

CO₂ レーザ照射によるファイバ融着接続におけるファイバ内部
微細空孔形成の SPring-8 放射光光源を用いた
X線マイクロCT観察による研究

**Three-Dimensional Observation of Silica Glass Microstructure change due
to the porosity in Optical Fiber Formed by the CO₂ Laser Irradiation Using
the X-ray Micro-Tomography System called SP- μ CT**

小池 真司^a, 柳 秀一^a, 井上 靖之^a, 上杉 健太朗^b, 竹内 晃久^b, 星野 真人^b,
鈴木 芳生^b, *渡辺 義夫^b

Shinji Koike^a, Shuichi Yanagi^a, Yasuyuki Inoue^a, Kentaro Uesugi^b, Akihisa Takeuchi^b, Masato Hoshino^b,
Yoshio Suzuki^b, *Yoshio Watanabe^b

^a 日本電信電話株式会社, ^b (財)高輝度光科学研究センター

^a NTT Corp., ^b JASRI

CO₂ レーザ照射による光ファイバ融着部の微細構造変化を SPring-8 BL47XU 設置のマイクロ Computed Tomography (CT)装置 SP- μ CT により評価した。2010A1699 において投影数の増加によって、線吸収係数の測定精度向上を図った SP- μ CT を用いて、融着光ファイバ中に観察された微細孔群形成箇所は線吸収係数分布に変化をもたらしていることを明らかとした。今回 2011A1697 課題実験において、本線吸収係数分布の変化はファイバクラッド部のクリストバライト結晶化に因るものであることを融着界面に限定した X-ray Diffraction(XRD)測定により明らかとした結果を中心に述べる。

キーワード： オンボードレーザ融着、SPring-8 μ CT (SP- μ CT)、XRD 測定

背景と研究目的：

近年の通信機器端末のよりインテリジェント化の進展によって、ネットワークに接続するデバイスの増加と、取り扱う情報の高度化の結果、2015 年の IP(Internet Protocol)トラフィック量は 2010 年の 4 倍にまで増加すると予測されている[1]。その結果、通信系諸装置の開発においては、これら益々の大容量化ならびに高速化の要求を満たすため、通信装置内配布線を光化することより解決を図る光インタコネクション技術が注目を集めている[2]。

我々はなかもボード上での光ファイバ簡易融着技術の確立に向け、光ファイバ座屈を応用した CO₂ レーザ照射による融着手法の検討を進めてきた[3]。しかしながら、短距離接続であり多数の光接続部が見込まれるため、接続信頼性の向上が一層求められるにも関わらず、その機械特性については従来のアーク放電融着技術によるファイバ破断強度特性を十分にしのぐまでに至っていない[4]。これまでに、光ファイバを座屈させた時のファイバ界面にかかる押圧力条件、ファイバへのレーザ照射条件以外に、SP- μ CT[4]によって始めて明らかとした光ファイバを整列收容するための V 溝基板の材質・表面状態[5]によって、融着界面への基板材料構成と同一物質の内包が生じ、ファイバ構造に変化をもたらすことを明らかとしてきた。また、2010A1699 においては投影数を向上させることで線吸収係数(LAC: Linear Absorption Coefficient)の測定精度の向上を図った SP- μ CT によって、ファイバ内部に微細な空孔を観測し、その周辺位置でファイバクラッド部と異なる新たな LAC 分布の観測に成功した。これらの融着光ファイバ機械的強度に影響を及ぼすファイバ内部微細空孔形成原因を明らかとするため、本課題では従来の SP- μ CT 測定に加えて、融着界面に局所限定した XRD 測定を行い、その形成原因について分析を試みた結果を述べる。

実験：

I. 試料作製方法

提案している光ファイバ融着手法は 2 本の光ファイバ同士を突合し、一方の光ファイバを座屈させた状態で、CO₂ レーザを両ファイバ界面付近に照射を行って融着を実現する[3]。一方の光フ

ファイバを座屈させた時のファイバ界面にかかる押圧力 F は座屈が起こりうる設定ファイバ長（スパン長） L と座屈を起こさせるファイバ押し込み量 ΔL に依存する[2]。本報告で述べる評価試料は光ファイバスパン長 L を 13.5mm 、押し込み量 ΔL を $10\ \mu\text{m}$ に設定して作製した試料での測定結果を示している。試料作製時の V 溝基板としてジルコニア基板と $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 基板の 2 種類にて作製を行った。

II. 融着界面局所限定 XRD/SP- μ CT 測定方法

今回の XRD 測定では実験 X 線光学系設定条件から、 $14\ \text{keV}$ に入射 X 線エネルギーを設定して測定を行った。まず、光ファイバの X 線透過像を観測し、融着界面にスリットを合わせて、光ファイバの長手方向に約 $12\ \mu\text{m}$ 幅の融着界面領域からの XRD データを取得した。なお、融着界面探索時と XRD 測定時において、最適光束を決定するため、アンジュレータギャップの調整をそれぞれの測定時に試みた。また、標準試料として NIST (National Institute of Standards and Technology) XRD 標準物質 1879a クリストバライト粉末試料についても XRD 測定を行い、実験系パラメータの設定用ならびに、ファイバ結晶化の参照試料とした。本標準サンプルの(101)からの回折線により、試料から XRD 測定用フラットパネルスクリーンまでのカメラ長は 60.515mm と決定された。また、融着界面付近の SP- μ CT 測定も同時に行っており、今回の測定に用いた X 線エネルギーは XRD との同時測定のため $14\ \text{keV}$ である。ファイバ断面 (x-y 軸面内) およびファイバ長手方向 (z 軸方向) の分解能はともに $1\ \mu\text{m}$ である[5]。また、投影数は実験の効率化のため、従来の $M=900$ として測定を行った。

結果および考察：

I. ジルコニア V 溝基板で作製したレーザ融着光ファイバの観測結果

図 1 には $8\ \text{keV}$ の入射 X 線エネルギー設定で、SP- μ CT における投影枚数を 4,500 枚に増加させ（通常時 900 枚）、測定 LAC の SN 比を向上させて[6]CT 観測を 2010A1699 課題実験にて行った結果を示している。図中にはファイバ長手方向 (z 方向) の各位置での融着光ファイバの断面 CT を示すとともに、微細多孔群形成位置での LAC 分布がファイバ長手方向に変化する様子を示している。LAC 分布を得るためのサンプルピクセル数は 316 個から構成される。本図が示すように、微細多孔群形成位置では、欠陥の無い光ファイバクラッド部の LAC 分布と異なるブロードな分布を示すことが分かる。多孔群が形成される直前（挿入図(a) $z=0$ ）での平均 LAC 値は $65\ \text{cm}^{-1}$ である一方、多孔群の形成が確認された位置（挿入図(b) $z=+4\ \mu\text{m}$ 、挿入図(c) $z=+6\ \mu\text{m}$ ）での LAC 分布の平均 LAC 値は $76\ \text{cm}^{-1}$ と $71\ \text{cm}^{-1}$ と、無欠陥クラッド部と比べて高い値を示していた。

図 2 には図 1 で示した微細多孔群が形成されたサンプルからの XRD 図形の測定結果を示した。なお、同図中には、標準サンプルである NIST の XRD 標準物質のクリストバライトの XRD 図形測定結果も示した。これらの XRD 図形測定結果は画像中の強度は 0.0-1.0 に変換して規格化して示している。また、融着サンプルの XRD 図形測定では SiO_2 ハローリングが支配的となるため、画像減算処理を施しピーク抽出を行った結果を示している。融着光ファイバとクリストバライト標準サンプルの回折図形の双方の (a),(b),(c),ならびに(d)で示した 2θ 角度位置のピークでほぼ一致する様子が見られる。それぞれのピークの 2θ 角度を図中に表として示した。本ピーク角度は加重平均によって求めた。これら 4 ピークの双方の最大偏差は 4% であり、融着光ファイバはクリストバライト結晶化したものと考えられる。また、この角度位置から回折図形のピーク(a),(b),(c),ならびに(d)はクリストバライトの(101),(111),(102),ならびに (200)に対応するものと考えられる。

2010A-1699 で明らかとした投影枚数増加による高精度 SP- μ CT 測定によって観測された融着部光ファイバの微細多孔群の LAC の増加は、本測定結果からシリカ光ファイバのクリストバライトへの結晶化によるものと考えられる。しかしながら、クリストバライトの密度を $2.3\ \text{g/cm}^3$ 、合成シリカガラスの密度を小さく見積もり $2.2\ \text{g/cm}^3$ として[7]、NIST が提供する X-ray Form Factor, Attenuation and Scattering Table[8]において $8\ \text{keV}$ 付近の理論 LAC 値を求めた。この密度上昇によってもたらされる理論 LAC 値の増加分は、 $4\ \text{cm}^{-1}$ 程度となる。図 1 で示した LAC 値の増加が理論 LAC 値の増加分と比べて、若干異なる値を示したのは、空孔における X 線の屈折に起因するものと考えられる。

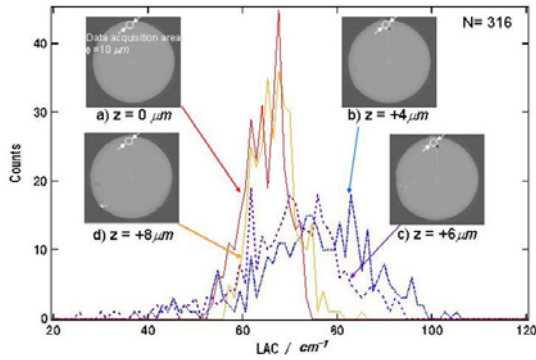


図 1. 多孔質部の LAC 分布測定結果

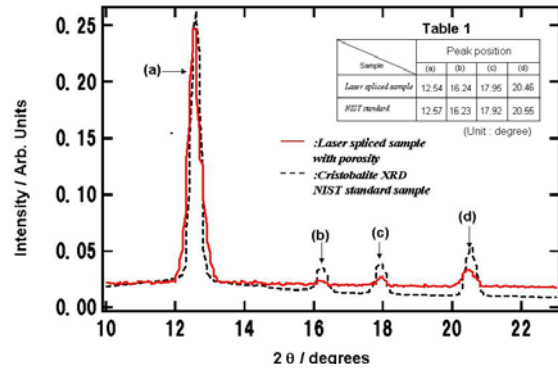


図 2. 多孔質部を含む融着界面の XRD 測定結果

II. α - Al_2O_3 V 溝基板で作製したレーザ融着光ファイバの観測結果

微細孔の形成が V 溝基板材料により影響を受けるものかどうかを調べるために、これまでのジルコニア V 溝基板材料と同じく CO_2 レーザ波長の吸収を受ける α - Al_2O_3 基板に変更して作製した試料についても、今回 SP- μ CT 測定を行った。測定試料の融着界面の断面には微細な孔と大きい孔の両方を含む融着ファイバの CT 断面構造観測ができた。その孔付近での LAC 分布の測定結果を各孔位置の領域毎に分けて図 3 に示した。本図には微細な孔周辺部(図 3 中(a))と、微細孔から離れた位置での通常の光ファイバクラッド部(図 3 中(b))、ならびに大きな孔付近で観察された LAC の高い物質を内包する部分(図 3 中(c))の 3 位置において、 $25\mu\text{m}\phi$ の領域で観測された LAC 分布を示している。微細孔付近の LAC 分布(同図中(a))は、光ファイバクラッド部での LAC 分布(同図中(b))と異なる結果を示すことが分かる。

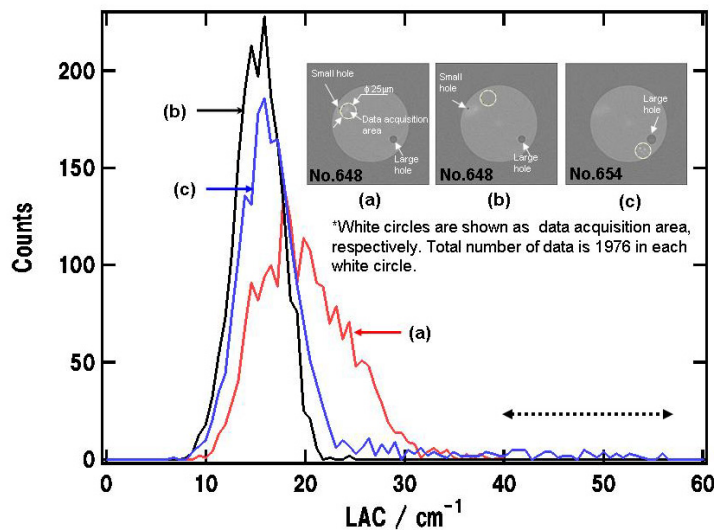


図 3. α - Al_2O_3 V 溝基板で作製したレーザ融着ファイバの孔付近の LAC 分布

それぞれの分布において、平均 LAC 値では、微細孔付近(同図中(a))で 19.9 cm^{-1} 、光ファイバクラッド部(同図中(b))で 15.3 cm^{-1} という結果が得られた。基板材料である α - Al_2O_3 と SiO_2 の 14keV における理論 LAC 値は、それぞれ 21.9 cm^{-1} 、と 13.8 cm^{-1} であり、微細孔付近(同図中(a))の新たな LAC 分布は α - Al_2O_3 である可能性がある。また、シリカの密度が 2.2 g/cm^3 から 2.3 g/cm^3 へと大きく変化したと仮定しても、本測定 X 線エネルギー 14keV では、理論 LAC 値は 13.8 cm^{-1} から 14.4 cm^{-1} と微小変化であり、投影数を 900 としているため、シリカ構造の推定を LAC 値をもとに行うことは困難であると考えられる。一方、大きな孔付近では(同図中(c))高い LAC をもつ物質が散在する様子(同図中の破線部の LAC 領域が対応する)が認められるが、 15 cm^{-1} 付近に見られ

る LAC 分布の主要なピークは光ファイバクラッドの構成 LAC 分布(同図中(b))のピークとで、ほぼ一致がみられる。

今回、基板材料を変えて融着界面にて観測された微細孔形態は図 1 で示したジルコニア V 溝基板にて観られた微細多孔群ではないものの、これまでの観測結果から、孔形成過程にはファイバクラッドと異なる物質の内包が何らかの形で寄与するものと考えられる。

今後の課題：

今回の観測結果から孔の形成箇所付近にはファイバクラッドと異なる構造・物質の内包が融着の結果として現れている。孔形成の原因のひとつとして、融着時の界面の圧力上昇による内包物の爆発[9]が考えられるが、クラッドと異なる物質の内包による結晶核生成とレーザー照射による結晶相への昇温急冷[10]の過程で表面張力を受け、多孔質形成[11]に及ぶ可能性もある。今後は XRD 測定結果の解析を進め、孔形成原因をさらに検討を進めるとともに、今回、基板を変更して作製した融着試料の観測結果からも、内包物質が V 溝基板材料である可能性を示したことから、ファイバ整列 V 溝基板のレーザー照射耐性の強化手法についても検討を進めていきたい。

参考文献：

- [1] http://newsroom.cisco.com/dlls/2011/prod_060111.html
- [2] M. Kobayashi, T. Yoshida, S. Asakawa, S. Iwano, R. Nagase, S. Sumida, and S. Mitachi, *IEEE J. Sel. Topics Quant. Electron.*, **5**, pp.1271-1277, (1999).
- [3] S. Koike, S. Asakawa, M. Kobayashi, and R. Nagase, *Int. Conf. Electron. Packag. (ICEP)*, pp.421-426 (2008).
- [4] K. Uesugi, A. Takeuchi and Y. Suzuki, *J. Phys. : Conf. Ser.* **186** 012050 (3pp) doi:10.1088/1742-6596/186/1/012050 (2009).
- [5] S.Koike, S.Asakawa, M.Kobayashi, R.Nagase, J. Kobayashi, K. Uesugi, K. Kajiwara, A. Takeuchi, Y. Suzuki, I. Hirokawa, and Y. Watanabe, *IEEE Transactions on CPMT*, **1**, pp.100-110, (2011).
- [6] M. Uesugi, K. Uesugi and M. Oka, *Earth and Planetary Science Letters*, **299**, pp.359-367, (2010).
- [7] 川副博司 編「非晶質シリカ材料応用ハンドブック」リアライズ社 1999 Part2-3.
- [8] National Institute of Standards and Technology, *X-Ray Form Factor, Attenuation, and Scattering Tables* <http://physics.nist.gov/PhysRefData/FFast/html/form.html>
- [9] 広松邦明 伊藤和弘 黒岩裕 此田井洋史 戸倉和 精密工学会誌 **77** pp.761-765, (2011).
- [10] 小松高行 応用物理 **78** pp.631-636 (2009).
- [11] A. Yeganeh-Haeri, D. J. Weidner, J. B. Parise, *Science* **257**, pp.650-653, (1992).

* 現所属：(独)科学技術振興機構