

ハイブリッド型製造法による光ファイバ母材の作製

大分大学工学部応用化学科

吉田 和昭

Fabrication of Optical Fiber Preforms by Hybridized Process

Kazuaki Yoshida

Department of Applied Chemistry Faculty of Engineering, Oita University

1. まえがき

「開発秘話」というと，“開発に成功して実用化し、その苦勞話、自慢話をするもの”であろうと理解している。しかし、今回の話しはそうではないことをはじめにお断りしておく。開発に成功してないが、その開発経過を述べ、何らかの参考にしていただければと思っている。

今回の開発は、良く知られているセラミック製造技術を組み合わせたものであるが、これにより、光ファイバ用として要求される超高純度ガラスが製造出来るかどうか、低損失で高強度の光ファイバが低コストで出来るかどうかが問題であった。以下に、これを中心に述べてい。

2. 光ファイバのハイブリッド型製造法

1974年に京都で開催された国際ガラス会議で、米国のベル研究所が低損失光ファイバの製造法として、Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD) 法を発表した。これを契機に光ファイバ製造法の開発が本格化した。その結果、我が国では電電公社（現在のNTT）を中

心とした研究者達がVapor-phase Axial Deposition (VAD) 法を開発し、フィリップ社も、Plasma Chemical Vapor Deposition (PCVD) 法を発表した。MCVD法も、VAD法も、PCVD法も、そしてCorning社がすでに開発していたOutside Vapor Deposition (OVD) 法も、いずれもガス状原料からガラスを堆積させるいわゆるCVD法に分類される製造法である。これらの製造法は工業生産に利用されているが、その理由はCVD法が超高純度光ファイバ用ガラスを容易に作製でき、低損失光ファイバを製造できるからである。しかし、光ファイバを低コストで製造するという観点からは、母材の大型化、ガラス堆積速度の向上など種々の改良が必要であった。また、CVD法以外の光ファイバ製造法も盛んに研究された。例えば、1882年にはゾルーゲル法を使った方法が発表され、その後、Mechanical Shaped Preform (MSP) 法という一種の粉末成形法も発表されている。

光ファイバは光が伝搬するコア部とそれを取り囲むクラッド部からなる。最も大量に製造されているシングルモード光ファイバを後述するハイブリッド型製造法で作製した光ファイバ断面図を図1に示した。図中で超高純度ガラスを必要とする部分は、コアとクラッドの一部とであり、これをコアロッド部と言う。このコア

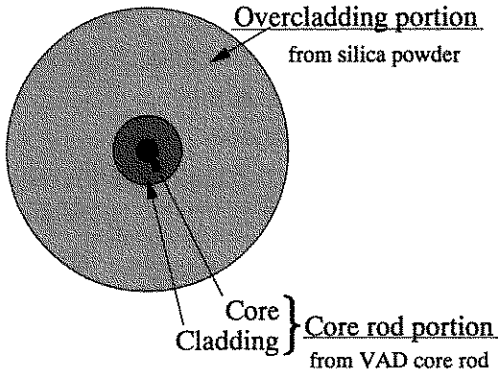


図1 ハイブリッド型製造法で作製した光ファイバの断面図

ロッド部は、光ファイバ全体の5%以下にすぎない。それを取り囲む残りの部分はオーバークラッド部というが、この部分は光ファイバ全体の95%以上を占める。そして、このオーバークラッド部は、必ずしもコアロッド部ほどに超高純度でなくてもよい。このため、コアロッド部をCVD法で作製し、オーバークラッド部を安価な市販シリカ粉末から製造すれば、低コストで光ファイバを製造できる。この方法をハイブリッド型製造法と言い、米国のベル研究所から1987年に提案された。彼等の方法は、シリカ微粒子 (Fumed silica) をソルゲル法で管状に成形して多孔質チューブを作り、この多孔質チューブとMCVD法で作製したコアロッドを組み合わせて、プリフォームを作製するというものである。ついで、Philips社からは、シリカ微粒子のスラリーから遠心分離成形法で多孔質チューブを作り、これを焼結してシリカガラス管とし、これをコアロッドのオーバークラッド材として使う方法が提案された。しかし、発表されているいずれの方法でもプリフォームの大型化の問題と光ファイバの低損失化がネックになっていた。

3. 低損失光ファイバの作製

1990年に我々もハイブリッド型製造法の低

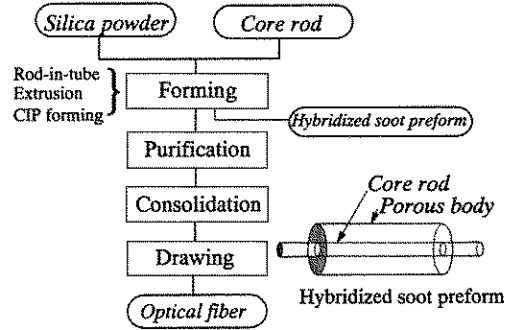


図2 ハイブリッド型製造プロセスの概略図

コスト製造という利点に着目し、その開発を開始した。光ファイバのハイブリッド型製造プロセスの概略図を図2に示した。製造工程は、VAD法で製造したコアロッドと市販シリカ粉末からハイブリッド多孔質母材を作製する成形工程、その多孔質母材の精製工程、さらに透明ガラスプリフォームとする焼結工程とからなる。開発のポイントは、①市販シリカ粉末の選択、②ハイブリッド多孔質母材を作製する成形法の開発、③その精製法の開発であり、製品である光ファイバについては、伝送損失、機械的強度、ファイバ寸法等の光ファイバ特性および母材の大型化といった経済的なことが問題のポイントになる。

まず、低損失光ファイバを作製するためには、高純度で精製しやすい市販シリカ粉末を選択しなければならない。精製工程には多孔質体を高温で塩素処理するというVAD法などと同様の方法を採用した。これによってFe, Ni, Crなどの遷移金属元素やOH基といった吸収損の原因となる不純物およびNa, Caなどのシリカガラスの結晶化の原因となる不純物を塩化物ガスとして除去する。不純物を塩化物ガスとするためには多孔質体内部に塩素ガスが拡散し反応しなければならないが、シリカ粉末の粒径が大きいほど効果的である。そうすれば多孔質体の細孔径は大きくなり、塩素ガスが容易に内部へ拡散できるからである。大粒径のシリカ粉末からは、大型の成形体が容易にできることも

期待した。検討の結果、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の市販合成シリカ粉末を原料として選択することにした。

成形方法としては、押出成形法、加圧成形法などを検討した。これらのいずれの方法も、有機物を成形助剤として使う必要があった。押出成形法ではシリカ粉末を可塑性化して押出成形するために、加圧成形法ではシリカ粉末を顆粒状にして流動性を良くし、成型型に均一に充填するためである。成形助剤として添加した有機物の除去方法として「脱脂技術」が良く知られている。しかし、通常の脱脂技術を使うだけで、超高純度を必要とする光ファイバ用ガラスが製造できるかどうか、そのことについて全く報告はなく、成功するかどうか疑問であった。結局、十分に脱脂して、その結果を見るしかなかった。その結果、低損失光ファイバが出来たことから、脱脂技術が有効であることがわかった。結局、押出成形法と加圧成形法（後述するCIP成形法等）でCVD法により製造した光ファイバ（CVDファイバ）に匹敵する低損失光ファイバを製造することが出来ている。

4. 成形方法

図3に我々が開発したCold Isostatic Pressing (CIP) 法を用いた加圧成形工程を示した。中心にコアロッドをセットした全ゴム製の成型型にスプレー法で顆粒状にしたシリカ粉末を均一充填する。これを圧力容器に入れて静水圧で

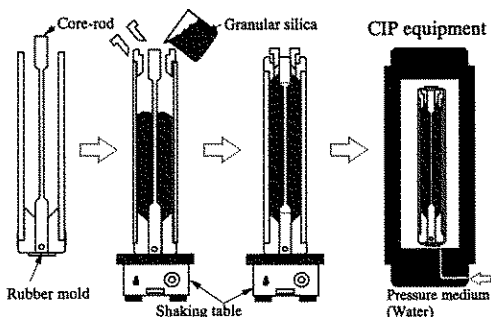


図3 CIP法を用いた加圧成形工程

加圧し、コアロッドの外周にシリカ粉末の多孔質体を被覆したハイブリッド多孔質母材を作製する。はじめ、中心に配置したコアロッドが成形中に破損する困難に遭遇し、これを回避するため加圧成形法でシリカ粉末の管状多孔質体を作製し、これをコアロッドにオーバーラッドしてプリフォームとした。しかし、後になって、成型型を全ゴム製とすることで図3のようにシリカ粉末とコアロッドから直接ハイブリッド多孔質母材を作製できることがわかり、この方法を採用した。この方法により $300\ \text{km}$ 以上の光ファイバに相当する外径 $80\ \text{mm}$ 、長さ $1000\ \text{mm}$ の大型母材を作製するのに成功している。シリカ粉末を顆粒状にし、均一に充填したこと、全ゴム製の成型型を使用したことが開発のポイントであった。大型母材を作製するという観点では、押出成形法には大型化すると成形体が塑性変形してしまう難点がある。

シングルモード光ファイバでは、コアが偏心していないことがもう一つの重要課題である。このためには、コアロッドの中心軸と多孔質体の外周が偏心していない成形体を作らねばならない。そこで、コアロッドの中心を軸としてハイブリッド多孔質母材の外周面を研削する方法を行った。多孔質体の研削は、案外に容易であり、これによって偏心のない成形体が出来たのは勿論であるが、外周の真円度もよくなり、そのうえ母材の外径を長手方向に均一にすることもできた。

5. 強度問題

欠陥のない光ファイバでは、直径 $125\ \mu\text{m}$ と細くても引張破断強度が $7\ \text{kg}$ ほどと、きわめて高強度である。ところが、光ファイバに欠陥があると、それが光ファイバの強度劣化をもたらす。そこで、スクリーニングという手法で強度の弱い部分を取り除き、信頼性の高い高強度光ファイバを製造している。

伝送損失とファイバ寸法では、上記のCIP

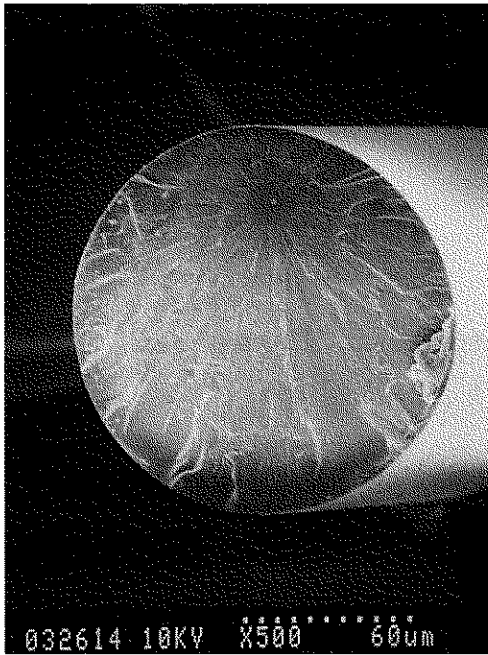


図4 CIPファイバの破断面

成形法で製造した光ファイバ（CIPファイバ）はCVDファイバと同レベルに達した。しかし、最後に残った問題は機械的強度であった。CIPファイバをスクリーニングすると、破断回数が多く、強度的にはCVDファイバよりやや劣っていた。図4にスクリーニングで破断したCIPファイバの破断面の一例を示した。この図のように破断はファイバ中の異物から開始している。多数の破断面をEPMAによって調べ、主な異物がクロム酸化物であることを明らかとした。この異物の起源はシリカ粉末中に不純物として存在するきわめて微量のSUS粉末であると推測できた。この異物は塩素処理により通常は取り除くことが出来る。しかし、異物粒子を塩素と反応させて除くので、小さな粒子は簡単に除けるが、大きな粒子を除くには時間がかかり、容易ではない。結局、高濃度の塩素ガス中で、長時間処理することで除去するこ

とになった。CVDファイバには劣るが、非常に高強度のCIPファイバが作製できるようになっている。

もう一つの破断原因は、光ファイバ中の気泡である。気泡は多孔質体を焼結したときガラスプリフォーム中に残存したものであり、開発開始時から問題視していた。しかし、製造条件を最適化すると、意外と容易に気泡のないガラスプリフォームを作製出来た。

大型成形体が作製しやすいことや塩素処理のしやすさから大きい粒径のシリカ粒子を原料に選んだが、粒子径が大きいことは不純物の粒径も大きいことであり、不純物粒子を完全に除くには反って良い結果をもたらさなかった。

6. おわりに

最近知ったことだが、開発を中止したと思っていたベル研究所のグループがハイブリッド製造法の開発を粘り強く続けていた。彼等は、シリカ粉末として、粒径40nmのフェームドシリカを使い、そのスラリーを遠心分離機にかけて粒径の大きい不純物粒子を取り除く精製法を開発した。精製されたスラリーはゲル化してチューブ状の多孔質体とする。それには粒径の小さい不純物が残っているものの、粒径が小さい為に、容易に塩素処理で除去することができる。この方法により、CVDファイバと同程度の高強度ファイバが製造でき、すでに、実用化しているとのことである。10年近く研究に取り組んでいたのが実を結んだものである。

我々の開発は残念ながら成功したとは言えないが、我々の方法は光ファイバ以外の超高純度シリカガラスの製造にも応用出来ると思っている。大型品も複雑形状品もネットシェイプで容易に製造できるので、シリカガラス製品の新しい製造法とならないだろうか。