

微結晶フリーフッ化物ガラスの合成

産総研 奥谷 猛、永井秀明、間宮幹人 東北大・金研 後藤 孝

1. はじめに

53ZrF₄-20BaF₂-5LaF₃-3AlF₃-20NaF の組成を持つ ZBLAN ガラスに代表されるフッ化物ガラスは、紫外から中赤外（波長 0.3μm から 6μm）の広い波長領域での高透光性および低屈折率を示し、現在使用されている シリカガラス光ファイバーの 1/100 の損失の 10⁻²~10⁻³dB/km 超低損失の光伝送ファイバー材料として期待されている。しかし、ガラス転移温度 256°C、結晶化開始温度 360°C と結晶化しやすいため散乱体である微結晶の低減が困難である。本研究では、微結晶を含まないフッ化物ガラスバルク材およびファイバーを不均一核生成が抑制される非接触凝固法および微小重力環境を利用して合成するための装置について検討した。

2. 研究経過

ZBLAN ガラス試料は Nd 添加 ZBLAN ガラスを用いた。ガス浮遊装置は図 1 に示した装置を作製した。ガス浮遊部は石英ガラス製で大口径 14mm、小口径 2mm のロート状で、アルゴンガスは小口径のガラス管から流れている。この装置では径 5mm 長さ 5mm の円柱状の ZBLAN ガラスをアルゴンガス 3l/min の流量で浮遊させながら赤外線炉で加熱できる。試料は熔融後、長径 5mm の先端が丸くなったコーン状になり浮遊する。

ZBLAN ガラス融液からファイバー形状に引き上げる時もファイバー内に微結晶が生成することが考えられる。ファイバー引き上げでは非接触で行うことは不可能なので、融液内に対流がなく、その結果核生成が起こりにくい微小重力環境下でファイバー引きを行うための装置を作製した。ZBLAN ガラス融液を反応系内に設置した白金容器内で赤外線炉で作製し、融液内にシース熱電対の先端を浸し、この熱電対を一定速度で融液から引き上げることができ、同時に温度測定も可能である。移動距離は 1 秒間に 45mm である。ファイバー引きの実験は 10m の自由落下が行える落下塔を使用する。10m 落下塔では 10⁻³g、1.43s の微小重力環境を得ることができる。

3. 研究成果

図 3 に Nd イオン添加 ZBLAN ガラス試料の DTA, TG 曲線を示した。Nd イオン添加 ZBLAN ガラスのガラス転移点は 265.7°C、結晶化開始温度は 360.6°C、融点は約 420°C、分解開始温度は 453°C である。結晶化開始温度とガラス転移点の温度差は 100 度近くあり、結晶化温度がガラス転移よりも高温にあり、過冷却状態の試料は粘性が高く、微結晶が生成しやすいことを示している。これらの結果を基にガス浮遊による ZBLAN ガラスプレフォームの作製、微小重力下でのファイバー引き上げ実験を行う。

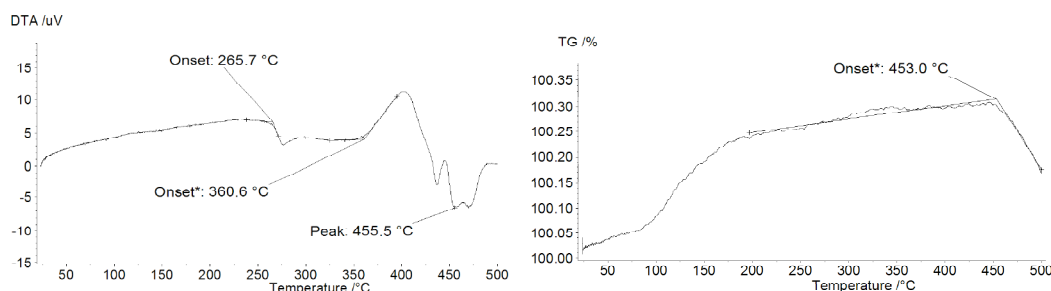


Fig.3. DTA and TG profiles for the Nd doped ZBLAN glass with heating rate of 10°C/min in the Ar flowing.

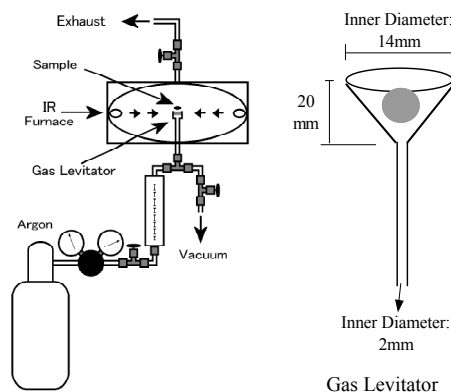


Fig.1. Schematic diagram of gas levitator used for synthesis and levitation of ZBLAN glass preform.

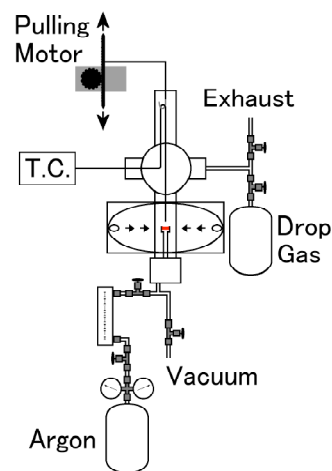


Fig.2. Schematic diagram of the fiber pulling apparatus of ZBLAN glass for the 10m drop tower.