

平成 22 年 6 月 10 日現在

研究種目：基盤研究（C）  
研究期間：2007～2009  
課題番号：19560683  
研究課題名（和文）ガラスのミクロ構造と破壊現象  
－10kW級ファイバレーザの実現を目指して－  
研究課題名（英文）Study on glass structure and laser damage to develop 10kW fiber laser

研究代表者  
齋藤 和也（SAITO KAZUYA）  
豊田工業大学・工学部・教授  
研究者番号：20278394

## 研究成果の概要（和文）：

高出力（単一モード10kW級）ファイバレーザを実現するための障壁となっているガラスのレーザ破壊現象に関して、ガラスのミクロな構造と破壊現象やレーザ出力低下の原因となる欠陥生成の相関を明らかにして、その抑制法を開発することを目的に研究を行った。その結果、どのような欠陥がレーザ出力低下の原因となるのかをつきとめ、その欠陥を抑制するガラス組成やガラスの処理方法についての知見を得た。

## 研究成果の概要（英文）：

It is important for realizing the high-power fiber laser to clarify the origin of the laser damage which reduces the laser power. We investigated the correlation between the fiber glass structure and the laser induced defects, and searched the method suppressing the laser damage. We clarified the defects which reduces the laser power, and optimized concentrations of dopants in the fiber glass. We also found the glass treatment method to suppress the laser damage.

## 交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2008年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2009年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、無機材料・物性

キーワード：ファイバレーザ、シリカガラス、レーザ破壊、フォトダークニング、  
イットリビウム

## 1. 研究開始当初の背景

Yb添加ファイバレーザーからの単一モード出力は比較的簡単な手法によって急激に増大してきた（ただし、いずれの成果も国外のもので、日本はこの分野において研究開発が遅れている）。現在のところ高出力化は飽和する傾向を見せていないが、いずれ問題になると考えられているのが、本研究課題で取り上げるホストガラスのレーザーによる破壊現象である。シリカファイバのレーザー破壊閾値は、1MW/mm<sup>2</sup>程度であると考えられており、この問題を回避せずに10kW超の高出力化は不可能である。この課題に対する対策として、(1)ファイバコア径を大きくすること、および(2)MOF (Micro-structured Optical Fiber)を利用することが、現在多くの研究機関で試みられており、本研究グループでも研究を進めている。しかし、対策(1)では単一モードを維持することが難しく、5kW程度が限界であると考えられる。また、対策(2)ではMOF型ファイバレーザーが開発途上にあり、従来型のファイバレーザーを超えられるかわからないところがある。例えば、MOFの穴あき構造のために破壊が起こりやすい表面が非常に多くなるということが懸念される。またair-guidingの場合は、有効なポンピング方法などのブレイクスルー技術が必要となる。このような背景にあって、問題の根源に立ち返り、ガラスホストのレーザー破壊現象を詳しく調べ、破壊閾値を向上させることは、ファイバレーザーのさらなる高出力化に重要なポイントとなる。

一方、光学材料のレーザー破壊現象の学術的な研究も多くなされているが、ガラスの場合は特に破壊のトリガーとなる要因が複雑であるため未解明な点も多い。さらにファイバ形状ではファイバヒューズなどのような特異

な現象も観察され、破壊過程と原因を究明することは学術的に価値がある。

## 2. 研究の目的

本研究課題では、単一モード10kW級ファイバレーザーを実現するための障壁となっているホストガラスの破壊現象の解明とその抑制に焦点を当てて、以下のことを明らかにすることを目的とした。

- (1) ガラスのミクロな構造と破壊現象（およびそのトリガーとなるフォトダークニング）の相関を、定量的に明らかにする。ガラス構造の安定性と破壊現象は密接な関係があると予想されるため、シリカガラスの無秩序性の指標となるSi-O-Si結合角の分布、欠陥濃度等と破壊閾値の相関を調べる。
- (2) フォトダークニングで生成する欠陥種を同定し、フォトダークニングおよびファイバガラスのレーザー破壊の抑制法の開発を行う。

## 3. 研究の方法

ガラスのミクロな構造と破壊現象の相関を、定量的に明らかにする。ここで重要な課題は、ホストガラスのミクロ構造変化を精密に定量化して破壊閾値との相関を決定することである。シリカガラスの場合、2260cm<sup>-1</sup>付近の赤外吸収ピーク位置変化がSi-O-Si結合角の変化を敏感に反映することが知られており、仮想温度を決定する方法としてよく用いられる。本研究グループでは、光散乱、X線小角散乱、紫外吸収端などのガラスの無秩序性を反映する物性量が、この赤外吸収ピーク位置の変化とリニアな相関をもつことを明らかにしている。したがって、このピーク位置の変化を指標として破壊閾値を調べることは、シリカガ

ラスの無秩序性を特徴づけるマイクロ構造の変化との対応を決定する最良の方法であると考える。具体的な研究方法を以下に記す。

- (1) 破壊閾値の測定法の確立：レーザー照射光学系を構築し、破壊閾値の決定方法を確立する。
- (2) MCVD法によるYb添加シリカガラスの作製：以下の測定に用いるYb添加シリカガラスおよびAl, P共添加Yb添加シリカガラスを作製する。
- (3) レーザー破壊閾値と仮想温度の相関把握：熱処理条件を制御して仮想温度を変えたYb添加シリカガラスを作製して、レーザー破壊閾値と仮想温度の相関を調べる。
- (4) X照射による加速実験で生成する欠陥種の同定：X照射によりYb添加シリカガラスに生成した欠陥を光吸収スペクトルおよびESR測定により同定し、フォトダークニング、さらにはレーザー破壊につながる原因を明らかにする。
- (5) 共添加元素の影響の把握と最適組成の探索：Al, P共添加効果を明らかにして、フォトダークニングやレーザー破壊を抑制する最適組成の探索を行う。

#### 4. 研究成果

単一モード10kW級ファイバレーザーを実現するための障壁となっているホストガラスのレーザー破壊現象に関して、ガラスのマイクロな構造と破壊現象の相関を明らかにし、その抑制法を開発することを目的に研究を進め、以下のことを明らかにした。

- (1) フォトダークニングによりどのような欠陥が生成するかを吸収スペクトルおよびESRにより調べた。その結果、正孔捕獲中心による吸収の裾が、

励起およびレーザー発振に影響していることを明らかにした。

- (2) シリカガラスの仮想温度が、フォトダークニングによる欠陥生成量、およびレーザー破壊閾値に密接に関係していることを初めて明らかにした。ファイバレーザーの仮想温度を下げることで、フォトダークニングによる欠陥生成量を30%程度抑制できる。
- (3) Al およびP共添加の効果調べ、P添加により正孔捕獲中心の吸収の半地幅が、Al添加のものより狭いため、フォトダークニング抑制に効果的であることを明らかにした。さらに、ESR測定により、P共添加およびAl共添加ガラスを比較して、P共添加ガラスの方が欠陥生成が抑制できることを確認した。
- (4) P共添加およびAl共添加シリカガラスにおけるYb周辺構造をNMRおよびRaman散乱測定により明らかにし、さらに以下の事実を明らかにした。P共添加の場合、Ybイオンの吸収および蛍光断面積が小さくなる理由は、周辺構造の対称性が高いことによる。また、Al添加濃度が低い領域では、Yb周辺にAlは3個の割合で配位しており、この電荷補償によりYbイオンのクラスタリングを抑制している。
- (5) フォトダークニングで生成するYb<sup>2+</sup>の光学特性を明らかにした。また、還元雰囲気中でYb<sup>2+</sup>を故意に生成させた試料を作製し、この試料が紫外線照射により、非常に強いペール・グリーン蛍光を発することを明らかにした。

以上の結果から、単一モード10kW級ファイバレーザーを実現するための最適な組成の検討を進めた。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 5 件)

① L. M. Xiong, E. H. Sekiya, K. Saito, “Mass fabrication of homogeneously Yb-doped silica nanoparticles and their spectroscopic properties” *Nanotechnology*, 査読有, 20, 2009, pp. 015605-1-7.

② L. M. Xiong, E. H. Sekiya, K. Saito, “Yb-doped silica perform precursor nanoparticles and the photodarkening in them” *Proc. SPIE*, 査読無, 7369, 2009, pp. 76311E-1-8.

③ P. Barua, E. H. Sekiya, K. Saito, “Fabrication of Yb-doped silica glass through the modification of MCVD process” *J. Non-Cryst. Solids*, 査読有, 354, 2008, pp. 4737-4742.

④ E. H. Sekiya, K. Saito, “Influences of Yb<sup>3+</sup> ion concentration on the spectroscopic properties of silica glass”, 査読有, 354, 2008, pp. 4760-4764.

⑤ V. Petit, E. H. Sekiya, K. Saito, “Characterization of Yb<sup>3+</sup> clusters in silica glass performs” *Opt. Materials*, 査読有, 31, 2008, pp. 300-305.

[学会発表] (計 15 件)

① K. Saito, E. H. Sekiya, T. Okazaki, Y. Fujita, T. Suzuki, “Relationship between structural disorder and optical properties in Yb/Er doped silica glasses” *International Conference on the Physics of Non-Crystalline Solids*, 2009. 9. 8, イグアス (ブラジル)

② E. H. Sekiya, K. Saito, “Photodarkening induced by X-ray irradiation on Yb-Al doped silica glasses” *International Conference on the Physics of Non-Crystalline Solids*, 2009. 9. 8, イグアス (ブラジル)

③ 齋藤和也, 関谷 Edson, 藤田勇樹, 岡崎朋也 “Er 添加シリカガラスの無秩序性と光学特性” *応用物理学会* 2009. 4. 1 筑波大学

④ 天野 優, 山本理恵, 久礼田恵資 岡崎朋也, 関谷 Edson, 齋藤和也 “Yb 添加シリカ

ガラスのフォトダークニング” *応用物理学会* 2009. 4. 1. 筑波大学

⑤ 齋藤和也 “ファイバレーザー材料” 中部レーザー研究会 2009. 9. 1. 愛知県大府市

⑥ 齋藤和也 “シリカガラスの無秩序性と希土類イオンの電子状態” *フォトニクス・ミーティング* 2009. 2. 2. 東京工業大学

⑦ 山本理恵 関谷 Edson 齋藤和也 “希土類添加シリカガラスのフォトダークニング” *フォトニクス・ミーティング* 2009. 2. 2. 東京工業大学

⑧ 岡崎朋也 関谷 Edson 齋藤和也 “Yb/Al 共添加シリカガラスにおける Al 配位数と物性の相関” *応用物理学会* 2009. 3. 31. 筑波大学

⑨ 山本理恵 関谷 Edson 齋藤和也 “Yb 添加シリカガラスのフォトダークニング” *応用物理学会* 2008. 9. 4. 中部大学

⑩ E. H. Sekiya K. Saito “Improvement of Yb<sup>3+</sup> doped optical fiber preforms by using MCVD Method” *Photonics Europe* 2008. 4. 9. Strasbourg

⑪ K. Saito E. H. Sekiya “Fictive temperature dependences of optical properties in Yb-doped silica glass” *Photonics Europe* 2008. 4. 10. Strasbourg

⑫ 齋藤和也 関谷 Edson “シリカガラスの無秩序性と Yb<sup>3+</sup> の電子状態” *The 18<sup>th</sup> Meeting on Glasses for Photonics* 2008. 1. 28. 東京工業大学

⑬ P. Barua, 齋藤和也, E. H. Sekiya “Yb 添加シリカガラスの作製とその光学的評価” *応用物理学会* 2007. 9. 6. 北海道工業大学

⑭ 齋藤和也 E. H. Sekiya, P. Barua “シリカガラスの無秩序性と Yb<sup>3+</sup> の電子状態” *応用物理学会* 2007. 9. 6. 北海道工業大学

⑮ K. Saito, E. H. Sekiya, P. Barua and A. J. Ikushima “Structure and physical properties of Yb-doped silica glass” *International Congress on Glass* 2007. 7. 2. Strasbourg

〔産業財産権〕

○出願状況（計1件）

名称：光ファイバ及びその製造方法

発明者：齋藤和也 他6名

権利者：トヨタ学園 日立電線

種類：特許権

番号：特願 2007-117277

出願年月日：2007/04/26

国内外の別：国内

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

齋藤 和也 (SAITO KAZUYA)

豊田工業大学・工学部・教授

研究者番号：20278394