



# シリカ飛散微粒子散布基板のCO<sub>2</sub>レーザー照射による シリカ構造変化のX線計測

小池真司<sup>1)</sup> 橋本俊和<sup>1)</sup> 渡辺義夫<sup>2)</sup> 東博純<sup>2)</sup>  
中西裕紀<sup>2)</sup> 佐久間靖博<sup>2)</sup>

1) 日本電信電話(株) NTT 先端集積デバイス研究所

2) 公益財団法人 科学技術交流財団  
あいちシンクロトロン光センター

## 1. 測定実施日

2014年12月25日 10時 - 14時 (1シフト) , BL5S2

2015年3月4日 14時 - 18時30分 (1シフト) , BL5S2

## 2. 概要

多様な光ファイバの出現とその適用領域の広がりにもない、光ファイバ間融着接続技術の高度化には融着現象を理解することが重要となる。融着手法の従来型汎用技術であるアーク放電融着時の強度劣化として、放電電極に付着した微粒子の光ファイバ局所限定部へ再付着が考えられてきている。

また、CO<sub>2</sub>レーザー照射によるファイバ融着手法でも融着部でファイバ起源と考えられる微粒子の固着が観測され、微粒子がもたらす融着品質への影響を観測することは現象理解をする上で必要である。

本報告では光ファイバをレーザーアブレーションして形成した微粒子を合成石英ガラス基板上へ散布・堆積ならびに加熱処理を行い、その合成石英ガラス材料に及ぼす影響を放射光X線回折(XRD: X-Ray Diffraction)により初めて観測を試みた結果を述べる。

## 3. 背景と研究目的

近年、光ファイバデバイス間光接続においてはデバイス集積度の向上による短距離化と通過する信号光強度が増加傾向にあり、低接続損失と高反射耐性が重要となる[1]。加えて光ファイバデバイスは通信デバイスに加えて、光周波数コムなどの計測標準[2]やファイバレーザー[3]による精密加工など、産業の根幹を担う技術応用が益々盛んとなり、光ファイバ接続の高品質化要求は高まりを見せている。光ファイバ間接続にはこれまでから、アーク放電を利用した

ファイバ融着接続が主に用いられてきた。本融着技術は各家庭に向けたアクセス系の光ファイバ接続をはじめ、前述の光周波数コム技術[2]においても用いられ、広く産業に普及している。しかしながら、アーク放電融着では、これまでの融着の結果、アーク放電電極に堆積したシリカを中心と考えられる微粒子が新規のファイバ融着に際し、融着部領域への再付着と、融着時の加熱によるファイバクラッドへの微粒子の溶け込みによりクラック核形成サイトになると推定されるも現象理解は十分でない[4]。

一方、光ファイバ普及による応用展開として、ボード上布線光ファイバ融着接続やファイバレーザー等の特殊ファイバへの融着接続においては CO<sub>2</sub> レーザー照射による光ファイバ接続技術がにわかに注目を浴びつつあり[5]、CO<sub>2</sub> レーザーを用いる融着手法においてもファイバ融着部でファイバが起源と推定される固着微粒子が放射光 CT (Computed Tomography) にて観測されており[6]、ファイバを起源とする微粒子の合成石英ガラス材料への再付着がもたらす影響を明らかにすることは、ファイバ融着部の高品質化のための知見を得る上で重要である。

そこで、ファイバ起源とする飛散微粒子堆積下の合成石英ガラス基板に、さらに微粒子堆積部を中心にレーザー照射加熱を行い、微粒子堆積領域の放射光 XRD 測定を行うことにより、固着微粒子がもたらす合成石英ガラス構造変化の観測を初めて試みた結果を述べる。

#### 4. 実験内容

Fig.1 に XRD 試料作製から分析測定への手順を示した。10x12x1mm の合成石英ガラス基板 (東ソー・クオーツ社製 品名 ED-C [7]) 上部に 8 心裸光ファイバ部を露出させたテープファイバを設置する。設置に際してはφ0.4mm 径のアルミ電線をファイバサポートとして基板に取り付けた。裸光ファイバの中央部の約φ1.5 mm 領域を約 3.5 秒間、CO<sub>2</sub> レーザーを 4W にて照射し、裸光ファイバからアブレーションされた微粒子を石英基板上に散布・再付着させた (参考 Fig.1 (a))。続いて、光ファイバを基板上部から取り外し、同じく 4W で、CO<sub>2</sub> レーザー光の基板照射を 10 回連続 (約 19.6s/cycle) して繰り返し表面加熱処理を施すことで試料の作成を行った (参考 Fig.1 (b))。本試料を用いて Fig.1 (c) に示すように、入射角 ( $\alpha=10$  degree) にて X 線を入射させ特定照射領域からの X 線回折光の検出を行った。

Fig.2 には X 線回折測定時の装置への試料取り付け状態 (参考 Fig.2 (a)) と

試料の X 線測定位置（参考 Fig.2 (b)）を示した。Fig.2 (a)に示すように微粒子散布を行った合成石英ガラス基板が XRD 測定系に取り付けられた様子が分かる。測定にあたってはイメージングプレート[8]を用いて X 線入射領域からの回折光を検出する構成となっている。シンクロトロン光のエネルギーは 12.4keV で入射角度 $\alpha$ は  $10^\circ$  とした。Fig.2(b)は Fig.2(a)の装置外観に示す測定試料の拡大図である。X 線照射領域の試料上でのサイズは、y 方向が約 1.5mm\*幅 x 方向が 0.5 mm 幅であり、本領域からの回折光信号を検出する測定形態となっている。本顕微鏡写真に示すように、試料表面の一部に微粒子が雲状に分布している様子も分かる。

\* Fig.2(b)中青枠の 0.3mm から、X 線斜入射の影響を受け、 $0.3/(\tan\alpha)$ で X 線強度分布を加味して実効寸法として経験的に約 1.5mm と記載した。

## 5. 結果および考察

Fig.3 には未処理の合成石英ガラス基板の XRD 測定結果を示した。本図に示すようにシリカの典型的な  $\text{SiO}_2$  アモルファスハローがみられ[9]、微量の構造変化の検出を意図した XRD 測定にあたり、このアモルファスハローがバックグラウンドとなり高感度検出が困難となる。そこで解析手法として、本未処理試料の実験測定結果を規格化し、処理基板の XRD パターン評価にあたり、各処理基板の XRD パターン結果を規格化後に未処理基板の規格化 XRD パターンにて減算処理を行い、微粒子飛散処理と追熱処理によって生じる基板構造変化の測定評価を行うこととした。また、Fig.3 中には未処理基板において X 線強度の揺動を低減するために波形を 2 項フィルタ ( $N=100$ ) にて回折 X 線強度の変動を抑え、これを未処理の合成石英ガラス基板試料の XRD パターンとした。Fig.3 の挿入図に平滑化処理した XRD パターン曲線と処理前の XRD パターン曲線の差異が分かるように拡大して示しており、この標準偏差は  $\sigma = 5.12 \times 10^{-7}$  であることが計算結果から分かった。

Fig.4 には Fig.2(b)で示した領域からの XRD 測定に基づき上述の手法による解析結果を示している。同一箇所にて 2 度繰り返し測定を行っており、それぞれからの XRD 測定に基づく解析結果を Fig.4(a) ならびに Fig.4(b)に示している。本図においては構造同定に結びつきやすいように回折角ではなく、面間隔にて x 軸を表示している。また、図中には 2 曲線の差分を考慮して、両曲線の X 線強度変動を示す標準偏差  $2\sigma$  にあたる領域を X 線強度変動幅として表示している。両図(a),(b)に示すように、ほぼ同様のピークプロファイルを示して

いることが分かり、このピークプロファイルから低温相のトリジマイト (Tr-low:Trydimite-low) [10]と考えられ、微粒子散布の石英基板の結晶化初期過程を示すものと考えられた。

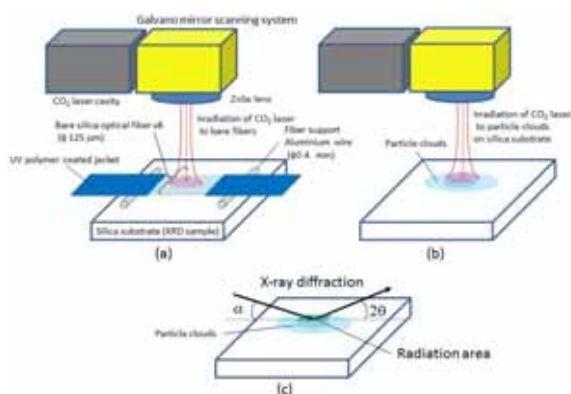


Fig. 1. Experimental procedures. Schematic illustration of sample preparation using CO<sub>2</sub> laser irradiation in (a) Particle formation and the dispersion and in (b) Heating treatment, respectively. (c) Schematic illustration of analyses using XRD measurement.

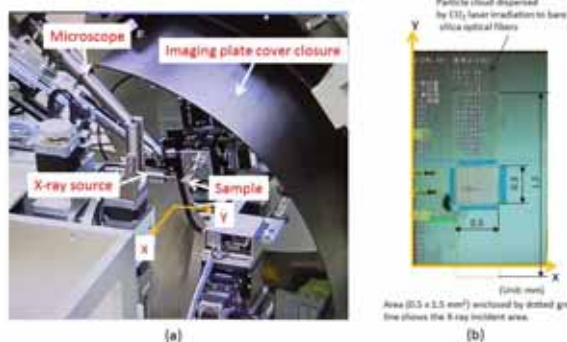


Fig. 2. XRD measurement procedures. (a) XRD measurement apparatus at BL552 in Aichi-SR center. (b) Optical micrograph of the sample.

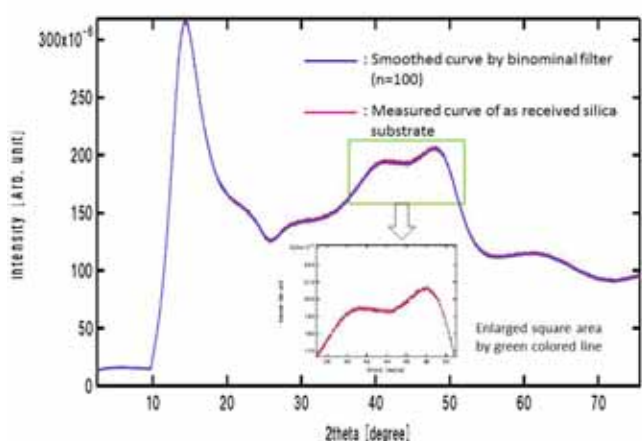


Fig. 3. Measured XRD and the smoothed processed results for as received silica substrate.

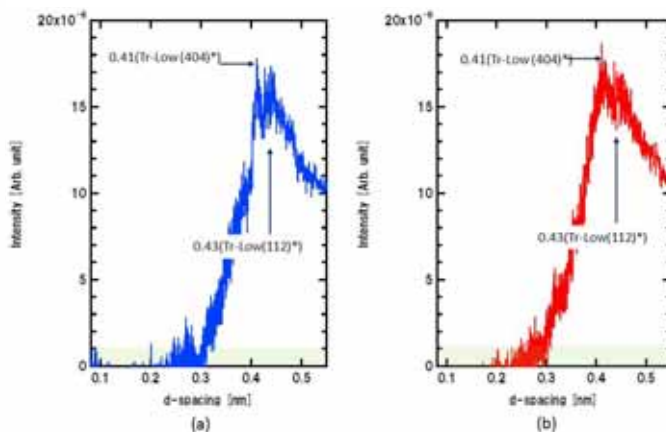


Fig. 4. XRD results of the CO<sub>2</sub>-laser irradiated -substrate covered with particle clouds after the subtraction processing with the normalized XRD pattern of as-received silica substrate. (a) the first result (b) the second result ■ X-ray intensity subtracted  
\*Tr-low in this graph stands for Tridymite-Low and numbers in a bracket show Miller indices

## 6. 今後の課題

今回の微粒子飛散領域の XRD 測定評価において SiO<sub>2</sub> アモルファスハローバックグラウンドの減算処理によってアモルファスからトリジマイトへの相変態と考えられる検出結果を得た。しかしながら、ハローバックグラウンド値が大きく実験中に検出することが困難であり、予定ビームタイム中に実験の方向性を決定することは容易ではなかった。今後は露光時間の最適化や、他分析手法との併用によるデータ補強ならびに、マイクロフォーカスした XRD 測定を行うことによって、より高精度な測定データの取得に努めたい。

## 謝辞

本研究の放射光実験は（公財）科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センターが実施する成果公開無償利用事業として BL5S2 で実施しました（課題 2014BP017）

## 7.参考文献

- [1] A. D. Yablon, "Optical Fiber Fusion Splicing," (Springer, Berlin, 2005)  
Chap. 4, section 4.2.4 Modal Noise and Single-Mode Fiber Splices  
pp.116-118.
- [2] 石橋爾子 「長さ計測用光周波数コム」 オプトロニクス no.3, pp.68-72,  
(2014).
- [3] Shupeng Yin, Ping Yan, and Mali Gong,  
"End-pumped 300W continuous-wave ytterbium-doped all-fiber laser with  
master oscillator multi-stage power amplifiers configuration," OPTICS  
EXPRESS vol. 16, no.22, pp.17864-17869,(2008).
- [4] A. D. Yablon, "Optical Fiber Fusion Splicing," (Springer, Berlin, 2005)  
Chap. 6, section 6.1 Introduction to Splice Strength and Reliability,  
pp.162-165.
- [5] Y. Sasaki and H. Yokota, Proc. 10<sup>th</sup> Anniversary Int. Conf. Transparent  
Optical Networks 2008 (ICTON '08), P.263.
- [6] 小池真司 柳秀一 高橋哲夫 上杉健太郎 竹内晃久 星野真人  
鈴木芳生 渡辺義夫「ファイバ整列基板の CO<sub>2</sub> レーザ照射耐性強化による融  
着光ファイバ内部欠陥低減に向けた CT 観測に基づく研究」  
SPring-8 利用研究成果集 Section B pp.73-77, (2014).
- [7] 「非晶質シリカ材料応用ハンドブック」(川副博司監修) (株)リアライズ社  
(1999) pp.340-341 「9. シリカガラスのキャラクタゼーション 9.6 微量  
元素の分析技術 表1 各種シリカガラスの金属不純物の分析例」  
もしくは 東ソー・クォーツ株式会社 ホームページ 石英ガラスの特性デ  
ータ1 . 純度 <http://www.tqgj.co.jp/silicaglass/purity.html>. など
- [8] 公益財団法人 科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター  
利用の手引き 5 BL5S2: 粉末X線回折・硬X線 XAFS p.14
- [9] 「非晶質シリカ材料応用ハンドブック」(川副博司監修) (株)リアライズ社  
(1999) pp.331-339 「9. シリカガラスの性質とキャラクタゼーション  
9.5 X線および中性子線回折」.
- [10] 無機材料データベース (<http://crystdb.nims.go.jp/>) 検索に基づく。  
W. H. Baur, "Silicon-oxygen bond lengths, bridging angles Si-O-Si and  
synthetic low tridymite," Acta Cryst., 833, 2615-2619, (1977).