

# 超低損失光ファイバーの研究

齋藤和也

## Toward More Lucent Optical Fibers

Kazuya SAITO

Dependences of fiber drawing speed and dopant concentration on fictive temperature were investigated in silica optical fibers. Structural relaxation time was also determined, and it was found that relaxation time in silica fiber is shorter than that in silica perform. Furthermore, structural relaxation in the core was found to be restricted by structural relaxation in the clad.

**Key words:** optical fiber, silica glass, structural relaxation, fictive temperature, light scattering loss

高密度波長多重通信技術の進展に伴い、

- ① 光ファイバーの低損失領域の広帯域化
- ② 光ファイバー増幅器の装置数増加抑制によるコスト削減
- ③ 大容量通信を阻害する三次光非線形性の抑制

を目指したシリカファイバーの超低損失化（特に、損失の主要因である光散乱損失の低減化）が再び重要な課題となっている。

シリカガラスは、 $\text{SiO}_4$ 四面体の頂点を共有したネットワーク構造を形成し、Si-O-Si結合角が非常に広い角度分布をもっていることが知られている。われわれはこれまで、バルク試料を用いた研究で、「不純物添加による副構造緩和」および「紫外線支援構造緩和」などの構造緩和技術を駆使して、この分布幅を制御することで、シリカガラスの低散乱化が可能であることを示してきた<sup>1-3)</sup>。しかし、超低損失ファイバーを実現するためには、ファイバー紡糸中のガラス形成過程を制御する必要、すなわち、0.1~数秒オーダーの構造制御法を確立する必要がある。本報告では、ファイバーにおける構造緩和について、われわれの最近の研究結果を報告する。

### 1. 仮想温度と光散乱損失

シリカガラスの物性は、おもにSi-O-Si結合角のばらつきに起因する構造無秩序性に密接に関係するが、その構造無秩序性の程度を表すものとして、仮想温度は非常に便利

なパラメーターである。仮想温度とは、ガラス中に凍結した構造が何度の過冷却液体の構造に対応するかを示したものである。光散乱損失と仮想温度の関係をバルク材料を用いて決定した結果を、図1および図2に示す。添加物を含まないシリカガラスの光散乱損失は仮想温度に比例する<sup>4)</sup>。これは、等温圧縮率の温度依存性がきわめて小さいシリカガラスでは、レイリー散乱の原因である密度ゆらぎが熱エネルギーに比例して変化するからである。一方、フッ素や塩素を添加すると、直線の傾きはほとんど変化しないが上方にシフトすることがわかる。これは、密度ゆらぎ（仮想温度に比例する成分）はハロゲン濃度にあまり影響を受けないが、レイリー散乱のもうひとつの要因となる濃度ゆらぎがハロゲン添加濃度が増加するにつれて増大していることを示している。両図の違いより、濃度ゆらぎによるレイリー散乱の増大は、塩素よりフッ素のほうが大きいことがわかる。

### 2. ファイバーの仮想温度の決定

空間分解能約4  $\mu\text{m}$ の顕微ラマン散乱測定装置を用いて、各種シリカ系光ファイバーの仮想温度の決定を試みた。バルク試料の場合、赤外吸収法<sup>5)</sup>のほうが精度よく仮想温度を決定できるが、顕微赤外吸収測定装置の空間分解能がレーザーを用いる顕微ラマン装置ほど上がらないために、本研究ではラマン散乱法<sup>6)</sup>を採用した。

まず、熱処理を施したファイバーおよびプリフォームで

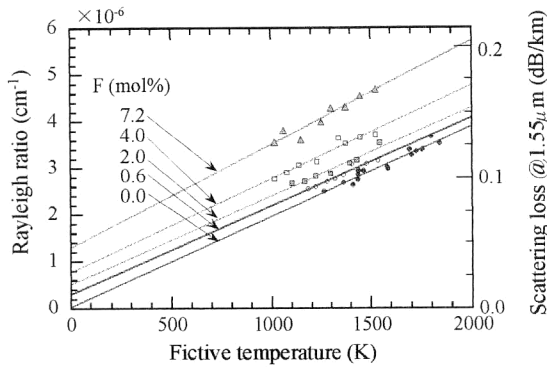


図1 フッ素添加シリカガラスの仮想温度と光散乱損失の関係<sup>4)</sup>.

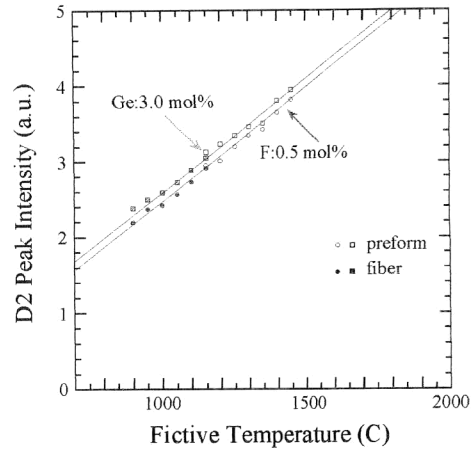


図3 仮想温度を求めるための検量線.

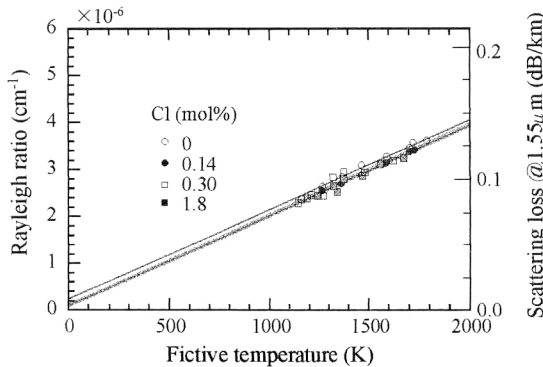


図2 塩素添加シリカガラスの仮想温度と光散乱損失の関係.

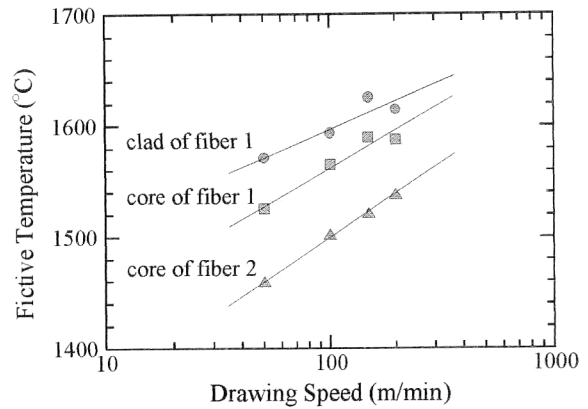


図4 光ファイバーの仮想温度測定例.

600  $\text{cm}^{-1}$  付近のピーク (D2 線とよばれる) 強度と仮想温度の検量線を作成した. D2 線は1つのモデルとして平面3員環構造に由来するといわれているが<sup>7)</sup>, いまだ直接的な証拠はない. しかし, 仮想温度の変化に伴って大きく変化し, またその変化が可逆であることから, 仮想温度の決定に用いることができる<sup>6)</sup>. 作成した検量線の例を図3に示す. D2 線のピーク強度は仮想温度と線形関係にあることがわかる. また, 添加元素種および濃度により若干検量線がシフトするが, 傾きはほぼ一定である.

上記の方法で作成した検量線を用いて, 各種ファイバーの仮想温度を決定した. その一例として, 以下の構造をもつファイバーを速度を変えて紡糸し, その仮想温度を決定した.

- ファイバー1: コア・F 濃度 1.3 mol% 添加シリカガラス, クラッド・純粋シリカガラス
- ファイバー2: コア・F 濃度 4.5 mol% 添加シリカガラス, クラッド・純粋シリカガラス

結果を図4に示す. いずれの仮想温度も 1450~1650°Cと非常に高いことがわかる. また, 仮想温度は紡糸速度が遅いほど低い. これは, 紡糸速度が遅いほどファイバーの冷却速度が遅く, 構造緩和がより進むからである. またフッ素添加濃度が大きいほど, 同じ紡糸速度でも低い. これは,

フッ素添加により, 構造緩和時間が短くなっているからである<sup>8)</sup>.

### 3. ファイバーの構造緩和

前章で述べた仮想温度決定法によりファイバーの構造緩和過程を詳しく調べ, 以下のことを明らかにした.

- ① ファイバー・クラッドの構造緩和時間は, バルク試料〔プリフォーム〕と比較して短い
- ② ファイバー・コアの構造緩和時間は, クラッドの構造緩和の影響を大きく受ける

①の測定例を図5に示す. 同じ温度で熱処理しているにもかかわらず, ファイバーのクラッドのほうが紡糸前のプリフォームより速く緩和しており, 構造緩和時間で1桁近くの差がある. これは2つの原因が考えられる. 1つはサイズ効果であり, もう1つは構造緩和時間の仮想温度依存性である. われわれは, 高仮想温度の試料ほど構造緩和時間が短くなることをバルク試料で定量的に明らかにしており, 高い仮想温度をもつファイバーがこの効果を示すことは間違いない. ただし今後, サイズ効果と分離して定量的な解析を行う必要がある.

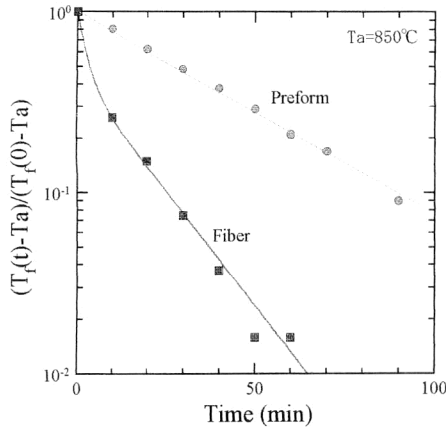


図5 ファイバー・クラッドとプリフォームの構造緩和の違い。

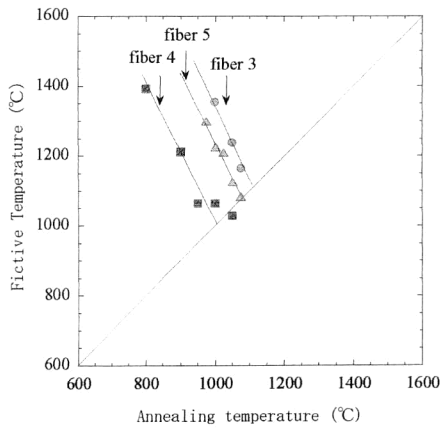


図6 アニーリング温度と到達仮想温度の関係。

②の結果は、以下の3つのファイバーでコアの構造緩和時間の違いを比較すると明らかである。

ファイバー3： コア・F濃度 1 mol% 添加シリカガラス，クラッド・純粋シリカガラス

ファイバー4： コア・F濃度 1 mol% 添加シリカガラス，クラッド・F濃度 4 mol% 添加シリカガラス

ファイバー5： コア・F濃度 4 mol% 添加シリカガラス，クラッド・純粋シリカガラス

これらのファイバーをアニーリング炉に1分入れた後に急冷して、コアの仮想温度を決定したところ、図6の結果を得た。横軸はアニーリング温度、縦軸はアニーリングによりコアの仮想温度がどの程度下がったかを示す。この結果は、フッ素を含み構造緩和時間が短いクラッドをもつファイバー4のコアが、ファイバー3および5のコアより実効的に短い構造緩和時間を持ち、低い仮想温度が実現できる

ことを示している。これは、クラッドの構造緩和（仮想温度低下で体積膨張）が止まるとコアの構造緩和が抑制されて進まず、また反対にクラッドの構造緩和が進めば、コアの構造緩和もバルク試料から期待される以上に進むことが原因であると推測される。この原因をより定量的に解明するためにはファイバー中の残存応力との関係を詳しく調べる必要があるが、いずれにせよ、この現象はこれまでの低損失ファイバー開発方法に転換を迫るものである。すなわち、コアに添加物を加えても、クラッドの構造緩和時間がコアの構造緩和時間より長い場合、コアの実効的な構造緩和時間はバルク試料で期待されるほど短くならないということである。Ge添加シリカファイバーのコアの仮想温度が期待されるほど低くないのも、この原因によると考えられる。一方、この現象を利用すれば、コアのガラス組成を変えなくても添加物によりクラッドの構造緩和時間を短くすることでコアの実効的な構造緩和時間を短くすることができる。この方法の大きな利点は、コアに添加物を追加しないために、コアの濃度ゆらぎを増やすことなく仮想温度を下げる事が可能であり、ファイバーの光散乱損失を低減化できることである。

試料を提供いただいた日立電線株式会社，住友電気工業株式会社，旭硝子株式会社に感謝いたします。

## 文 献

- 1) 齋藤和也，生嶋 明：“シリカガラスの構造緩和と光物性”，NEW GLASS, **14** (1999) 36-41.
- 2) 齋藤和也，垣内田洋，生嶋 明：“シリカガラスの構造無秩序性と構造緩和”，NEW GLASS, **15** (2000) 14-18.
- 3) A. J. Ikushima, T. Fujiwara and K. Saito: “Silica glass: A material for photonics,” J. Appl. Phys., **88** (2000) 1201-1213.
- 4) H. Kakiuchida, K. Saito and A. J. Ikushima: “Rayleigh scattering in fluorine-doped silica glass,” Proc. SPIE, **4905** (2002) 355-362.
- 5) A. Agarwal, K. Davis and M. Tomozawa: “A simple IR spectroscopic method for determining fictive temperature of silica glasses,” J. Non-Cryst. Solids, **185** (1995) 191.
- 6) F. Gareener: “Raman and ESR studies of the thermal history of amorphous SiO<sub>2</sub>,” J. Non-Cryst. Solids, **71** (1985) 373-386.
- 7) F. Gareener: “Planar rings in vitreous silica,” J. Non-Cryst. Solids, **49** (1982) 53-62.
- 8) K. Saito and A. J. Ikushima: “Effects of fluorine on structure, structural relaxation, and absorption edge in silica glass,” J. Appl. Phys., **91** (2002) 4886-4890.

(2002年12月10日受理)