

IZDELAVA OPTIČNIH VLAKEN PO MCVD METODI

Marko Kralj, dipl. ing., Iskra Elektrooptika, SPE Optične Komunikacije, Stegne 7, 61210 Ljubljana

Optical fiber manufacturing by MCVD method

ABSTRACT

Optical fiber manufacturing is presented. The mechanism and chemistry of the MCVD process are described in detail.

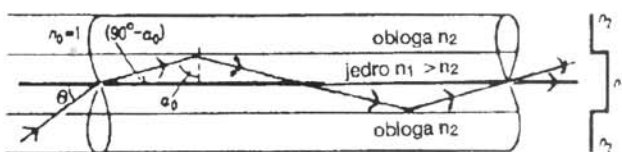
POVZETEK

V članku je opisano izdelovanje optičnih vlaken po MCVD metodi. Natančneje sta obdelana kemizem in mehanizem nanašanja sintetičnega stekla na notranjost kremenove cevi.

1 UVOD

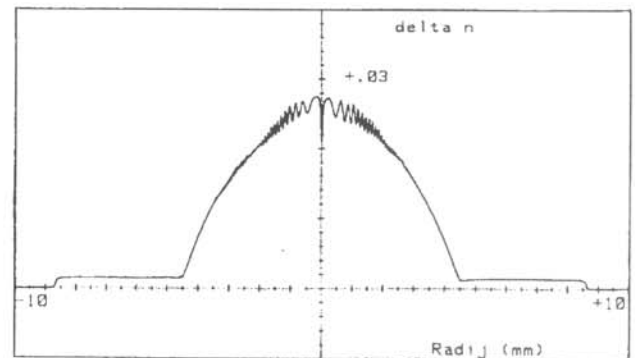
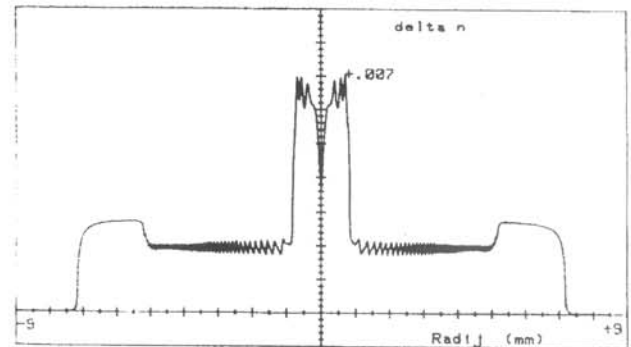
Optične komunikacije rabijo za prenos informacij (računalniških podatkov, telefonskih ali video signalov) na velikih razdaljah. Namesto z električnimi signali se pošilja informacije s pomočjo svetlobe. Zvočne ali slikovne signale se najprej predela v električne signale, le-te pa v pulze svetlobe, ki potem potujejo po optičnih vlaknih do sprejemnika, kjer se signali predelajo nazaj v prvotno obliko. Iz električnih signalov dobimo optične tako, da jih pripeljemo na LED diodo ali na laser, ki utripata v ritmu signalov. Pri sprejemu pa se optične signale pretvori nazaj v električne s fotodiodo.

Optično vlakno je tanka nitka iz kremenovega stekla, po kateri potuje svetloba. V njeni sredini je lomni količnik večji kot na njenem robu, tako da je žarek zaradi totalnega odboja svetlobe ujet vanjo in po njej potuje do sprejemnika.



Slika 1. Potovanje optičnega žarka po optičnem vlaknu

Optično vlakno ima vrsto prednosti pred drugimi načini prenosa podatkov. Njihov premer je $125 \mu\text{m}$, bakrene žice imajo navadno premere večje od 1 mm . Zato se v kabel enakih zunanjih dimenzij da vgraditi desetkrat več optičnih vlaken kot pa bakrenih vodnikov. Tudi njihove prenosne karakteristike so izredne: imajo veliko pasovno širino, kar omogoča prenos velikega števila informacij po enem vlaknu in obenem so izgube signala zelo nizke, zato je potrebno pri optičnih komunikacijah regenerirati signal šele na razdaljah, ki so večje od 100 km (pri koaksialnem kablju 6 km). Druge prednosti so: neobčutljiv je na elektromagnetne motnje in strele, zato se uporablja v industrijskem okolju, ne generira isker, zato zanje ni potrebna posebna zaščita, kadar se uporablja v bližini nevarnih snovi, ne da se mu "prisluškovati" in je odporen na visoke temperature.



Slika 2. Radialni potek lomnega količnika v enorodovnem vlaknu (zgoraj) in večrodovnem vlaknu (spodaj)

Teorijo valovoda je razvil že leta 1879 angleški fizik Rayleigh, leta 1910 pa sta Hondros in Debye objavila članek, ki je opisoval dielektrični valovod, kar v bistvu je optično vlakno. Vendar pa tedanja stopnja tehnologije ni omogočala izdelave le-tega.

Leta 1951 je uspelo izdelati prva optična vlakna, ki so jih uporabili v medicini za endoskope. Z izumom rubinovega laserja l. 1960 in z objavo modalne teorije dielektričnega valovoda (Snitzer l. 1961) pa se je pojavila možnost uporabe optičnih vlaken v telekomunikacijah. Po devetih letih razvoja je firma Corning izdelala optično vlakno, ki je imelo slabljenje 20 dB/km . Dve leti kasneje pa so izdelali prvo uporabno optično vlakno. Njegovo slabljenje je bilo 4 dB/km , današnja večrodovna vlakna pa imajo nižje od 1 dB/km , enorodovna vlakna pa pod 0.2 dB/km (teoretična meja je 0.14 dB/km za kremenovo steklo). V drugi polovici sedemdesetih let se je začela širša komercialna uporaba, pravi razcvet (ki še traja) pa je doživela industrija optičnih vlaken v drugi polovici osemdesetih let.

V Sloveniji izdeluje optična vlakna Iskra Elektrooptika. Le-ta je sledila razvoju optičnih komunikacij že od leta

1973. Po študiju in izpopolnjevanju mag. Iztoka Klemenčiča v tujini se je leta 1979 začel razvoj tehnologije izdelave optičnih vlaken in čez dve leti je bilo prvo izdelano. Leta 1984 so bila naša vlakna uporabljena na zimskih olimpijskih igrah v Sarajevu. Iz razvoja smo polagoma prešli na pilotno proizvodnjo in leta 1988 so vlakna zadoščala vsem mednarodnim standardom (IEC & CCITT). Že leto poprej pa se je začelo postavljati proizvodnjo v industrijskem merilu, stekla pa je spomladi 1989. Te zmogljivosti nam omogočajo izdelavo vseh vrst optičnih vlaken na osnovi lastnega znanja, kar nam omogoča nastop na mednarodnih trgih brez kakršnihkoli licenčnih omejitev, s čimer se lahko pohvali le dvanajst držav.

2 IZDELOVANJE OPTIČNIH VLAKEN

Optična vlakna izdelujemo v dveh fazah: najprej izdelamo surovec, ki ga nato potegnemo v vlakno. Surovec se naredi z nanašanjem sintetičnega stekla na stekleno ali keramično podlago. To nanašanje je v bistvu CVD postopek, ki je prilagojen izdelavi optičnih vlaken.

Razlikujemo dve vrsti CVD (chemical vapor deposition): nizekotlačno, ki jo uporabljamo za izdelavo tankih plasti in atmosfersko, katere modificirana verzija se uporablja za izdelavo optičnih vlaken.

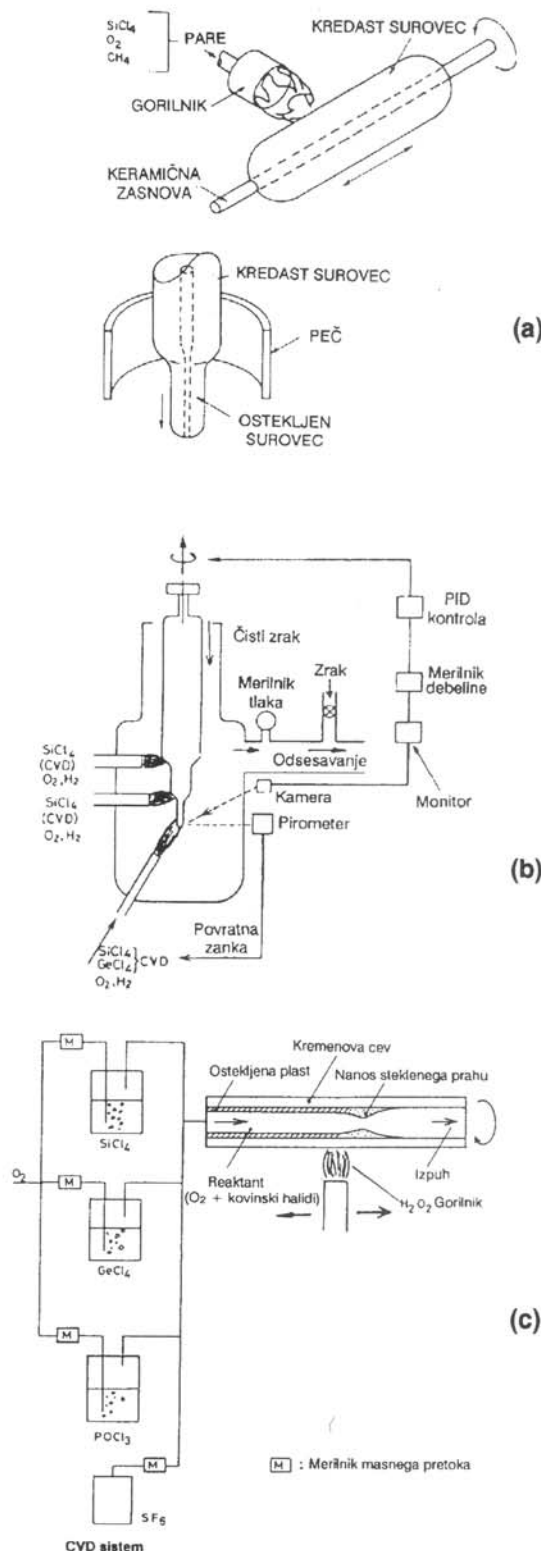
Pri prvi v vakuumu (0.001 do 1 mbar) /1/ uvajamo nizke koncentracije par organokovinskih spojin ali kovinskih halidov, ki zreagirajo na segretyh podlagah ali v njihovi bližini. Nastane enakomerna plast nanosa. Reakcija je heterogena (na površini podlage) ali homogena (v parni fazi). Hitrost nanašanja je majhna, tvorijo se molekularni sloji kristalne trdine na relativno majhni ploskvi.

Pri drugi poteka proces pri atmosferskem tlaku. Pri nanašanju na steklo zreagira zmes kloridov in nosilnega kisika v parni fazi - reakcija je homogena. Nastanejo submikronski steklasti delci, ki se sprijemajo v čadaste kosme in se usedajo na podlago. Od temperature podlage je odvisno, ali se delci pretalijo in osteklijo ali pa nastane čadast nanos. Koncentracije reaktantov so veliko večje, zato je hitrost nanašanja za več kot velikostni razred večja od nizekotlačnega CVD. Zategadelj so vsi štirje komercialni postopki za izdelovanje surovcev za izdelavo optičnih vlaken osnovani na tem principu /2/.

Surovec je 15 do 75 mm debela in 50 do 150 cm dolga steklena palica, katere jedro ima višji lomni količnik kot njena zunanja stena. Iz razvoja v proizvodnjo so uspešno prešli štirje načini izdelovanja surovcev: Outside Vapor Deposition (OVD), ki ga je razvil Corning, Vapor Axial Deposition (VAD), razvit pri Nippon Telegraph and Telephone (NTT), Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD), plod razvoja v Bell Laboratories (AT&T) in Plasma Chemical Vapor Deposition (PCVD), ki so ga iz MCVD izpeljali pri Philipsu /2/.

Pri OVD in VAD postopku sintetično steklo nanašamo z zunanje strani na keramično zasnovo. Razlika med

njima je ta, da pri prvem nanašamo plast za plastjo na keramično palico, pri drugem pa surovec raste iz zasnovne v aksialni smeri. Surovec sta kredasta in ju po nanašanju osteklimo (vitificiramo) v Cl₂ atmosferi pri temperaturi 1000°C. Ta dva procesa imata veliko hitrost nanašanja, zato tudi dajeta velike dolžine vlaken. Uporabljata se skoraj izključno za izdelavo enodovnih vlaken za telekomunikacijske (PTT) kable.

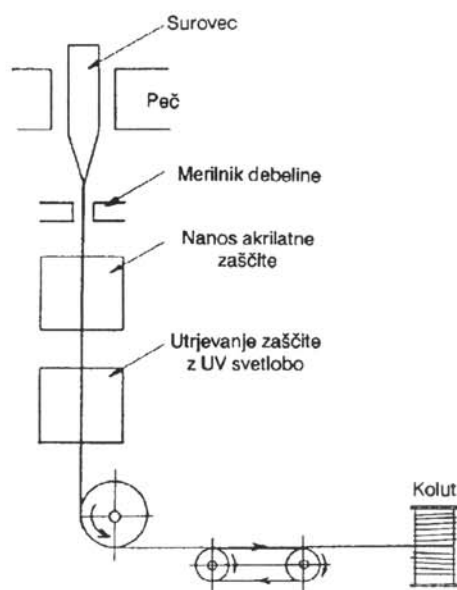


Slika 3. Postopki izdelovanja surovcev: a) OVD, b) VAD in c) MCVD

Za MCVD in PCVD je značilno, da steklo nanašamo na notranjo steno cevi. Po končanem nanašanju stekleno cev pretalimo v palico s plameni, ki dosežejo temperaturo 2200°C: gorilnik počasi potuje ob cevi, ki je zmeščana in jo površinska napetost krči. Razlika med njima je ta, da pri prvem segrevamo cev z vodik - kisikovim plamenom, pri drugem pa s plazmo. Dobra lastnost MCVD procesa je čistost, saj se nanašanje odvija v cevi.

Prednost tega procesa pred VAD in OVD je sorazmerno enostavno in ponovljivo dopiranje stekla. Zato s tema dvema postopkoma izdelujemo vlakna s parabolnim potekom lomnega količnika (graded index), ki se uporabljajo v kablji za računalniške mreže. Hitrost nanašanja je približno za polovico manjša kot pri prvih dveh postopkih, vendar pa ni treba sintetizirati celotnega surovca, temveč samo jedro s spremenljivim lomnim količnikom. Z oblačenjem MCVD surovca v dodatno cev ali pa z nanosom dodatnega stekla po VAD metodi dosežemo enake dolžine enorodovnega vlakna kot pri prvih dveh metodah. Večina evropskih proizvajalcev uporablja to metodo za izdelovanje optičnih vlaken.

Druga faza je vlečenje vlakna iz surovca. Surovec navpično spuščamo v peč, ki se nahaja na vrhu vlečnega stolpa. Ta peč ima ozko cono, segreto na približno 2000°C (nad zmeščiščem stekla). V tej coni nastane iz debelega surovca steklena nitka, ki izteka iz peči skozi odprtino na njenem spodnjem delu. Najprej se zaradi visoke temperature steklo zmešča in s preforma steče kapljica, ki potegne za seboj tanko stekleno nitko (podobno, kot steče med z žlice). Z enakomernim vlečenjem te nitke nastaja kontinuirna dolžina vlakna. Pod pečjo se na vlakno nanese akrilatna smola, ki ga ščiti pred mehanskimi poškodbami. S hitrostjo navijanja vlakna na kolut določamo njegovo debelino. Le-to merimo z laserskim merilnikom, hitrost vlečenja pa nastavljamo s povratno zanko glede na debelino vlakna.



Slika 4. Vlečenje vlakna iz surovca

3. MODIFICIRAN CVD POSTOPEK (MCVD)

MCVD postopek je najbolj razširjen način izdelave surovcev. Pri njem na notranjo stran nosilne cevi nanašamo plast za plastjo sintetično steklo. V notranjost cevi uvajamo pare reagentov v kisiku, ob njeni zunanji steni pa potuje gorilnik z vodik - kisikovim plamenom, ki jo pregreva na 1700 - 1900°C. Reagenti zreagirajo v vroči coni ob gorilniku v pregretem delu cevi. Submikronski delci, ki so nastali pa se usedajo na hladnejšo notranjo steno cevi niže od gorilnika. Delci se gibljejo in usedajo zaradi temperaturnega gradienta, ki je ob gorilniku. Ta način nanašanja se imenuje termoforeza.

Ko pripotuje gorilnik do nanosa se ob plamenu prašna plast, ki se je usedla na notranjo steno cevi, pretali in po ponovni ohladitvi nastane iz nje nekaj deset mikrometrov debela plast stekla. Ta postopek ponavljamo pri različnih temperaturah s spremenjenim razmerjem reagentov, odvisno od vrste vlakna, ki ga proizvajamo. Da dosežemo predpisano enakomernost plasti, je ves postopek voden računalniško.

Ko je nanoseno predpisano število plasti, povišamo temperaturo plamena in obenem znižamo nadtlak v cevi. Le-ta se zato zmešča in površinska napetost jo potegne navznoter. Iz cevi nastane steklena palica (surovec) s povišanim lomnim količnikom v jedru.

3.1 MEHANIZEM PROCESA

Oksidacija reagentov v steklaste delčke pri visokih temperaturah je srčika MCVD procesa. Del teh delcev se termoforetsko nanese na steno, ostanek pa odleti iz cevi zaradi konvekcije /3/. Steklasti delci, ki nastanejo iz reakcije kloridov v okside nekaj centimetrov pred gorilnikom so veliki nekaj nm in lebdiijo v nosilnem plinu. Pri prehodu vroče cone gorilnika se zaradi Brownovega gibanja zaletavajo in sprijemajo (koagulirajo) v čadaste kosme, ki dosejajo velikosti do 0.2 μm . Sprijemanje je odvisno od viskoznosti delcev, na katero vplivamo z dodajanjem fosforjevega (V) oksida /2/.

Tok plina se z oddaljenostjo od gorilnika ohlaja zaradi prenosa toplote na steno cevi. Večina nanosenih delcev se zaradi termoforeze usede na nosilno cev kakih 20 do 30 cm niže od trenutnega položaja gorilnika v približno 5 cm širokem pasu, dlje od tega pa je le še malenkostno usedanje delcev zaradi Brownovega gibanja /3/.

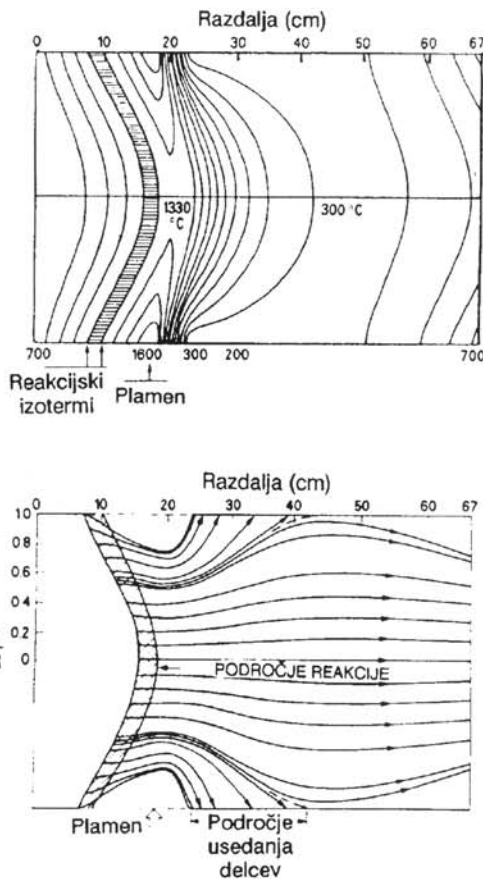
Termoforeza je pojav, pri katerem dobi v plinu lebdeč delec pospešek v smeri negativnega gradienta temperature. Do tega pride zato, ker imajo molekule plina, ki se zaletavajo v delec iz nasprotnih strani, različne povprečne hitrosti zaradi različne temperature /2/. Delec zato občuti silo, ki ga pospešuje v negativni smeri gradienta temperaturnega polja. Da je termoforeza učinkovita, mora biti velikost gradienta temperature nad 200 K/cm.

Hitrost, ki jo delci dobijo zaradi termoforeze, se da izračunati iz kinetične teorije plinov in je podana z enačbo /6/:

$$c = - \frac{3v\nabla T(r,z)}{4(1+\pi A/8)T(r,z)} \quad (1)$$

c je termoforetska hitrost delcev, v kinematska viskoznost, T temperatura v izbrani točki, A pa je akomodacijski koeficient. Negativni predznak nakazuje, da se delci gibljejo v smeri upadanja temperature.

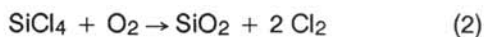
Ko pride gorilnik do nanešenih delcev, jih pregreje nad temperaturo zmečkaišča stekla. Iz delcev nastane steklasta masa, ki se po prehodu gorilnika ohladi in nastane plast stekla.



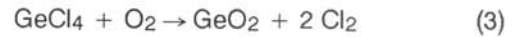
Slika 5. a) Slika temperaturnega polja, b) trajektorija delcev

3.2 KEMIZEM PROCESA

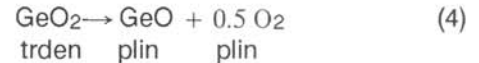
Pri izdelavi optičnih vlaken uporabljamo nosilno cev iz prečiščenega kremenovega (SiO₂) stekla: vsebnost OH ionov mora biti pod 250 ppm, primesi kovinskih oksidov pa morajo biti reda ppb. Sintetično kremenovo steklo dobimo pri oksidaciji silicijevega tetraklorida (SiCl₄), ki ga uvajamo v reakcijsko cev v obliki par v nosilnem kisiku:



Reakcija (2) je eksotermna in je nad 1300°C enosmerna. Sintetično SiO₂ steklo ima lomni količnik 1.458, kadar pa je dopiran z GeO₂, mu lomni količnik lahko dvignemo največ za 2.7%. Tudi GeO₂ pridobivamo iz ustreznega klorida:



Tu kinetika reakcije ni tako enostavna: izkoristek reakcije je največ 55% (temperatura je 1400°C /2/ in 1750°C /4/ - različni avtorji navajajo različne podatke). Potek reakcije je odvisen od prisotnosti POCl₃ /2/. Klor, ki nastaja zaradi reakcije (2), poriva ravnotežje reakcije (3) v obratno smer. Z zviševanjem temperature se izkoristek reakcije sicer dviga, vendar pa nad 1800°C začne GeO₂ razpadati /4/:

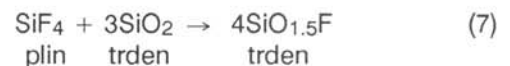


kar poleg omejitve vgradnje povzroča težave pri kasnejšem sesedanju cevi v palico. Kot je bilo že prej omenjeno, dodajamo poleg obeh oksidov še fosforjev (V) oksid za zniževanje viskoznosti steklastega prahu:



Manjša viskoznost ima dva dobra vpliva: omogoča izdatnejšo koagulacijo delcev in znižuje zmečkaišče steklaste zmesi. Slednje je važno zato, da reakcija (4) še ne steče. Fosforjev (V) oksid sicer zvišuje lomni količnik, vendar pa je dodajanje le-tega omejeno, ker dviga slabljenje v vlaknu pri valovnih dolžinah, ki so daljše od 1500 nm. Vlakno, ki vsebuje fosforjev (V) oksid se tudi hitreje stara.

Kadar želimo doseči znižanje lomnega količnika, vgrajujemo dopante z nižjo molsko maso (F,B). Navadno vgrajujemo fluor, ki ga uvajamo v obliki reagenta SF₆:



Reakcija (6) je jedkanje, reakcija (7) pa vgradnja fluora v SiO₂ mrežo /7/.

4 SKLEP

Optične komunikacije so v kratkem obdobju dvajsetih let prehodile pot od teoretične zamisli do zrele industrijske proizvodnje. Pri tem skokovitem razvoju je šlo za sinergijo več dejavnikov: razvitost obdelave podatkov je zahtevala sposobnejši medij prenosa letih, hkrati pa je taista industrija postavila temelje za razvoj optičnih vlaken s svojimi zahtevami po čistosti materialov in s sposobnostjo obdelave velike količine podatkov. Na področju vlaken iz kremenovega stekla ni več raziskav, pač pa se nadaljuje razvoj tehnologije: kako s čim manjšimi stroški, v čim krajšem času izdelati čim boljše vlakno.

Nadaljne raziskave optičnih vlaken potekajo v smeri iskanja materialov s še manjšim slabljenjem in razvoja

tehnologije predelave teh materialov. Največ problemov je pri iskanju tehnologij, ki bi omogočile ekonomsko proizvodnjo vlaken iz materialov, ki ne temeljijo na kremenovem steklu.

LITERATURA

- /1/ H.K. Pulker, Coatings on Glass, Elsevier 1984
 /2/ Tingye Li, editor, Optical Fiber Communications, Vol.1: Fiber Fabrication, Academic Press 1985

- /3/ K.S. Kim, S.E. Pratsinis, Modelling and Analysis of MCVD Preforms, Chem. Eng. Sci., Vol. 44, No. 11, 1989
 /4/ D.L. Wood et al., Germanium Chemistry in the MCVD Process for Optical Fiber Fabrication, J. of Lightwave Tech, Vol. LT5 No. 3, 1987
 /5/ Walker et al., Consolidation of Particulate Layers in the Fabrication of Optical Fiber Preforms, J. Am. Cer. Soc., Vol. 63, No. 1-2, 1983
 /6/ S.K. Friedlander, Smoke, Dust and Haze, Fundamentals of Aerosol Behavior, J. Wiley & Sons, N.Y. 1977
 /7/ A. Marshall & K.R. Hallam, Fluorine Doping and Etching Reactions of Freon 12 in Optical Fiber Manufacture, J. of Lightwave Technology, Vol. LT4 No7, July 1986

OBVESTILA

Štipendije Welchovega sklada za leto 1994

Komite Welch-evega sklada pri mednarodni organizaciji IUVSTA je razpisal več štipendij za mlade raziskovalce, ki se želijo izpopolnjevati na področju vakuumskih znanosti in tehnologij. Namenjene so tistim mladim, ki so končali študij na univerzi, pri čemer imajo prednost kandidati z že opravljenim doktoratom znanosti. Štipendija v višini 12500 ameriških dolarjev je enoletna, z začetkom izplačevanja 1. september 1993. Izplačuje se v treh obrokih: prvi obrok 6000\$ na začetku, drugi, 6000\$ po šestih mesecih in zadnji, 500\$ po predaji končnega poročila. Kandidat si lahko sam izbere laboratorij, kjer bo delal, zaželeno pa je, da je le-ta, zaradi mednarodnega značaja štipendije, v tujini.

Od kandidatov se zahteva, da tekoče govorijo jezik dežele, v kateri bi se želeli izpolnjevati, ali angleški jezik. Obrazec za prijavo dobite pri:

Dr.W.D.Westwood
 Advanced Technology Laboratory
 BRN
 Box 3511, Station C
 Ottawa, Canada K1Y4H7

Prijavo z ustreznimi prilogami pošljite na ta naslov najkasneje do 15. aprila 1993.

Vir: Bilten IUVSTA N^o 123, 1992

Deveta mednarodna konferenca o tankih plasteh, ICTF9

Dunaj, 6-10 sept. 1993, Avstrija

Program konference bo obsegal naslednje teme:

- osnovne raziskave rasti tankih plasti
- lastnosti tankih plasti
- modifikacija tankih plasti z uporabo ionskih curkov in plazme
- analiza površin tankih plasti
- procesi nanašanja
- magneto-optične tanke plasti, shranjevanje podatkov
- organske in polimerne tanke plasti
- sončne celice in materiali
- trde in zaščitne prevleke

- prekritja in večplastne strukture za rentgenske žarke, UV, vidno in IR svetlobo
- tankoplastni senzorji
- tanke plasti za mikroelektroniko

Predstavljena dela ne bodo objavljena. Vse, ki bi želeli sodelovati, organizatorji konference prosijo, da pošljejo povzetke najpozneje do 1 marca 1993 na naslov:

ICTF9
 INTERCONVENTION
 Austria Center Vienna
 A-1450 Vienna
 Austria
 tel.: +43/1/23 69 26 46
 fax: +43/1/23 69 648

V kongresnem centru bo organizirana tudi mednarodna razstava vakuumskih naprav za pripravo in analize tankih plasti.

Vir: Obvestilo organizatorjev konference

Deveti mednarodni kolokvij o plazemskih procesih, CIP 93

Antibes, 6-11 junij, 1993, Francija

Na kolokvij, ki ga organizira francosko vakuumsko društvo, bodo obravnavane naslednje teme:

- plazma
- tehnologije plazemskega nanašanja
- plazemsko jedkanje in nanolitografija
- uporaba plazme
- metalurške prevleke
- polimeri
- mikro in nano-inženirstvo

Predstavljeni prispevki bodo objavljeni v posebnem zborniku. Vsi, ki želite sodelovati na tem kolokvij, morate poslati povzetek dela najpozneje do 20 januarja 1993 na naslov:

Societe Francaise du Vide
 19, rue du Renard - 75004 PARIS, France
 tel.: 33 (1) 42 78 15 82
 fax: 33 (1) 42 78 63 20

V kongresnem centru bo organizirana tudi mednarodna rastava naprav za: plazemsko jedkanje, karakterizacijo plazme, nanašanje tankih plasti itd.

Vir: Obvestilo organizatorjev kolokvija