニズムを解明する。

(2) 光ファイバ用黒色ガラス被膜の機械的、化学的、光学的基本特性の把握：光ファイバ用黒色ガラス被覆を試作し、母材状態で断面方向に各組成がいかに分布するかEDX(エネルギー分散型X線分光法)により測定を行う。光学的には母材段階で屈折率分布がいかに形成されているか測定を行う。光ファイバ用黒色ガラス被膜の光学特性および遮光特性の波長依存性を明確化する。

(3) 光ファイバ上の黒色ガラス被覆の透過スペクトル特性および遮光特性の明確化：最適化された組成の黒色ガラス被膜光ファイバを線引きした後、黒色ガラスと同様、光ファイバ用黒色ガラス被覆の透過スペクトル特性および遮光特性の波長依存性について明らかにし、伝搬損失特性、クロストークスペクトル損失特性について明確にする。

4. 研究成果

(1) 黒色ガラス被膜作製技術

黒色ガラス被膜の作製法及び作製工程を図1に示した。黒色石英ガラスは石英ガラス(SiO_2)を主成分として作製される。この製造法には気相軸付法(VAD法)が使われている。四塩化珪素(SiCl_4)と酸素、水素を反応させ SiO_2 微粒子である白い粉末状のスートを形成し、石英棒の周辺にこのスートを付着させる。その後高温で溶かしてゆっくり冷やすことで透明な円筒状の石英棒、すなわち光ファイバの母材(プリフォーム)が作製される。光ファイバの中心部(コア)は周辺より屈折率を大きくする必要があるが、これには四塩化珪素に四塩化ゲルマニウム(GeCl_4)を添加し、 $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$ 微粒子スートを形成する。その後、その微粒子スートを仮焼結し、BiとAl溶液に浸し焼結し、黒色ガラスプリフォームを作

製する。その後、高温下で光ファイバに線引きして黒色ガラスファイバを作製する。

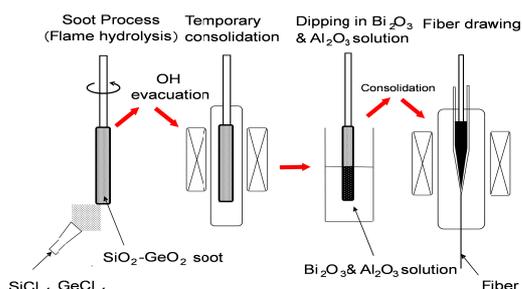


図1 黒色ガラス及び黒色光ファイバの作製法

図2に黒色ガラス添加入り石英光ファイバ母材の断面写真(厚さ:2.4mm)を示した。(a)~(d)は黒色ガラス部であるが(e)はGeO₂添加入り透明石英ガラス部を示している。図3は図2に示した母材のEDXによる成分分布測定結果である。図2の結果より母材の外周にBi₂O₃及びAl₂O₃が分布し(図2(a)~(d))中心部(e)にはGeO₂が多く分布していることが理解できる。黒色ガラス作製条件を求めた結果、Bi₂O₃とAl₂O₃の重量比は1~5、焼結温度は1650~1850の領域で形成可能なことが明らかとなった。また、図3のようにBi₂O₃が外周に分布するだけでなく製法の改良により、ガラス全体を黒色化することにも成功した。

(2) 黒色ガラス被膜の温度特性

図2(a)の近傍にアルメルクロメル熱電対を添付し、808nmLDのレーザー光をマルチモードファイバ(100µmコア径、140µmクラッド径)を通した後、(a)~(d)に照射してレーザー光パワー対温度上昇特性を測定した(図4)。

図4が示すように黒ガラス部(d)はレーザー光照射による温度上昇が観測されているが中心部(e)はレーザー光が透過し易いため温度上

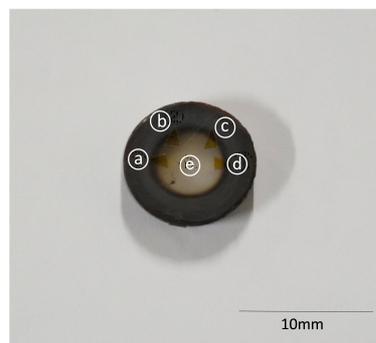


図2 黒色ガラス添加入り石英光ファイバ母材

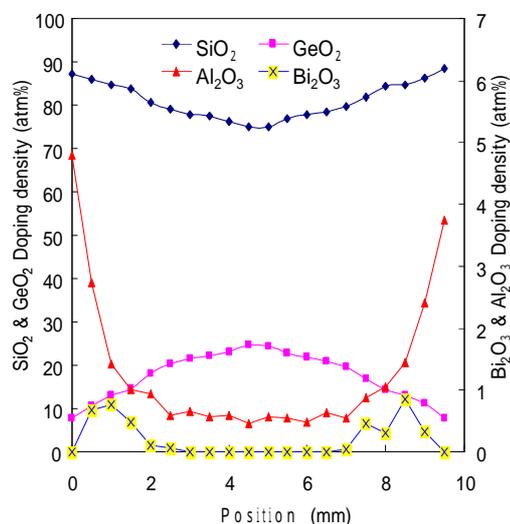


図3 黒色ガラス添加石英光ファイバ母材のEDX分析結果

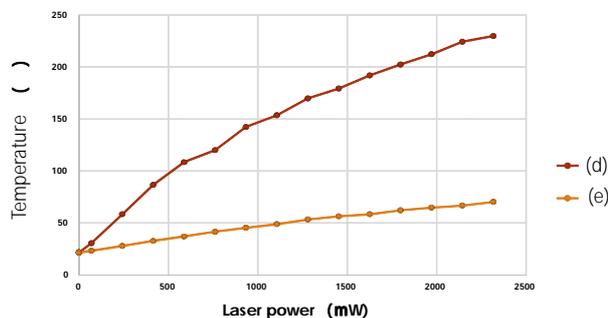


図4 図2試料に808nmレーザー光照射した場合の温度上昇特性

昇率が低いことがわかる。この結果、黒ガラス部では 808nm レーザ光照射により、2.5W のレーザパワーで 250 度に上昇することが明らかとなり、一方透明石英部では 100 度以下であった。また、温度上昇応答特性を求めたところ最大温度に達する時間は(a)～(d)で 3.5～5 分であり、大きな差異は認められなかった。

(3) 黒色ガラス被膜の光学特性

図 2 の試料(厚さ: 2.4mm)に 3W の 808nm レーザ光(0.5～2.5W)を照射し、透過光強度をパワーメータで測定した結果、黒色部は約 20dB の損失特性を示し、透明部は 4dB の透過損失を示した。したがって各々 80dB/cm、16dB/cm の伝搬損失を示した。また、レーザパワーが増加するに従い損失値は上昇したが変化率は 2dB 以内であった。

(4) 黒色ガラスの電気伝導性

図 2 試料の電気抵抗値をテスターで測定した。測定は(a)と(b)、(c)、(d)の各々の間で行った。測定の結果、全ての部分で抵抗が 10M 以上であった。

(5) 黒色光ファイバの光学特性

図 5 は外周黒色ガラス母材を火炎で線引いた黒色光ファイバの断面を示している(コア径 500 μ m、クラッド径 1200 μ m、長さ 700mm)。0.633 μ m、1.3 μ m、1.55 μ m のレーザ波長で各々伝搬特性を測定した結果、0.5dB/cm(0.633 μ m)、2dB/cm(1.3 μ m、1.55 μ m)であった。

図 6 にクロストーク特性測定系を示した。黒色ファイバに外部から光ファイバを用いてレーザ光を結合させ、マルチモード光ファイバへの結合パワーを測定した。

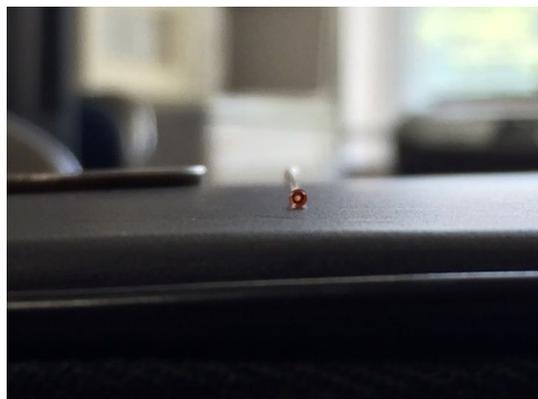


図 5 黒色光ファイバ断面写真

今回は 30 度の角度で研磨した光ファイバ(100 μ m コア径、140 μ m クラッド径)を用いて側面から屈折率整合材を介して黒ガラスファイバに入射し、マルチモードファイバへの結合パワーを測定し、クロストーク損失を評価した。0.633nm、808nm、1300nm、1550nm の波長でクロストーク測定値はいずれのレーザ光源でも小さく、-30dB 以下と低いことが明らかとなった。

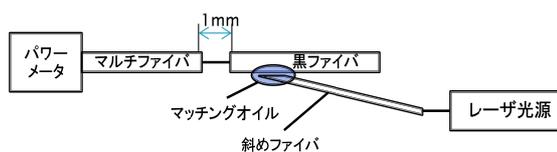


図 6 斜め入射による黒色光ファイバへのクロストーク測定光学系

(6) 高出力レーザ照射による黒色ガラスの表面劣化測定

図 2 の黒色ガラス部に 3W の CW808nm レーザ光を 10 分間照射した後、表面の状態を金属顕微鏡により観測した。レーザ光照射前後で損傷は観測されなかった。

(7) まとめおよび実用化の可能性

VAD 法による黒色ガラスの作製法を確立した。黒色ガラスの温度特性では 808nm レーザ光照射により、250 /2.5W が得られた。

このことより高出力レーザ光伝搬の場合、クラッドから直接コーティング材へ光が放射すること無く一度黒色ガラスで吸収し、外部へ熱放散可能であるため空冷による高出力レーザの可能性が期待できる。また、電気によるハンダ付を嫌う半導体プロセスなどにおいて黒ガラスハンダごての可能性が考えられる。

黒色ガラスの光学特性から光遮断特性として 80dB/cm が得られたため、医療などの高感度光センサーへの応用が期待できる。

また、バンドルファイバの背景ガラスとして黒色ガラスが製造可能であれば画像の鮮明度を向上することが期待できる。

黒色ガラスの電気抵抗が 10M 以上であり、絶縁体として且つ遮光性の性質を有するため、高温下に於いて防火壁等の材料として応用が期待できる。

5 . 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

S. Kobayashi, "Black synthetic quartz glass layer for optical fiber cross-talk reduction fabricated by VAD method, Proc. SPIE, Laser Beam Shaping XVII, Vol:9950, 2016, pp.171-176

[学会発表] (計 1 件)

S. Kobayashi, "Black synthetic quartz glass layer for optical fiber cross-talk reduction fabricated by VAD method", SPIE .OPTICS+PHOTONICS 2016, Poster 9950-30,

Aug.28-Sept.1, San Diego Convention center, USA

6 . 研究組織

(1)研究代表者

小林 壮一 (KOBAYASHI, SOICHI)

千歳科学技術大学・理工学部・教授

研究者番号：80326595