

低損失光ファイバ母材の構造解析

利用者 齋藤 吉広
所属 住友電気工業(株)

1. はじめに

光ファイバ用SiO₂ガラス母材の構造解析を目指し、中性子散乱スペクトルを測定した。試料には直径15mm程度の円柱状ロッドを用いた。結果として、添加元素あり/なしの2種類の試料に対し、充分強度の大きなスペクトルを得ることができた。

2. 実験目的

光ファイバはSiO₂を主成分とするガラス(非晶質)材料であり、結晶のように構造を一義的に決めることはできない。しかし、X線散乱などの測定とコンピュータシミュレーションを組み合わせることで、光ファイバの原子レベルでの構造把握と物性予測が可能になると期待できる。今後、ファイバ材料の効率的な開発には、このような材料設計の技術が不可欠になると予想される。弊社では、これら材料設計に必要な測定とシミュレーションの技術開発を進めている。X線分析については、これまでSPring-8の放射光を用いたX線散乱及びXAFSの測定技術を確立してきた。また、シミュレーションに関しては、経験的パラメータを用いた分子動力学法により、X線分析の結果と整合する構造モデルが得られるようになってきた。構造解析の精度を上げるには、X線散乱と中性子散乱を組み合わせることが有効である。即ち、X線と中性子では各原子の散乱能が異なるので、同じ材料から2種類の散乱スペクトルあるいは動径分布関数が得ることができる。その両方に整合するような構造モデルをシミュレーションで作製できれば、X線単独に比べ更に信憑性の高い構造モデルとなる。非晶質の中性子散乱測定については、弊社では全く経験がなかった。今回、光ファイバ母材の中性子散乱測定を実施し、測定と解析技術を習得することを目指した。

3. 実験方法

測定試料は、合成石英の光ファイバ母材から円柱状に切り出したガラスロッドである。ロッドサイズは、直径約15mm、長さは300mm以上となっている。また、試料組成としては、添加物なしの純SiO₂、及び、1%以下の微量添加元素を含むSiO₂の2種を用意した。また、測定中に試料を垂直に保持するためのスタンドも自作した。図1 SiO₂ガラスの中性子散乱測定図1に中性子散乱測定系の写真を示す。測定にはJRR-3の三軸型中性子分光器(TAS-1)を用い、中性子波長は0.1nmに設定した。また、検出器のゴニオメータのスキャン範囲は5~100°、スキャンのステップは0.2°、積算時間20秒/ステップとして、1試料当たり3回のスキャンを行った。参考までに、1回のスキャンに要する時間は、ゴニオメータの移動を含め、3時間程度であった。

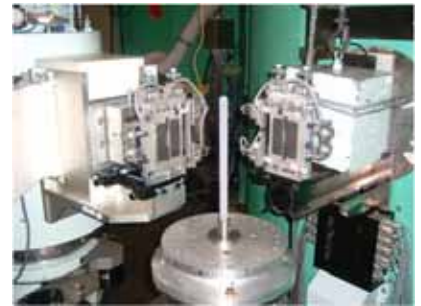


図1 SiO₂ガラスの中性子散乱測定図

4. 研究成果

図2にSiO₂ガラス(添加元素なし)の散乱スペクトルを示す(cf. 縦軸単位はcounts/sで表示)。3回のスキャンの平均(=合計の積算時間は60秒/ステップ)を見ると、充分明瞭なスペクトルが得られることが分かる。なお、同図には、1回目のスキャンのスペクトルも併記してある。データにややばらつきがみられるものの、3回平均のものとはほぼ同様のスペクトルとなっていた。即ち、今回の試料のサイズなら、20秒/ステップ程度の積算時間でも、かなり強度の大きなスペクトルが得られると考えられる。図3は、2種類のSiO₂の散乱スペクトルを、重ねて描画したものである(いずれも、3回のスキャンの平均)。なお、比較のため、「添加元素あり」の実測値を1.3倍し、第一ピークが「添加元素なし」のものと同程度になるようにしてある。結果として、第3ピーク以降では、2種類のSiO₂のスペクトルに若干の差異がみられた。

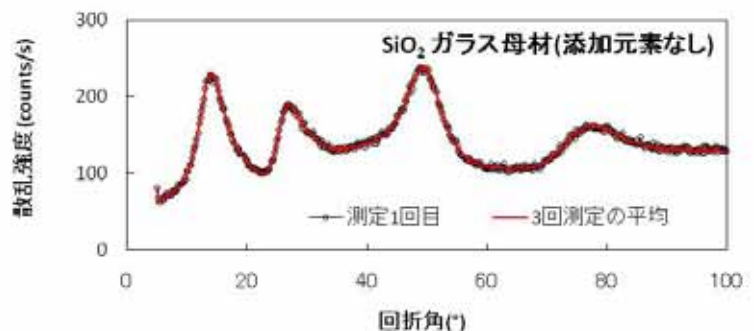


図2 SiO₂ガラス(添加元素なし)の中性子散乱スペクトル

5. 結論・考察

今回の結果から、直径15mm程度の円柱状試料であれば、数時間程度の測定により、充分な強度の中性子散乱スペクトルを得ることが可能と考えられる。また、添加元素あり/なしの2種類の試料間でスペクトルに若干の差異が見られたが、構造の違いを反映したものでどうかは、今後詳しく解析する必要がある。具体的には、試料による吸収の効果を考慮した補正を行った上で、動径分布関数を算出し、有意差かどうか検討する予定である。

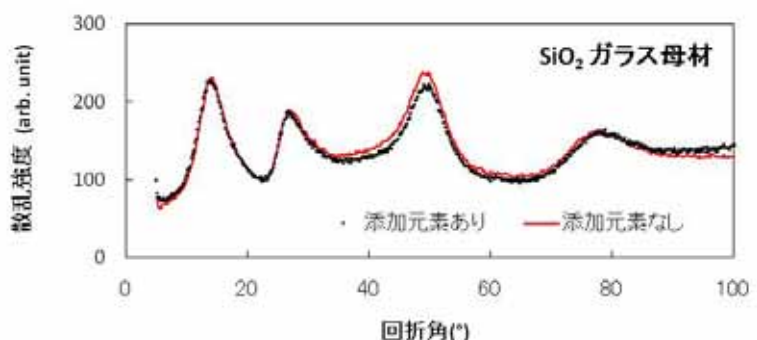


図3 2種類のSiO₂ガラスの中性子散乱スペクトル

6. 引用(参照)文献等

非晶質シリカ材料応用ハンドブック(リアライズ社) pp331-339.