

## 光アンプ用ノンシリカファイバの破壊強度

NTT フォトニクス研究所

藤浦 和夫

## Strength of Non-silica Fiber for Use in Optical Fiber Amplifiers

Kazuo Fujiura

NTT Photonics Laboratories

## はじめに

北米を中心とするインターネット需要の急増に伴い、通信システムの大容量化が急激に進んでいる。1995年以降に本格化した大容量化は波長多重技術によって進展しており、光ファイバ増幅器に対する機能的要求も増幅帯域の拡大が中心である。光ファイバ増幅器の開発は石英系EDFAに始まり、その増幅特性に対するシステムの多様な要求を満たすために、フッ化物ガラスファイバ、カスコゲナイドガラスファイバ、テルライトガラスファイバへと進展している。その中でも、フッ化物光ファイバは、1991年にPr添加による $1.3\mu\text{m}$ 帯の光増幅が提案され、石英系ファイバでは実現できない新しい機能を発現できる媒体として注目され始めた。その後、 $1.55\mu\text{m}$ 帯の広帯域・利得平坦化に向けたフッ化物EDFA、 $1.45\sim 1.52\mu\text{m}$ 帯ならびに $1.65\mu\text{m}$ 帯の光増幅が可能なTm添加フッ化物ファイバ増幅器などへ展開されている。しかし、実用に十分な光増幅特性が実現されているにも拘わらず、石英系に比べ耐候性や強度が劣るという点から、その信頼性が疑問視

され、実用化に向けた課題とされてきた。このため、機械的強度の向上やBellcore仕様の信頼性試験が精力的に行われ、最近では、実用環境における信頼性に問題がないことが実証されている<sup>1)</sup>。

本稿では、ノンシリカファイバのうち、光ファイバ増幅器に実用化されているフッ化物光ファイバの機械的強度、実用環境下での破断寿命予測、Bellcore仕様試験の結果について概説する。

## フッ化物ガラスの機械的特性

作製されたガラス表面には多数の欠陥が存在し、応力を加えることによる欠陥の成長がガラスの破壊を引き起こす。この破壊に至るメカニズムを明らかにし、ガラスあるいはファイバの理想的な強度を推定することは、ファイバ製造上重要である。これは、表面欠陥を減らして高強度ファイバを製造する上で重要な目安になるからである。

光ファイバの理想的な強度（表面に欠陥が存在しない場合）は、ガラスの臨界応力拡大係数 $K_{Ic}$ あるいはヤング率から推定できる。表1に、各種ガラスについて測定された機械的特性を示す<sup>2)</sup>。表に示した特性は、それぞれのガラ

表1 各種ガラスの機械的特性

Glass	Microhardness (GPa)	$K_{1c}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Young's Modulus
Fluoride	2.2	0.3	51
Chalcogenide	1.0	0.25	20
Silica	7.7	0.75	73.1
Silicate	6.2	0.7	71.3

ス系の代表的組成に対するものであり、その特性はガラス組成によって変化する。 $K_{1c}$  およびヤング率から明らかなように、フッ化物ガラスは石英系ガラスに比べて“柔らかい”ガラスであると言える。これは、本質的に結合のイオン性が高いことに起因している。

光ファイバの理想的強度はイオン間の結合がある面沿って破断するという現象に基づき推定できる。これは、いくつかの仮定を許した上で、ヤング率  $E$ 、表面張力  $\gamma$ 、イオン間の距離  $d_0$  によって  $(E\gamma/4d_0)^{1/2}$  で表される。ZrF<sub>4</sub> 系のガラスについて測定された機械的特性から  $(E\gamma/4d_0)^{1/2}$  を計算すると 3.3 GPa となる<sup>2)</sup>。また  $K_{1c}$  から理想的な強度が推定されている。これはクラック先端の応力はその形状と印可応力だけに依存し、フッ化物光ファイバの破断に必要な応力は石英系ファイバのそれに比べ、 $K_{1c}$  の比率に応じて減少するという仮定を前提としている。即ち、下記の式で表され、液体窒素中で測定された石英系ファイバ最大強度 73.1 GPa と表 1 に示した機械的特性から推定すると 6.1 GPa となる<sup>2)</sup>。

$$\sigma_F(\text{fluoride}) = \sigma_F(\text{silica}) \times (K_{1c}(\text{fluoride}) / K_{1c}(\text{silica})) \quad (1)$$

いずれにしても、フッ化物光ファイバの強度は、石英系ファイバの約 1/10 であり、製造過程で水分による表面結晶化が起きやすいと言う特性を考慮すると、実用的な使用には、より理想的強度に近づける工夫が必要であり、さらに、その補強的措置が重要となる。

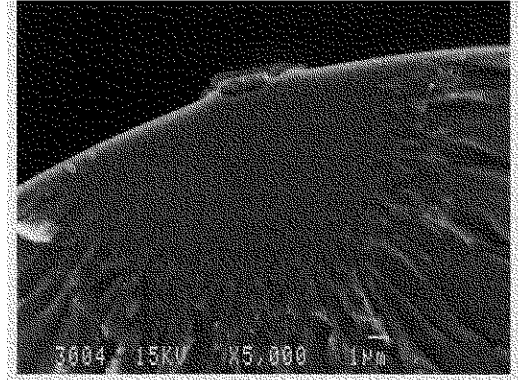


図1 フッ化物光ファイバ破断面のSEM写真。

## フッ化物光ファイバの高強度化

前述の様に、フッ化物光ファイバの理想的な強度は 3~6 GPa と推定されているが、現実に製造されているファイバの強度は 150~500 MPa の範囲にある。これは、プリフォームを線引きする工程で、表面に結晶が成長しファイバの強度を著しく低下させるためである。図 1 に破断したフッ化物ファイバ端面のSEM写真を示す。この図から明らかなように、破断起点はファイバの表面に生成した結晶であることが分かる。

この結晶は、線引き前のプリフォーム表面の傷や、線引き雰囲気中の水分とガラス表面の反応によって生成する。一般に、キャスト法で作製されたフッ化物光ファイバプリフォーム表面にはモールド表面の凹凸や傷が多数残っている。このため、形状を整え表面の傷を除去するために機械的に研磨する。この研磨によってマクロな傷は除去されるが、砥粒サイズの無数の傷が発生し、その傷に研磨液に含まれる水分が浸透する。さらにガラス表面のフッ化物イオンは OH 基に置換されている。このプリフォームをそのまま線引きすると、脱水縮合による酸化物結晶の生成、そしてその結晶を核とするフッ化物結晶の成長が起こる。従って、砥粒サイズの傷を除くための化学エッチングが必

要になる。その後、表面近傍に浸透しているOH基をHF等のフッ素化剤を含む雰囲気中で熱処理し除去する。さらに、線引き雰囲気の脱水によって高強度ファイバが実現される。ZrF<sub>4</sub>系フッ化物ガラスプリフォームの表面処理には、ZrOCl<sub>2</sub>の塩酸溶液による化学エッチングが用いられ、雰囲気の脱水にはNF<sub>3</sub>-N<sub>2</sub>雰囲気が利用されている。この手法によって、これまでに曲げ測定で1.4 GPaの強度を有するフッ化物光ファイバが得られている<sup>3)</sup>。さらに、化学エッチングの後にHF-Ar雰囲気で母材の表面処理を行い、乾燥雰囲気で線引きすることにより、図2に示したファイバ強度が得られている<sup>4)</sup>。このファイバ強度はゲージ長35 cmの引っ張り試験で得られたデータである。これは、曲げ試験と引っ張り試験のゲージ長を考慮すれば、十分に優れた特性であると評価できる。また、ワイブル分布が狭く、長手方向に渡って十分に表面状態の均質なファイバが得られている。図2に示した結果は、現状では定常的に作製できるフッ化物光ファイバの強度となっている。

## 破断寿命の推定

光ファイバ増幅器モジュール内では光ファイバは直径数 cm のポビンにまかれ、内部に実装

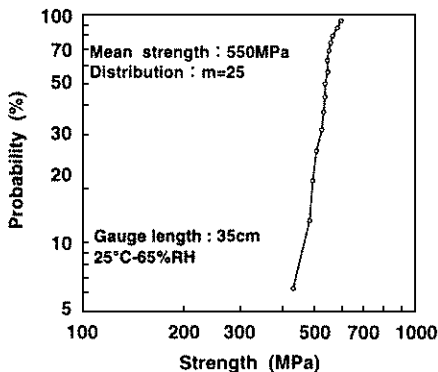


図2 ZrF<sub>4</sub>系フッ化物光ファイバの引っ張り試験結果。

される。このためフッ化物ファイバの表面には定常的な引っ張り応力が加えられている。光通信用の部品、特に光ファイバ増幅器のように幹線系大容量通信網に導入される部品には、実用環境下の最悪条件で25年以上の寿命を保証する必要がある。従って、温度、湿度の最悪条件を想定し、さらにファイバ表面に曲げによる引っ張り応力を加えた状態で、25年以上の寿命保証が不可欠である。

光ファイバの破断に対する寿命の推定法は、伝送用の石英系光ファイバにおいて確立されている<sup>5)</sup>。光ファイバの破断に対する寿命予測は、破壊力学に基づくファイバ表面からのクラックの成長速度を定式化し、さらにファイバ表面のクラックの存在状況をワイブル分布として表す事により、破断確率の分布を求めるものである。さらに、フッ化物ガラスは湿度に対する耐性が石英ファイバよりも低いため、応力を加えない状況でもクラックが成長するゼロストレスエージングの効果が大きい。これは、フッ化物ガラス表面が大気中の水分と反応することにより水酸化物結晶が成長するためで、結晶とガラスの密度の違いからその界面にクラックが成長する。この効果は石英ファイバでは小さく、フッ化物に顕著なものである。もう一つの効果は応力腐食であり、応力に印可に伴い、クラックが成長する。従って、応力に対しては、小さい応力領域ではゼロストレスエージングが顕著であり、応力が大きくなるにつれて応力腐食が支配的になる。

これらの効果は現象論的に定式化されており、静的な疲労試験に対しては次の微分方程式で表される<sup>5)</sup>。

$$\frac{d(\sigma/\sigma_i)}{dt} = x/\tau(\sigma/\sigma_i)(x-1)/x-1/ [B\sigma_i^{n-2}(n-2)]\sigma_a^n(\sigma/\sigma_i)^{3-n} \quad (2)$$

ここで、 $\sigma_a$ は印可する応力、 $\sigma$ は時間とともに変化するファイバの強度、 $\sigma_i$ はファイバの初期強度、 $x$ はゼロストレスエージングに関するパラメータ、 $B$ は材料に特有の定数、 $n$ は応

力腐食係数である。これらのパラメータは全て静疲労試験から求めることができる。この式の数値解を求めることにより破断寿命と印可応力の関係が求められる。この式に加え、ファイバ強度のワイブル分布を考慮することにより、個別のファイバに対し、特定環境下の寿命を予測する事ができる<sup>6)</sup>。

図3に  $ZrF_4$  系光ファイバの  $80^\circ C-50\%RH$  における平均破断寿命の推定結果を示す。測定に用いられたファイバは、前述の平均強度542 MPa (最高強度 680 MPa) のファイバで表面には紫外線硬化型のアクリレート樹脂がコーティングされている。この図において実線の曲線はゼロストレスエージングと応力腐食の両方を考慮して推定した寿命であり、点線は応力腐食のみから予測される寿命である。この図から明らかなようにフッ化物光ファイバにおいては、その耐湿性から予想されるように、幅広い応力領域に渡ってゼロストレスエージングが支配的である。

図4に、異なる破断確率に対する破断寿命の推定結果を示す。実用部品に必要な  $10^{-6}$  の破断確率を想定した場合、25年の寿命に対応する応力は45 MPaと推定される。この応力はファイバボビン径75 mmに対応している。従って、75 mm以上のファイバボビンを用いることにより、高温高湿下においても十分な破断寿命を確保できると予測される。

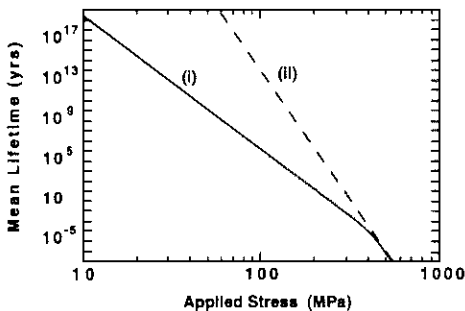


図3  $ZrF_4$  系フッ化物光ファイバの平均破断寿命の推定結果。(i)式(2)から推定される寿命、(ii) 応力腐食のみを仮定して推定される寿命。

### 希土類添加フッ化物光ファイバモジュールの Bellcore 仕様試験

フッ化物光ファイバを増幅媒体に用いる場合、フッ化物光ファイバに加えて接続部分の信頼性も問題となる。これは、フッ化物光ファイバは伝送用の石英ファイバと融着接続が不可能であるため、光学接着剤を用いた接続が必要になるからである。

Bellcore 仕様の信頼性試験は、通信用部品の信頼性の基準として一般に用いられている。このうち、Bellcore 仕様試験 (TA-NWT-001221)<sup>7)</sup>は、パッシブ光部品の信頼性試験に広く使用されている。フッ化物ファイバモジュールもこの基準に基づいた試験が行われている。試験に用いたファイバモジュールは、UV硬化樹脂を用いて高NA石英系ファイバを両端に接続したフッ化物光ファイバをボビンに巻き、パッケージに封止したものである。従って、フッ化物光ファイバおよび接続部はパッケージによって外気から遮断されている。試験内容ならびに結果は表2に示すとおりである。試験は、高温高湿サイクル試験、温度サイクル試験、高温高湿試験、低温試験、振動試験、熱衝撃試験からなる。11個以上の試料で試験を行い、定められた期間内に一定数の故障が発生しないことを確認する。11個の試料数について

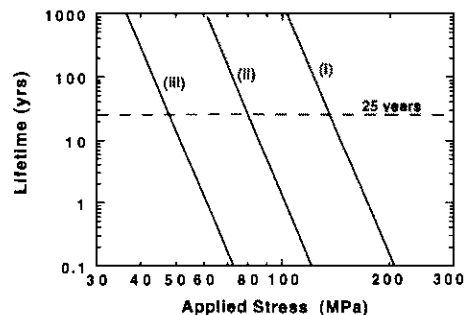


図4 異なる破断確率に対する  $ZrF_4$  系フッ化物光ファイバの破断寿命推定結果。試験環境： $80^\circ C-50\%RH$ 。(i)破断確率= $10^{-2}$ 、(ii)破断確率= $10^{-4}$ 、(iii)破断確率= $10^{-6}$ 。

表2 信頼性試験結果

Test	Requirements	Samples	Trouble	Duration
Temp. hum. cycling	-40 to 75°C/90% RH, 5 cycles	40	0	
Temp. cycling	-40 to 75°C, 500 cycles	11	0	300 cycles
Damp	75°C/90% RH, 5000 hrs	11	0	2000 hrs
Low Temp.	-40°C, 5000 hrs	11	0	1200 hrs
Vibration	10 to 2000 Hz, 3 directions, 12 cycles	11	0	
Heat shock	-40 to 70°C, 30 cycles	11	0	

ては、試験期間内の故障は認められない。試験では、フッ化物光ファイバモジュールにとって最も過酷な高温高湿サイクル試験に対して40個の試料が用いられている。表の結果の通り、すべての試験に対して故障は発生していない。表に継続と示されているいくつかの試験についても、現在は故障なく終了している。これらの試験は光ファイバ増幅器に対して定められた Bellcore 仕様試験 (TA-NWT-111312)<sup>8)</sup> よりも過酷なものであり、TA-NWT-001221 を満足するフッ化物光ファイバモジュールは、実用環境下での使用に問題ないことが実証された<sup>1)</sup>。

## ま と め

光ファイバ増幅器に使用されるノンシリカファイバの代表として、フッ化物光ファイバの強度特性、破断寿命、信頼性試験結果について述べた。上記の様に、実用に耐える高い信頼性を実現するには、第一に長手方向に均質な高強度ファイバを再現性よく製造することが重要である。さらに、その本質的な性質を補う補強的な措置と組み合わせることで初めて実用的な信頼性が実現される。石英系ファイバの様な極めて筋の良い材料を用いてもその実用化には約10年の時間を要している。フッ物ファイバは初めて線引きされてから約20年かかって光ファイバ増幅器の増幅媒体として実用化され

た。その素性の違いを考えれば、比較的早く実用化に到達したと良いかと思う。今後、多くのノンシリカファイバの利用が進むと考えられるが、その材料に合った製造方法や実装方法を開発することが重要である。

## 参 考 文 献

- 1) Y. Nishida, K. Fujiura, K. Hoshino, M. Shimizu, M. Makoto, K. Nakagawa, and Y. Ohishi, "Reliability of Fluoride Fiber Module for Optical Amplifier Use," Tech. Digest of OFC'99, San Diego, USA, Feb. 21-26, 1999, WM8-1, pp. 217-219.
- 2) S. F. Carter, "Fluoride Glass Optical Fibres," ed. P. France, Ch.9, pp. 219-227, 1990.
- 3) H. W. Schneider, "Strength in Fluoride Glass Fibers," Mat. Sci. Forum, Vol. 32-33, 1988, pp. 561-570.
- 4) K. Fujiura, K. Hoshino, T. Kanamori, Y. Nishida, Y. Ohishi, and S. Sudo, "Reliability of Fluoride Fibers for Use in Fiber Amplifiers," Tech. Digest of OAA'95, Vol. 18, Davos, Switzerland, June 15-17, 1995, ThE4-1, pp. 104-107.
- 5) P. Haslov, K. B. Jensen, and N. H. Skvgaard, "Degradation of Stressed Optical Fibers in Water: New Worst-Case Lifetime Estimation Model," J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 77, 1994, pp. 1531-1536.
- 6) K. Fujiura, Y. Nishida, T. Kanamori, Y. Terunuma, K. Hoshino, K. Nakagawa, Y. Ohishi, and S. Sudo, "Reliability of Rare-Earth-Doped Fluoride Fibers for Optical Fiber Amplifier Application," Photon. Technol. Lett., Vol. 10, 1998, pp. 946-948.
- 7) BELLCORE, Technical Advisory, TA-NWT-001221, 1992.
- 8) BELLCORE, Technical Advisory, TA-NWT-001312, 1993.