

Yb 添加シリカファイバのフォトダークニング

(株)フジクラ光電子技術研究所光ファイバ技術研究部

荒 井 智 史

Photodarkening in Yb-Doped Silica Fibers

Tomofumi Arai

Fujikura Ltd. Optical Fiber Technology Department of Optics and Electronics Laboratory

1. はじめに

近年、様々な分野で利用されているファイバレーザは、高いエネルギー効率やビーム品質、小型軽量、メンテナンスの容易性などの優れた利点を有する。特に、イッテルビウム (Yb) を添加したシリカガラスファイバを増幅媒体とするファイバレーザの出力パワーは、過去数年間で急速に増加している。一方で、Yb ファイバレーザのさらなる高出力化のための克服すべき課題の一つとして、Yb 添加シリカファイバへの励起光の入射によって生じるフォトダークニングが知られている¹⁾。Yb 添加シリカファイバのフォトダークニングは、ファイバレーザの継続的な出力低下の原因となることから、フォトダークニング抑制のための対策が求められている。しかし、フォトダークニングの発現機

構の詳細については、いまだ明らかになっていないのが現状である。本稿では、Yb 添加シリカファイバのフォトダークニングの原因を調査するため、フォトダークニングの発現機構に関係するとされている、Yb を添加したシリカガラス中に生成される欠陥について、いろいろな測定手法で調査した結果について紹介する²⁾。

2. フォトダークニングとは

フォトダークニングは、一般的には媒質の光透過率が特定の波長の光照射により増加する現象を指す。Yb 添加シリカファイバのフォトダークニングの場合は、波長 900~1000 nm の励起光入射により増幅媒体となるファイバのコア部分における透過損失が顕著に増加する現象として表れる。図 1 に Yb 添加シリカファイバのコア部分への励起光入射により、透過損失スペクトルがどのように変化するか の典型例を示す。励起光の入射条件は、波長 976 nm、パワー約 400 mW、ファイバ条長 30 cm、入射時間 100 分間とした。図 1 において、点線と太線は

〒285-8550 千葉県佐倉市六崎 1440
TEL 043-484-2197
FAX 043-481-1210
E-mail: tomofumi. arai@jp. fujikura. com

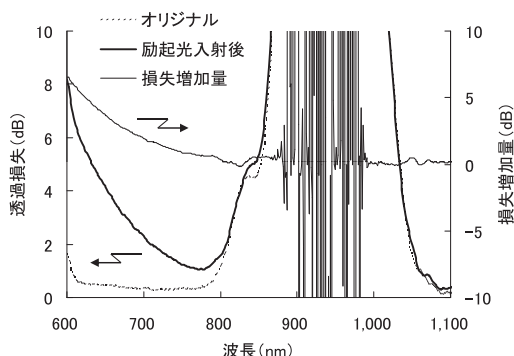


図1 励起光入射前後での透過損失スペクトルと損失増加量

それぞれ励起光入射前（オリジナル）と励起光入射によりフォトダークニングが生じた後の透過損失スペクトルを示す。実線は、励起光入射による損失増加量を示し、測定波長範囲内においては短波長側ほど損失増加が大きい。この励起光入射による損失増加は、Yb ファイバレーザのレーザ出力光の波長域（一般的には1000～1100 nm）まで及ぶため、ファイバレーザの出力パワーを低下させる原因となる。

Yb 添加シリカガラスのフォトダークニングは、水素添加処理により損失がほぼ照射前のレベルまで回復することなどから³⁾、特定の吸収波長を有する不対電子を伴う種類の欠陥（カラーセンタ）の生成が関係していると考えられている^{4,5)}。

3. 電子スピン共鳴（ESR）

3.1 ESR による欠陥種の同定

フォトダークニングの際に生成される欠陥を同定するために、被覆を除去した Al-Yb 共添加シリカファイバの電子スピン共鳴（ESR）を用いた欠陥分析を行った。測定試料は、オリジナルと励起光入射後のファイバを用いた。ESR 測定により観測されたファイバ中のカラーセンタの定量結果を表1に示す。オリジナル試料では、Si-E'および Si(H)-E'の O 原子一個が H 原子で置換された欠陥である Si (H) -E'のみ観測された。一方、励起光入射後のファイバにおい

表1 ESR 測定によるファイバ中のカラーセンタの定量結果

ファイバ サンプル	スピン密度 (spins/g)				
	Si-E'	Si(H)-E'	Al-E'	Al-OHC	NBOHC
オリジナル	2.0×10^{14}	2.9×10^{13}	—	—	—
励起光 入射後	1.9×10^{14}	2.8×10^{13}	—	1.4×10^{14}	—
γ 線 照射後	4.5×10^{14}	3.2×10^{13}	—	1.5×10^{14}	少量

※表中の横棒はシグナルが観測されなかったことを示す

ては、オリジナルと同程度の Si-E'と Si(H)-E'に加えて、多数の Al-OHC が観測された。Al-OHC は、酸素正孔センター（oxygen hole center）と Al が結合した欠陥である。オリジナルと励起光入射後の測定結果から、Si-E'および Si (H) -E'はファイバの線引き工程などの製造プロセスで生成される欠陥であり、Al-OHC は励起光入射により生成される欠陥であると考えられる。以上の結果から、フォトダークニングは Al-OHC の欠陥生成に起因することが示唆される。

3.2 励起光入射および γ 線照射により生成される欠陥の比較

ファイバ試料を用いた測定は、試料サイズや準備可能な試料の量の制約により、測定法によっては測定精度に限界がある。もし、フォトダークニングさせたバルクガラス試料が得られれば、測定の容易さや精度の面で非常に有利である。しかし、直径数 mm あるファイバ母材のコア部分を直径数 μm のファイバのコア部分と同程度までフォトダークニングさせることは、必要になる励起光パワーの大きさから現実的でない。そこで、Yb 添加シリカガラスへの励起光照射および γ 線照射により生成される欠陥の類似性を検証するために、 γ 線照射により生成した試料中の欠陥について調べた。試料への γ 線照射は、 ^{60}Co を線源として室温・大気中で行った。

図2に、Al-Yb 共添加シリカファイバのオリジナル、励起光入射後、 γ 線照射後（照射線

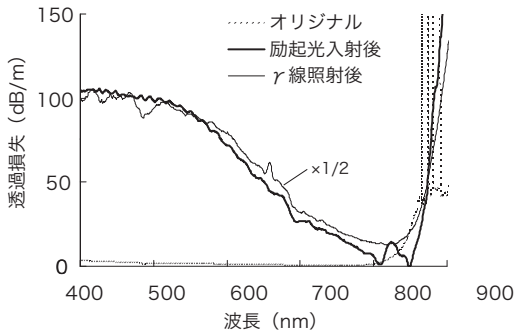


図2 励起光入射後および γ 線照射後ファイバの透過損失スペクトル

量 2×10^4 R) の透過損失スペクトルを示す。ここで、 γ 線照射後の透過損失スペクトルは、比較のため縦軸を1/2倍して表示している。測定波長域ではほぼ同様の波長依存性を示していることから、励起光入射および γ 線照射による可視光領域での損失増加の主因となる欠陥は同一種であることが示唆される。

次に、ESR測定に用いた Al-Yb 共添加シリカファイバ（オリジナル）に γ 線照射（照射線量 2×10^4 R）したファイバ試料を用いて、ESR測定による欠陥分析を行った。表1にファイバ中のカラーセンタの定量結果を示す。オリジナルと比較して、Si-E'と Si (H)-E', NBOHC の若干の増加に加えて、 γ 線照射によっても励起光入射の場合と同程度の Al-OHC が生成されることが分かった。

以上の結果から、 γ 線は励起光とエネルギー領域が大きく異なるにも関わらず、Al-Yb 共添加シリカガラスの欠陥生成に関して励起光と同様の作用を有していると考えられる。従って、 γ 線照射後の母材試料を分析することによっても、フォトダークニングに関する知見が得られることが期待される。

4. X線吸収微細構造 (XAFS)

ファイバに添加された Yb 近傍の原子配置について、X線吸収微細構造 (XAFS) 測定により調べた。XAFSは、高輝度 X 線を用いて特定の原子近傍に位置する原子までの距離や個数

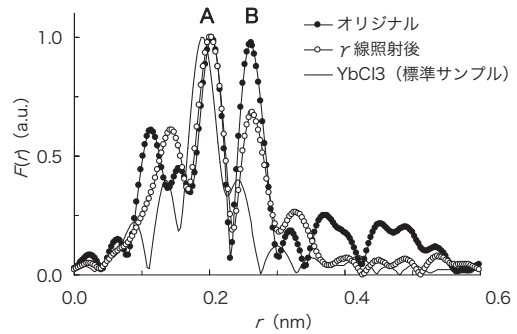


図3 Al-Yb 共添加母材の動径分布関数

を調べる方法であり、シリカガラスのような非晶質物質にも適用が可能である。測定試料には、内付け化学的気相堆積法 (MCVD 法) により作製した、Yb 添加シリカガラスファイバ母材の Al-Yb 共添加コア部分のみをくり抜いたバルクガラス試料のオリジナルおよび γ 線照射 (2×10^5 R) した試料を用いた。また、比較対象のため YbCl₃ を標準サンプルとして測定を行った。

図3に、XAFS測定により得られた Yb-L_{III} 吸収端の X 線吸収端微細構造 (XANES) スペクトルをフーリエ変換して得られる動径分布関数を示す。図の横軸と縦軸は、それぞれ Yb 原子からの距離 r および距離 r に存在する近傍原子の数密度を表しており、動径分布関数は Yb と最近接原子である O (YbCl₃ では Cl) との結合に起因するピーク A、Yb と第2近接原子である Si または Al の結合に起因するピーク B を有する。オリジナルと γ 線照射後の動径分布関数を比較すると、ピーク A, B の距離 r に差異はほとんど見られないが、ピーク B の強度が γ 線照射により減少している。この結果は、 γ 線照射により第2近接位置に位置する原子の密度分布が減少したか、あるいは対称性が低下したことを示しており、Yb の第2近接原子の挙動がフォトダークニング機構に関係している可能性を示唆している。

5. 紫外・可視領域の透過率測定

最後に、Al-Yb 共添加母材試料（厚さ1

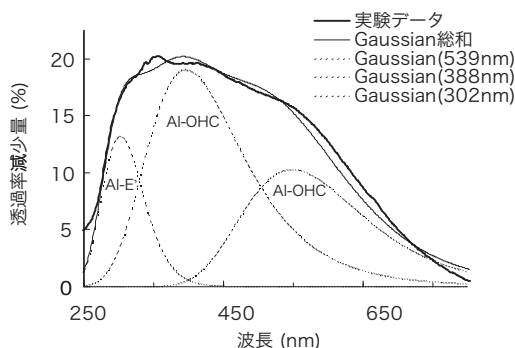


図4 γ 線照射による Al-Yb 共添加母材の透過率減少量の波長依存性

mm) への γ 線照射による透過損失の変化について述べる。図4に、 γ 線照射 (2×10^5 R) による透過率減少量の波長依存性を太線で示す。透過率減少量は、紫外領域に最大を有するブロードなピークを有している。点線は、Al-OHC が 388 nm と 539 nm に、Al-E' が 302 nm に吸収波長をもつことから⁶⁾、透過率減少量の波長依存性をこれらの吸収波長を中心とするガウス分布曲線で分解したものである。ESR 測定において Al-E' は観測されていないという疑問はあるものの、Al-E' による光吸収はほぼ紫外領域のみであり、可視～近赤外領域における損失増加には寄与しないことが分かる。一方、Al-OHC の吸収は可視～近赤外領域に広がっており、Yb ファイバレーザで実用上問題となるレーザ出力光波長帯における損失増加は、Al-OHC による光吸収が主因であることが分か

る。

6. まとめ

以上、励起光入射後および γ 線照射後における Al-Yb 共添加シリカガラスおよびファイバの ESR, XAFS, 透過率の測定結果について述べた。透過率測定で存在が示唆された Al-E' が ESR で観測されていない、Yb に関する欠陥が評価できていないなどの課題は残っているものの、いずれの測定結果からも光照射および γ 線照射による Al-OHC の生成が示唆されることから、Yb 添加シリカファイバのフォトダークニングは Al-OHC の光吸収が要因である可能性について示せたと思う。今後、更なる評価・分析により、フォトダークニングの発現機構を明らかにできることを期待する。

参考文献

- 1) J. J. Koponen, M. J. Soderlund, S. K. T. Tammela, H. Po, Proceedings of SPIE, 5990, 72-81 (2005).
- 2) T. Arai, K. Ichii, S. Tanigawa, M. Fujimaki, Optical Fiber Communication Conference, OWT 2 (2009).
- 3) M. Engholm and L. Norin, Proceedings of SPIE, 6873, 68731 E (2008).
- 4) K. E. Mattsson, S. N. Knudsen, B. Cadier, T. Robin, Proceedings of SPIE, 6873, 68731 C (2008).
- 5) J. Koponen, M. Soderlund, H. J. Hoffman, D. A. V. Kliner, J. P. Koplow, M. Hotoleanu, Appl. Opt. 47, 1247-1256 (2008).
- 6) H. Hosono and H. Kawazoe, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B 91, 395-399 (1994).