

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	ゾルゲル液相添加法によるフッ素添加石英ガラスの作製
Title(English)	
著者(和文)	柴田修一, 北川毅
Authors(English)	SHUICHI SHIBATA, Takeshi Kitagawa
出典(和文)	電子通信学会, Vol. , No. , No363
Citation(English)	, Vol. , No. , No363
発行日 / Pub. date	1986,
URL	http://search.ieice.org/
権利情報 / Copyright	本著作物の著作権は電子情報通信学会に帰属します。 Copyright (c) 1986 Institute of Electronics, Information and Communication Engineers.

363 ゼルゲル液相添加法によるフッ素添加石英ガラスの作製

FABRICATION OF F-DOPED SILICA GLASSES BY SOL-GEL METHOD IN LIQUID-PHASE F-DOPING

柴田 修一, 北川 毅
Shuichi SHIBATA, Takeshi KITAGAWA

NTT 電気通信研究所

NTT Electrical Communications Laboratories

1. まえがき 光ファイバ用ドーパントとしてフッ素が一般的に用いられるようになり、VAD スートへのフッ素添加技術も確立されつつある⁽¹⁾。一方光ファイバ用ガラスの合成法としてゾルゲル法が検討され始め⁽²⁾、この方法で作製した多孔質ゲルに気相からフッ素を添加し、F添加石英ガラスが得られることが報告されている⁽³⁾。今回、ゾルゲル法を適用することにより、液相においてもフッ素添加が可能であることをその添加機構とともに明らかにしたので報告する。

2. 実験 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ を原料として種々の比表面積値を有する微粒子からなるゾル溶液を作製した。この溶液に、分子中にSi-F基を有するアルコキシド $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3\text{F}$ を添加し、ゲル化させた。ゲルを乾燥して多孔質体を得、不活性ガス雰囲気下で加熱して透明ガラスとした。多孔質ゲルの赤外吸収をKBr法で、又、比表面積をBET法で測定した。F添加石英ガラスの屈折率を純石英ガラスを標準として、空間フィルタリング法により測定した。

3. 結果と考察 図1にF添加量が異なる多孔質ゲルの赤外吸収特性を示す。添加量の増加に対応して、 935 cm^{-1} にSi-Fに起因する吸収が強く現れてくる。これは、液相添加によって、 SiO_2 多孔質ゲル中に、Si-F結合が導入されたことを直接的に示したものである。

図2に、これら多孔質ゲルを高温ガラス化したサンプルの比屈折率差 ($-\Delta n(\%)$) をF投入量に対して示した。A, B, Cは、それぞれ異なる比表面積のゾル溶液 (F添加前) にF添加した場合の値である。同じ投入量であっても、 SiO_2 ゾルの比表面積が大きい程、 $-\Delta n$ が大きな値をとり、又投入量に対して特異な曲線を示すことがわかる。さらにFは、1 mole % 当たり0.32%の $-\Delta n$ を与えることが知られており⁽⁴⁾、このことから、かなりの量のFが揮散していることになる。図3にB溶液にFを添加した場合のゲルの比表面積変化を示す。F添加により、比表面積が急激に減少することがわかる。図2の曲線の特異性は、(1) 高温処理後ガラスに残るFの量は出発ゲルの比表面積に依存すること、(2) F添加自身、ゲルの比表面積を変化させること、の2つの要因の重なったものとして解釈できる。現在、この方法で得られている $-\Delta n$ の最大値は0.93%であり、VAD法による気相添加の場合より大きな値が得られている。

4. まとめ ゼルゲル法において、液相でフッ素を添加することによりF添加石英ガラスが作製できること、ガラスへの添加量はフッ素の揮散によってきまり、出発ゾルへのフッ素添加量とゲルの比表面積に依存することを明らかにした。

文献 (1) 堀、大森、中原、電子通信学会論文誌, J68-CN08, 597, 1985.

(2) S. Shibata, F. Hanawa and M. Nakahara, Electron. Lett., 21, 24, p1145 (1985), (3) 柴田、北川、堀、61年度電子通信学会全国大会, 1146

(4) K. Rau, A. Muhlich and N. Treber, Opt. Fiber Trans. II, Williamsburg, Virginia, TuC4-1.

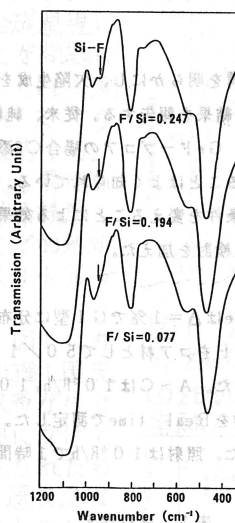


図1 F添加多孔質ゲルの赤外吸収特性

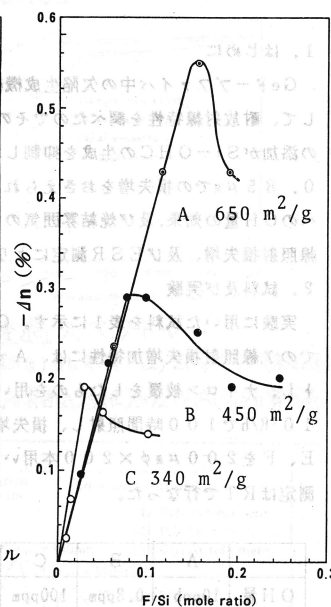


図2 F添加量に対するガラスの比屈折率差

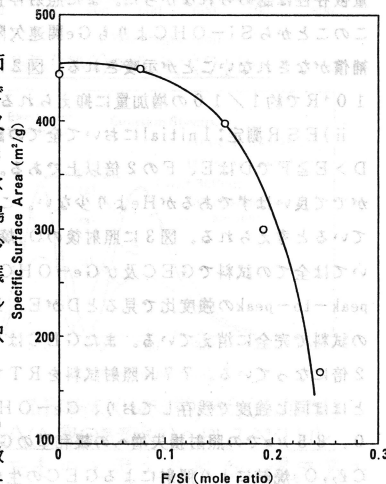


図3 F添加による比表面積の変化