

**CO₂ レーザ照射による光ファイバ融着接続部内含有物質の
SPring-8 放射光光源を用いた蛍光 X 線分析研究**
**Fluorescent X-ray micro-analysis of inclusions in the interface
between optical fibers spliced by the CO₂ laser irradiation**

小池真司¹⁾, 梶原堅太郎²⁾, 廣沢一郎²⁾, 渡辺義夫²⁾,
鈴木芳生²⁾, 上杉健太郎²⁾, 竹内晃久²⁾, 長瀬亮¹⁾

Shinji Koike¹⁾, Kentaro Kajiwara²⁾, Ichiro Hirose²⁾, Yoshio Watanabe²⁾,
Yoshio Suzuki²⁾, Kentaro Uesugi²⁾, Akihisa Takeuchi²⁾ and Ryo Nagase¹⁾

¹⁾ NTTフォトニクス研究所, ²⁾ (財)高輝度光科学研究センター

¹⁾ NTT Photonics Laboratories, ²⁾ Japan Synchrotron Radiation Research Institute

ボード上での光ファイバインタコネクションを実現するに必須のファイバ屈曲を応用したレーザ融着技術の研究・開発を進めている。レーザ融着光ファイバの融着品質の高度化に向けて、SPring-8 放射光により、その微細構造変化を BL47XU にて観察を行い、線吸収係数の高い物質の内包を確認し、そのサイズが光ファイバ接続損失と依存性があることを確認できた。本報告では、そのレーザ融着部内包物質を BL19B2 にて蛍光 X 線分析で同定した結果を述べる。

キーワード： 炭酸ガスレーザ、融着、光ファイバ、蛍光 X 線分析、SPring-8

【背景と研究目的】

大容量光通信の普及により、通信装置内ボード上において光ファイバの高集積化が益々求められている。ボード内布線ファイバ融着接続においては、従来型アーク放電融着接続を変えて、ボード搭載した光ファイバ接続部への CO₂ レーザ照射によりファイバ融着を行う簡易手法が提案されている[1] (図 1 参照)。

しかしながら、レーザ融着後のファイバ機械強度の低下が報告され[1]、レーザ照射による内部構造変化を産業用 X 線 CT (Computed Tomography)、ならびに SPring-8 BL47XU X 線 μ CT 装置により観察を試みてきた。当初、産業用 X 線 CT 装置では高品質の画質が得られないものの、CG (Computer Graphics) 処理を加えることによって密度分布と推定される特徴的な観測結果が得られた。画像品質を高め CT 観察による密度分布観察の可能性追求を目的として SPring-8 BL47XU で測定を試みたところ、レーザ融着された光ファイバ界面において高い線吸収係数を示す物質が

内包される観察結果が SP- μ CT 観察によって初めて明らかとなった (図 2 参照) [2]。本課題報告では BL19B2 蛍光 X 線分析装置において、光ファイバ融着界面において見られた高い線吸収係数を示す物質の同定実験を行った結果について述べる。

【実験】

提案するレーザー融着手法 [1] においては図 1 に示すように、屈曲する光ファイバのスパン長 L を異なる値に設定することで、押圧力 P を変化させることができる。これら押圧力を変えたサンプルを 2007B 課題 1814 において、BL47XU で SP- μ CT 観察を試みた結果を図 2 に示す。図 2 には、ファイバ押圧力 P を変えることを目的にし、バックリング長の条件として、 $L=8.5\text{mm}$ 、 20mm 、ならびに 25mm にて作製したレーザー融着サンプルについて測定した結果を示している。本結果が示すように、レーザー融着を行ったいずれのサンプルにも高い線吸収係数を示す内包物質が存在していることが明らかとなった。本課題では、これらサンプルの内、バックリング長 $L=8.5\text{mm}$ と 25mm のサンプルについて、融着界面に内包される物質の同定を試みるとともに、その融着界面付近での同定元素の分布測定を行った。

加えて、これまでの結果が示すように、BL47XU での測定では内包物が光ファイバ融着界面に特定して偏在する結果であったことから、光ファイバカット時のカッタからの刃こぼれにより、刃構成物質 (主として WC) が界面に内包されたものと推定を行い、従来カッタを変えて、ダイヤモンドカッタで光ファイバのカットを試み、その後、レーザー融着を行ったサンプルについても、上記 2 種類のサンプルで同定された元素 (後述するように Zr) について融着界面付近での分布測定を行った。

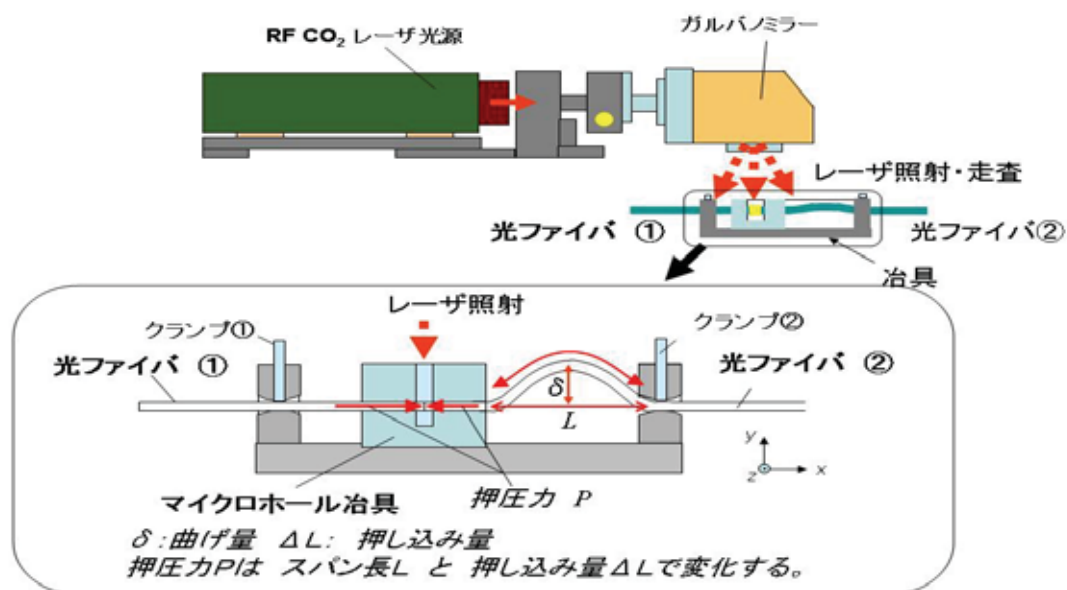


図 1 ボード上光ファイバ融着を実現する光ファイバたわみを利用したレーザー融着方法

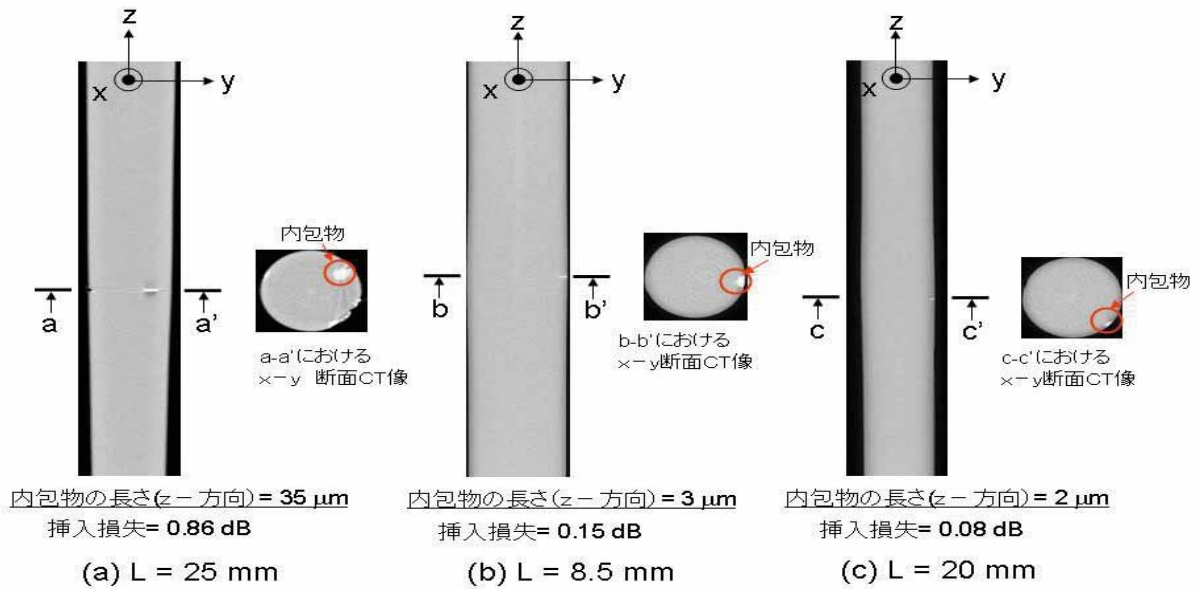


図2 SP- μ CTによるレーザ融着光ファイバの観察結果
(z軸は光ファイバ長手方向に対応する。光ファイバの直径は $\sim 125 \mu\text{m}$ である。)

【結果および考察】

図3にバックリング長Lを25mmに設定してレーザ融着を行った光ファイバの融着界面ならびに界面から80 μm 離れた位置での蛍光X線分析結果を同図(a)、(b)として、それぞれ示した。測定に当たり入射X線エネルギーは37.77 keV、使用したスリット幅は60 μm (垂直方向:光ファイバ長手方向) \times 170 μm (水平方向:光ファイバ半径方向)とした。なお、同図中(a)、(b)それぞれについて、15 keV付近に着目し拡大した図を該当グラフ中に示した。同図(a)と(b)でそれぞれ比較を行うと、蛍光X線エネルギー15 keV付近でピーク有無の差異を明瞭に確認することができ、この蛍光X線ピークのエネルギー値から融着界面において、Zrの偏在を確認することができた。

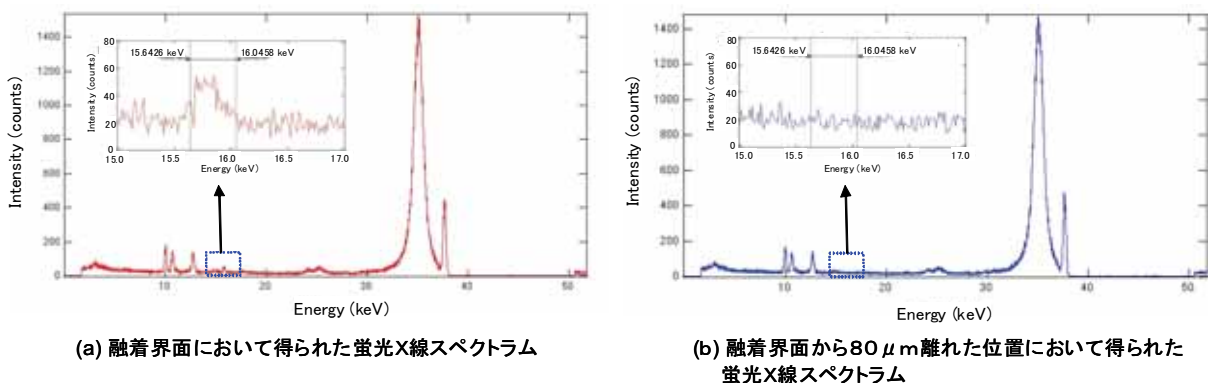


図3 レーザ融着光ファイバ融着界面付近の蛍光X線分析結果

さらに、同一サンプルの観察にあたり、スリット幅を $60\mu\text{m}$ (垂直方向: 光ファイバ長手方向) $\times 85\mu\text{m}$ (水平方向: 光ファイバ半径方向) に設定変更し、2007B 課題 1814 で行った BL47XU における SP- μCT 装置での観察結果をもとに、スリット位置を変えることで、Zr 対応蛍光 X 線エネルギーを示すピーク強度の測定位置依存性を調べた。その結果を図 4 に示した。同図中(b)は図(a)に示す界面位置に対応する BL47XU で観測された xy-断面 CT 像を示した。図(b)中には高い線吸収係数を示す輝点の存在が明らかである。同図(c)には、光ファイバ融着界面付近でスリット開口位置を変えて、Zr 対応蛍光 X 線エネルギーのピーク強度測定を行った結果を示した。図(c)に示すように、高い線吸収係数を示す輝点がある側 (同図(b)中の矢印②側) にスリット開口 (スリット番号 S_{22} に相当) を設けて測定された Zr 対応蛍光 X 線エネルギーのピーク強度は、他の位置にスリット開口を設けて測定された強度と比較して、最も高い値を示していることが分かる。以上の結果から、BL47XU で初めて明らかとなった融着界面に存在する高い線吸収係数を示す物質は BL19B2 蛍光 X 線分析によって、Zr と同定できる結果が得られた。

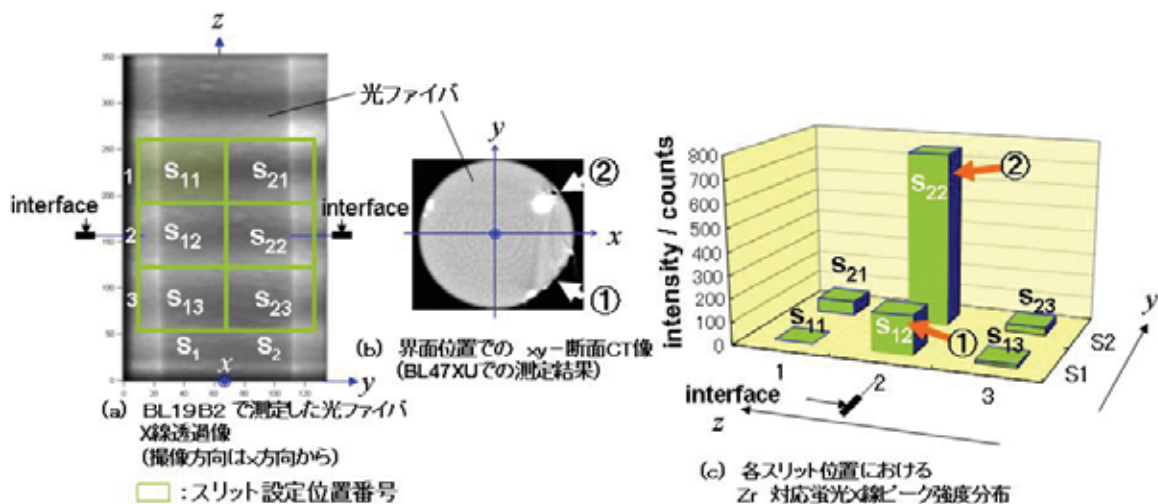


図4 レーザ融着光ファイバ融着界面付近のX線透過像と各測定スリット位置でのZr対応蛍光X線ピーク強度分布
 スリットサイズは $60\mu\text{m}$ (z方向) $\times 85\mu\text{m}$ (y方向)

次にサンプルを変えて、バックリング長 L を 8.5mm に設定してレーザ融着を行ったサンプルについて Zr 対応蛍光 X 線エネルギーのピークに着目して、融着界面を中心に光ファイバ長手方向における Zr の分布を調べた結果を図 5 に示した。測定に用いたスリット幅は $60\mu\text{m}$ (垂直方向: 光ファイバ長手方向) $\times 170\mu\text{m}$ (水平方向: 光ファイバ半径方向) とした。Zr の分布測定にあたり、スリット位置を融着界面を中心に光ファイバ長手方向 (同図(a) z 軸方向) に上下方向に移動させ、Zr 対応蛍光 X 線ピーク強度分布の測定を行った。図 5 に示すように、融着界面と $40\mu\text{m}$ 下方にスリットを設置した位置に Zr の存在が確認され、それらの位置からはずれると、Zr が観測されなくなる結果が得られた。なお、冒頭で述べた当初予想された W については測定領域におけるスペク

トラムエネルギー中で対応する蛍光 X 線エネルギーとして、 $L_3-M_5=8.3976$ keV、 $L_3-M_4=8.3352$ keV、 $L_2-M_4=9.67235$ keV、 $L_3-N_5=9.9615$ keV、ならびに、 $L_2-N_4=11.2859$ keV[3]、[4]があげられるが、ここでは後述する表 1 に示す融着前の光ファイバ中に含有される可能性のある元素のエネルギー帯を避けるために、 $L_3-M_5=8.3976$ keV、 $L_3-M_4=8.3352$ keV に相当する蛍光エネルギー帯に着目し、W の分布検証を行ったが、融着界面での偏在を確認するのに十分な結果が得られなかった。

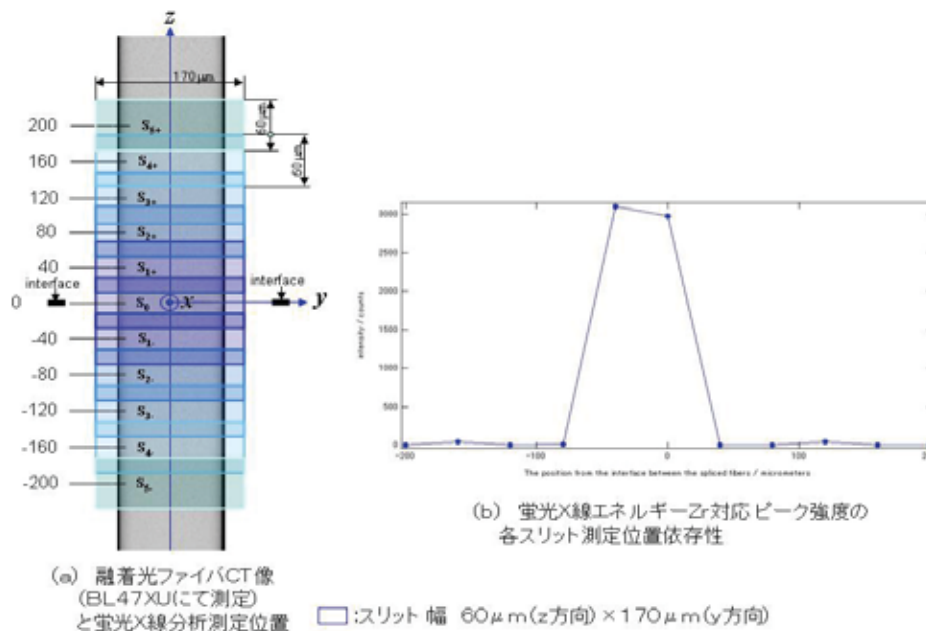


図5 レーザ融着サンプル(バックリング長L=8.5mm)における 蛍光X線エネルギーZr対応ピーク強度の各スリット測定位置依存性 (b)中のx軸はファイバ長手方向位置を示し、融着界面を零点としている。

一方、課題事前検討として、レーザ融着を行う前までの光ファイバ前処理加工までで含まれる可能性のある微量物質を把握するため、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS: Inductively Coupled Plasma-Mass Spectroscopy)により定性・半定量分析を行った結果を表1に示した。表1に示す結果では主たる元素としてコア材として使用されているGe以外にいくつか、重金属が光ファイバ前加工工程までで微量混入していることが明らかとなったが、Zrの存在はここでは明らかとなっていない。

表1 ICP-MSによる定性並びに半定量分析結果

試料名称 濃度	レーザ融着前工程処理後の光ファイバ
5000wtppb以上	Ge(300000)
500～5000wtppb	Sn(3100)
100～500wtppb	Na(450)、Zn(160)
50～100wtppb	Mg(100)、Al(70)、K(90)、Ca(60)、Ti(60)、Fe(70)
20～50wtppb	Ni(50)、Cu(50)、Pb(40)、Bi(20)
10～20wtppb	Rb(20)
5～10wtppb	Cr(6)、Sr(7)、Sb(8)、Ba(10)
検出限界値未満	上記元素以外

表中の括弧内の数値は、おおよその含有量を示す。

また、冒頭で述べたように、光ファイバの切断処理を WC 製の市販のファイバカッタからダイヤモンドカッタによるファイバカッタ装置への切断処理変更を行い、他の製作工程はこれまでと同一の融着工程を経ることで作製したサンプルについても、融着光ファイバの長手方向における Zr の分布測定を行った。その結果を図 6 にまとめた。図 6 中(a)は対象サンプルの BL19B2 での X 線透過像を示しており、測定には融着界面位置に加えて、これを原点として光ファイバの長手方向に 120 μm 離れた上下対象位置に 60 μm ×170 μm のスリットをそれぞれ設けて Zr 対応蛍光 X 線エネルギーのピーク強度の測定を行い、その結果を図 6 (b)中に示した。図 6 (b)に示すように、ダイヤモンドカッタによって光ファイバを切断後、レーザー融着を行ったサンプルについても、融着界面にて Zr が検出され、その界面以外では Zr 対応蛍光 X 線エネルギーのピークが観測されない結果が得られた。従って、融着前処理光ファイバ切断工程変更に関わらず、光ファイバ融着界面に Zr が内包され、その分布が融着界面に偏在している結果が得られた。

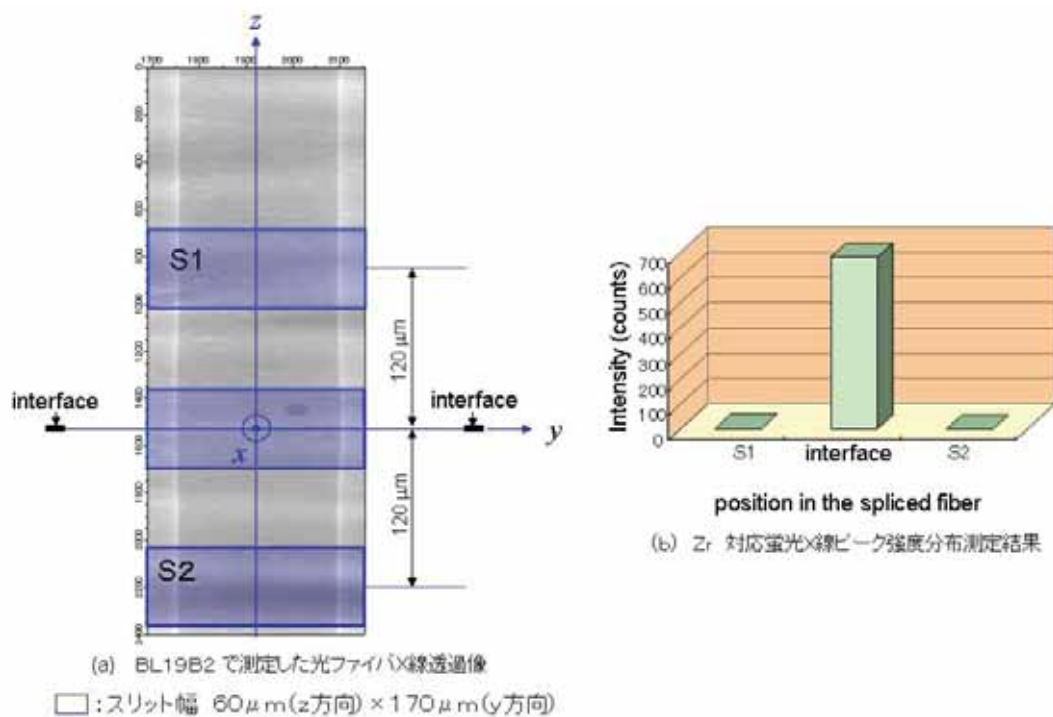


図6 ダイヤモンドカッタにて切断処理を行った光ファイバを用いて融着接続を行ったファイバサンプルのBL19B2におけるX線透過像とZr対応蛍光X線ピーク強度分布の測定スリット位置依存性

【今後の課題】

今回同定された Zr は光ファイバフェルール、V 溝基板など光部品の整列固定に必須の材料であるジルコニアの構成元素である。提案しているレーザー融着プロセスにおいては融着時の光ファイバ整列用の V 溝基板材としてジルコニアを使用している。プロセス中に光ファイバ端面に Zr が含有される可能性は多様であり、現時点で混入プロセスを特定することは尚早であるものの、表 1 に示した ICP 質量分析の結果において、レーザー融着以前の光ファイバサンプル中には Zr が検出に

かからなかった点を考慮すると、光ファイバをレーザ融着用 V 溝基板への挿入時に、基板材料から Zr の脱離が生じ端面に付着する過程が想定される。これまで、融着直前の光ファイバ端面クリーニングを CO₂ レーザによるクリーニングならびにエアブローにより進めてきたが、本データを参考に、V 溝基板材料物性の変遷過程の分析を行うとともに、端面クリーニングプロセスの見直し、あるいは、整列 V 溝の他の高耐熱材料系への変更が今後の対策として想定される。

【参考文献】

- [1] S. Koike, S. Asakawa, M. Kobayashi, and R. Nagase, “A Simple Optical Fiber Splicing Technique using CO₂ Laser Irradiation for Board-level Optical Interconnections,” *International conference on Electronic Packaging(ICEP)* 12B4-1, pp.421-426,(2008).
- [2] K. Uesugi, Y. Suzuki, N. Yagi, A. Tsuchiyama, T. Nakano, “Development of high spatial resolution X-ray CT system at BL47XU on SPring-8,” *Nuclear Instruments and Methods in Physical Research A* vol.467-468, pp.853-856, (2001).
- [3] http://xdb.lbl.gov/Section1/Table_1-2.pdf
- [4] <http://www.iupac.org/reports/V/spectro/partVIII.pdf>