

# 光コネクタ用結晶化ガラスフェルール

日本電気硝子株式会社 技術部

坂本 明彦

## Glass-ceramic Ferrules for Optical Fiber Connectors

Akihiko Sakamoto

Technical Division, Nippon Electric Glass Co., Ltd.

### 1. はじめに

光コネクタとは、光ファイバを着脱可能な状態で接続するためのデバイスであり、今後の情報化社会において大量に使用される。代表的な光コネクタの接続原理を図1に示す。光ファイバは、光ファイバとほぼ同じ径の中心孔をもつキャピラリ状部品（フェルール）内に接着固定され、先端をフェルールと共に曲面研磨した後、外筒管（スリーブ）に挿入され押圧される。これによって二本の光ファイバ先端が弾性変形によって互いに密着し、光信号の接続が可能になる<sup>1)</sup>。このようにフェルールとは光ファイバを正確に対向させるためのキーパーツであり、その寸法にはサブミクロンの精度が必要である。さらに繰り返しの着脱に対する耐磨耗性や高い曲げ強度、および温湿度の変化に対し形状や物性が安定していること（環境安定性）が要求される。

従来、フェルールには主にジルコニアやガラスが使用されてきた。ジルコニアは優れた機械的特性を有する一方、高温高湿下で体積変化が起こる欠点が指摘されている<sup>2)</sup>。また、焼結後

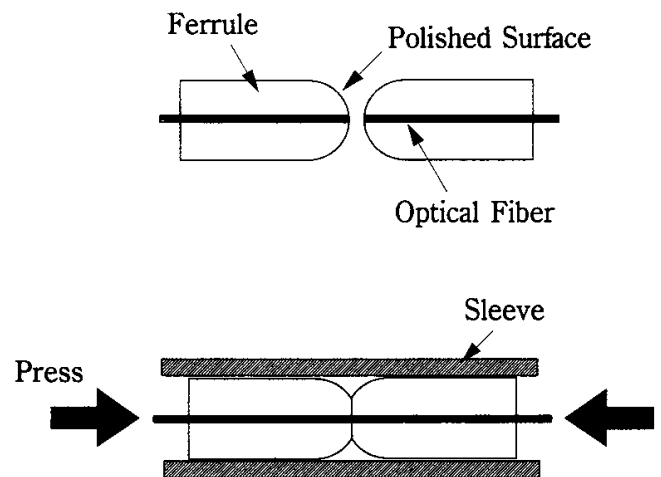


Fig. 1 Connection mechanism of optical fibers.

に内外径の精密研磨が必要なことや、特殊な方法での先端研磨が必要であることから、製造コストが高いという問題がある。一方ガラスは、光ファイバの製造に用いられるリドロー法によって高精度のキャピラリを未研磨で生産することができるため、低コストでフェルールが製造できる。しかし、機械的特性が不十分であるため、適用範囲は限られている。

結晶化ガラスには優れた機械的特性と環境安定性を示す材質があり、従来からフェルールへの応用が検討されていた<sup>3)</sup>。しかし、サブミクロンの寸法精度を実現できる成形法が確立されなかったため実用化には至っていなかった。著者らは、結晶化後にリドローする方法で高精度

の結晶化ガラスキャピラリを成形し、フェルールに応用することを検討してきた<sup>4)</sup>。本稿では、リドロー可能な結晶化ガラスの概要と、結晶化ガラス製フェルールの特性について紹介する。

## 2. 結晶化ガラスのリドロー成形

一般に結晶化ガラス製キャピラリを作製するには、結晶化前の原ガラスをリドローし、次いで結晶化することが考えられる。しかし、結晶化ガラスは加熱によって結晶が析出するように設計されているため、リドロー中に結晶が析出してしまい、サブミクロンの寸法精度を有するキャピラリを得ることは不可能である。著者らはこの問題を解決するため、予め結晶化させたプリフォーム（結晶化プリフォーム）のガラス相のみを軟化させてリドローする方法、およびそれに適した材料を開発した。この方法ではリドロー中に結晶化が起こることを防止できるほか、リドロー後に結晶化する必要がないため、結晶化に伴うキャピラリの寸法変化が起こらないという利点がある。

### 2.1 結晶化プリフォームの設計概念

結晶化プリフォームには以下の特性が要求される。すなわち、①リドローに適した結晶化度を有すること、②リドロー中に結晶が融解しないこと、③表面積の増大による粗大結晶の析出が起こらないことである。以下に今回開発した結晶化プリフォームの材料設計について概説する。

基本組成系として、微細な結晶の析出が可能で優れた化学的耐久性を有する  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  系を選択し、熱的に安定な  $\beta$ -スポジューメン固溶体を析出させた。図2は  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  系の組成を  $\beta$ -スポジューメン固溶体を頂点とする三角図として示したものである。析出する  $\beta$ -スポジューメン固溶体の  $\text{SiO}_2$  モル比がほぼ6であることはX線回折によって確認した。図中の各点に付記した数値は、各組成における

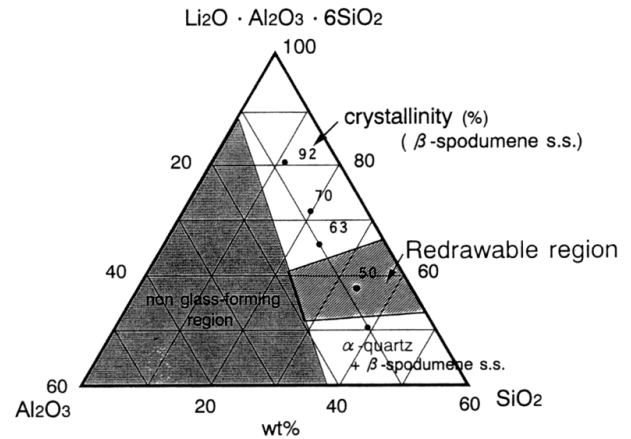


Fig. 2 Redrawable region of  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  glass-ceramic.

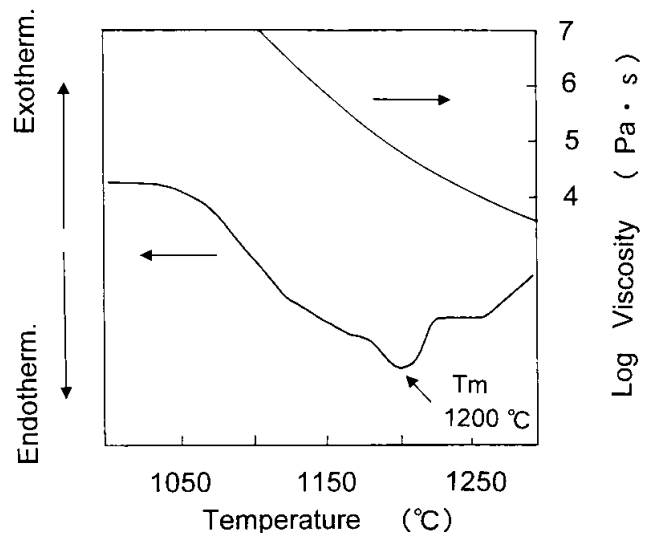
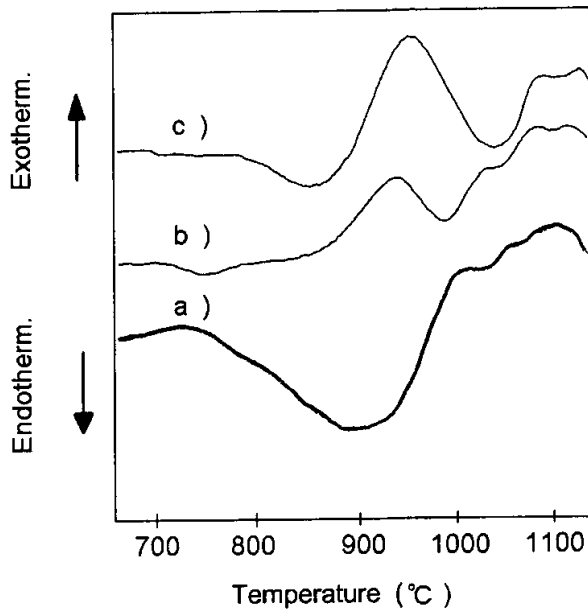


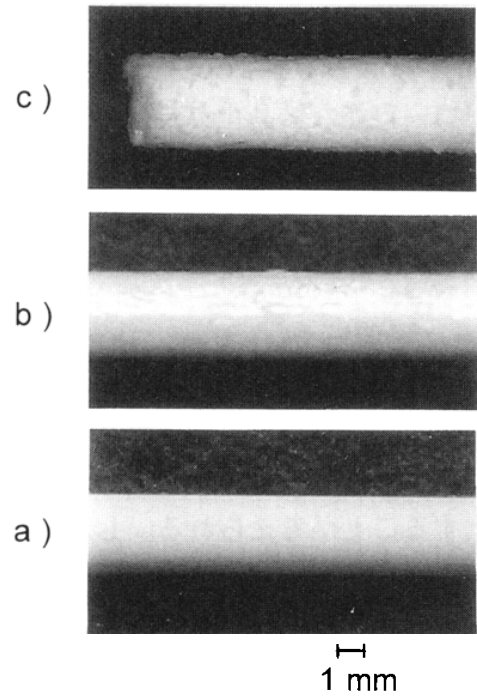
Fig. 3 Thermal stability of the precipitated crystal and apparent viscosity of the cerammed preform.

最終的な結晶化度を示す。図から、基本組成が析出結晶組成 ( $\beta$ -スポジューメン固溶体) から離れるにつれて結晶化度は低下するが、ある範囲をこえると異種結晶が析出することが分かる。結晶化度とリドローの可否との関係を実験的に調査した結果、基本組成が斜線で示した領域内にあれば、リドロー可能であることを確認した。

析出結晶の耐熱性はDTAによって評価した。図3に結晶化後のプリフォームのDTA曲線および粘度曲線を示す。DTA曲線から、析出結晶の融解温度 ( $T_m$ ) は  $1200^\circ\text{C}$  であるこ



DTA of crystallized preforms with crushed surface



Re-drawn surface

Fig. 4 DTA behavior of cerammed preforms and surface devitrification of redrawn capillaries.

とが分かる。一方、本結晶化プリフォームの場合、リドローに適した温度（粘度：約  $10^{5.5}$  Pa·s）はおよそ  $1150^{\circ}\text{C}$  であり、析出結晶の熔融温度以下でリドローが可能なが分かる。

リドローによってプリフォームの表面積は著しく増加する。新たに生じた表面はエネルギー的に不安定であるため、プリフォームの状態では結晶化が完了していてもリドローすると表面から粗大な結晶が析出する場合がある。これを防止するには、ガラス組成を調整して結晶化プリフォーム中のガラス相を安定化させることが必要である。図4にガラス相の安定性とリドロー後のキャピラリの品質との相関を示した。ガラス相の安定性は、予め結晶化したプリフォームを粉碎して新たな表面を形成し、再度加熱した時の発熱の有無をDTAで調べることによって評価した。図には同じ結晶化度を有する3種の異なる組成の結晶化プリフォームから得られたDTA曲線と、それらのリドロー結果を示している。組成bおよびcでは再加熱時に新たな発熱ピークが観測された。これらのプリ

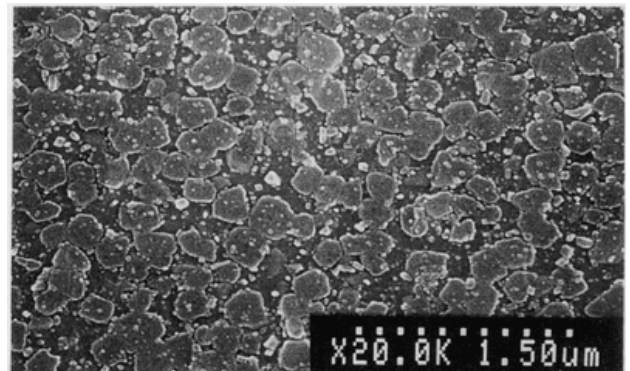


Fig. 5 Crystalline structure of the cerammed preform.

フォームをリドローすると、図に示すように粗大な表面結晶が析出し、その結果、寸法劣化や切断が起こった。これに対し、DTA曲線に発熱ピークの見られない組成aではリドローによっても粗大な表面結晶は析出せず、滑らかな表面を有した高精度のキャピラリが得られた。

## 2.2 リドロー成形

上記の設計概念に基づいて作製された結晶化プリフォームの結晶析出状態を図5に示す。析出しているβ-スポジューメン固溶体の粒径は

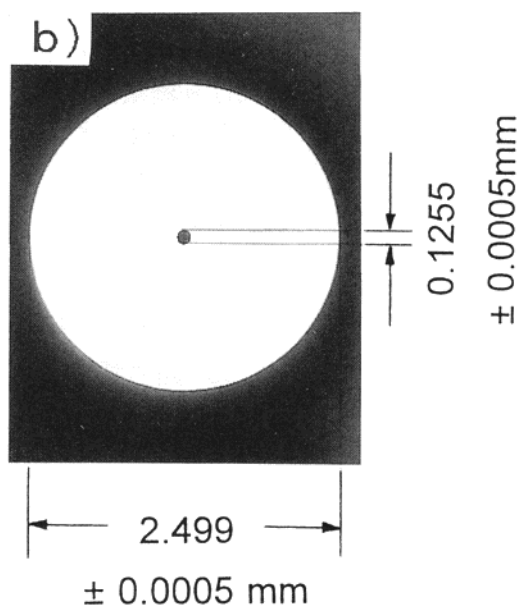
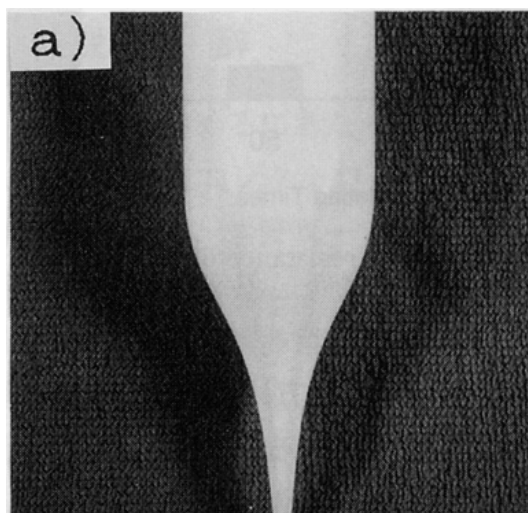
約  $0.3\ \mu\text{m}$ 、結晶化度はおよそ 50 wt% である。図 6a には、中心孔を設けた結晶化プリフォームを  $1150^\circ\text{C}$  でリドローした際の軟化変形状態を、図 6b にはそれによって得られた結晶化ガ

ラスキャピラリの寸法精度を示した。図 6a から、結晶化プリフォームは非晶質ガラスと同様、均一で対称に変形していることが分かる。また、得られた結晶化ガラスキャピラリは、図 6b に示すようにきわめて高い寸法精度を有していた。

### 3. 結晶化ガラスフェルール (GCF) の特性

リドロー法によって成形された結晶化ガラスキャピラリは、フェルールとして十分な寸法精度を有しており、内外径の研磨が必要ない。この結晶化ガラスキャピラリに切断、面取および金属フランジの取り付けを行って GCF に仕上げた。GCF の外観を図 7 に示す。

表 1 に GCF の諸特性をジルコニア、シリカガラスおよびホウ珪酸ガラスと比較して示す。GCF の曲げ強度は約 550 MPa でジルコニアには及ばないものの、シリカガラスやホウ珪酸ガラスに比べて高く、光コネクタ用フェルールとして十分と考えられる。廣瀬らは GCF を用いて実際に光コネクタを製造し、強度に問題のないことを確認している<sup>5)</sup>。また、GCF は表に示すように高温高湿環境にさらされても強度は劣化しない。むしろ強度が高くなっているの



Concentricity :  $<0.001\text{mm}$

Roundness :  $<0.001\text{mm}$

Fig. 6 Thermal deformation of the cerammed preform and size precision of glass-ceramic capillary.

a): Neck down area of the cerammed preform.

b): Cross-section of the glass-ceramic capillary.

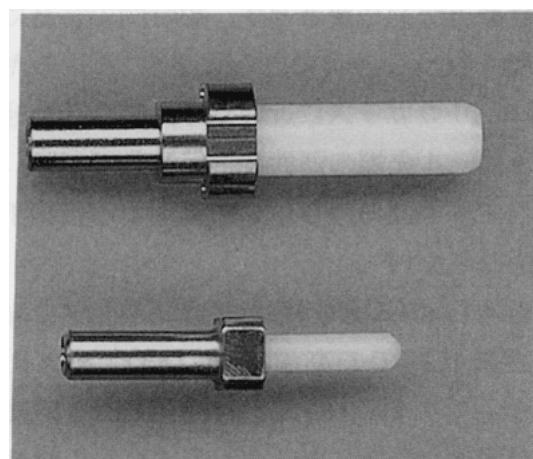


Fig. 7 Appearance of GCF.

Table 1 Properties and characteristics of GCF, silica glass, ZrO<sub>2</sub> and borosilicate glass.

	GCF	silica glass	ZrO <sub>2</sub>	B.S.*
Bending strength (MPa)	550 (700)**	140	1350	250
CTE (x10 <sup>-7</sup> /K)	30	6	85	50
Young's Modulus (GPa)	80	70	190	70
Vickers Hardness	700	760	1200	550
Rubbing rate*** (μ m/min.)	21	26	2	34
Volume Change** (ppm)	N.D.	N.D.	1000	N.D.

\* Borosilicate Glass  
 \*\*85 °C, 90% R.H., 1500H  
 \*\*\*Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>#1200, 24.5kPa

は、水蒸気によるクラックブランチングの影響と考えられる。さらに GCF は必要に応じて、ガラス相中のアルカリイオンの交換反応によって化学強化<sup>6),7)</sup>する事も可能である。

フェルールに光ファイバを挿入・接着した後、フェルール先端は光ファイバとともに曲面研磨される。この時、フェルールの被研磨速度が光ファイバより小さいと、研磨によって光ファイバがフェルール端面より引き込まれた状態となり、突き合わせによる接続が行えなくなる。表に示したように、GCF は光ファイバ材料であるシリカガラスに近い硬さを有し、被研磨速度がシリカガラスとほぼ同じであるため、光ファイバの引き込みが起こらない。従って特殊な研磨方法を必要とせず、短時間で容易に先端研磨を行うことができる。また GCF のヤング率はシリカガラスに近いいため、突き合わせ時のフェルール先端の弾性変形が容易であり、研磨面の曲率半径のばらつきに起因する接続不良も発生しにくい<sup>8)</sup>。

三田地らは GCF を用いた光コネクタにおいて、接続状態での高温高湿 (85°C, 85%RH) 試験を行い、2000 時間後でも GCF 接続部の形状が変化しないこと、また温水中への浸漬によっても重量変化が無いことを報告している<sup>9)</sup>。著者らは、表に示すように 85°C, 90%RH の条件下で 1500 時間後も GCF に体積変化が生じ

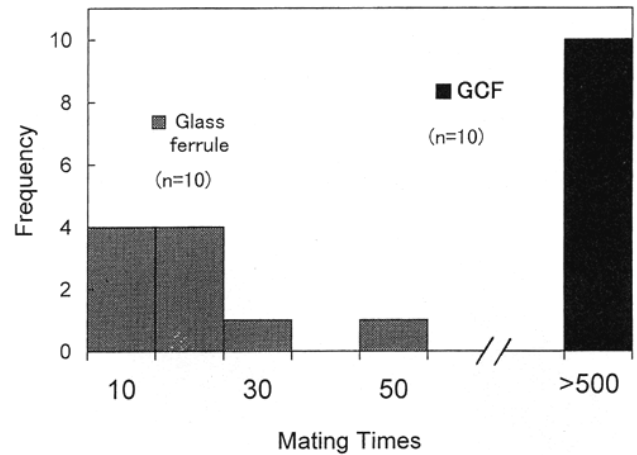


Fig. 8 Scratch resistance of GCF.

ないことを確認した。一方、GCF の熱膨張係数はジルコニアに比較してシリカガラスに近いので、熱膨張差による光ファイバとフェルールのずれが起こりにくいことが予想される。長瀬らは GCF を用いた光コネクタの熱サイクル試験を行い、安定した接続特性を確認している<sup>10)</sup>。

図 8 に GCF の耐摩耗性評価結果を示した。図の横軸は、ジルコニア製接続スリーブ (図 1 参照) に同一のフェルールを繰り返し挿抜した時、フェルールに傷が発生するまでの回数を示している。ガラス製フェルールは数 10 回以内の挿抜で傷が発生するのに対し、GCF は 10 個の試料全てにおいて 500 回の挿抜後も傷が発生しなかった。これは GCF 表面に析出している微細な結晶の存在によるものである。以上のことから、GCF は屋内外を問わず広く光コネクタ用フェルールとして使用できるものと考えられる。

#### 4. ま と め

結晶化後にリドローすることが可能な新規な結晶化ガラスを開発し、結晶化ガラスキャピラリの連続生産に成功した。得られた結晶化ガラスキャピラリは、光コネクタ用フェルールに要求されるサブミクロンの寸法精度を有し、このキャピラリから製造された GCF は、優れた機

械的特性および環境安定性を有していた。  
GCF は安価で高性能な光コネクタ用フェル  
ルとして屋内外を問わず広く適用可能と思われ  
る。

## 5. 謝 辞

本研究を進めるにあたって多大なご助言を頂  
いた NTT 光エレクトロニクス研究所の住田  
真主幹研究員，岩野真一主幹研究員，同国際本  
部の三田地成幸氏，長瀬 亮氏，NTT 東海設  
備技術センタの本多竜二氏およびコーニング(株)  
の竹内善明氏さらに，粘度評価についてご指導  
頂いた大阪工業技術研究所光機能材料部の鈴木  
守也主任研究員の諸氏に深く感謝いたします。

## 参考文献

1) Shintaku, T., Sugita, E. and Nagase, R., J. Light-

waveTechnol., 11[2] (1993) p. 241.

2) Reith, L. A. et al., 12<sup>th</sup> Annual Fiber Optic En-  
gineering Conf., 3 (1996) p. 675.

3) 鈴木信雄，岩原保幸，縄田喜代志，野田一房  
公開特許公報 昭 56-165109.

4) Sakamoto, A., Wada, M., Takeuchi, H and  
Ninomiya, M., Proc. 18<sup>th</sup> Int. Cong. Glass C6  
(1998) p. 62.

5) 広瀬 潤，竹下潤治，志水文彦，中村陽一，信  
学会 1998 ソサエティ大会 C-3-54.

6) 坂本明彦，渋谷武宏 日本特許第 2017703 号.

7) Takeuchi, Y., Mitachi, S. and Nagase, R., IEEE  
Photonics Tech. Letters, 9[11] (1997) p. 1502.

8) 竹下潤治，広瀬 潤，志水文彦，中村陽一，信  
学会 1998 総合大会 C-3-26.

9) Mitachi, S., Nagase, R., Takeuchi, Y. and Hon-  
da, R., Glass Technol., 39[3] (1998) p. 98.

10) Nagase, R., Takeuchi, Y. and Mitachi, S., Elec-  
tronics Letters, 33[14] (1997) p. 1243.