

КРАТКОЕ СООБЩЕНИЕ

ВЛИЯНИЕ ТОЛЩИНЫ СЛОЕВ В МЕТОДЕ MCVD
НА СОСТАВ ФТОРСИЛИКАТНОГО СТЕКЛА© 2021 г. А. Ю. Кулеш¹, *, М. А. Ероньян¹¹АО «Концерн «Центральный научно-исследовательский институт «Электроприбор»,
Малая Посадская, 30, Санкт-Петербург, 197046 Россия

*e-mail: parkur89@ya.ru

Поступила в редакцию 18.03.2021 г.

После доработки 31.05.2021 г.

Принята к публикации 07.06.2021 г.

Исследуется влияние толщины осаждаемых пористых слоев из наноразмерных частиц диоксида кремния в MCVD методе на эффективность их легирования фтором. Его содержание определяли в заготовках по изменению показателя преломления стекла. Результаты исследований показали, что содержание фтора определяется скоростью перемещения горелки, то есть длительностью процесса фторирования пористого слоя из частиц SiO₂, а не его толщиной.

Ключевые слова: парофазное осаждение, кварцевое стекло, фтор, легирование фтором, заготовки, показатель преломления

DOI: 10.31857/S0132665121050097

Физико-химические процессы в модифицированном методе химического парофазного осаждения (MCVD) при изготовлении световодов из кварцевого стекла, легированного фтором, исследуются более 40 лет. Механизм влияния толщины осаждаемого кварцевого стекла, легированного фтором на его состав окончательно не установлен. Результаты двух работ [1, 2] показали увеличение содержания фтора с толщиной осаждаемого монослоя стекла. Такой факт авторы, ссылаясь на работу [3], объясняют снижением улетучивания фтора при увеличении толщины осаждаемого пористого слоя.

В работе [1] при двухстадийном методе MCVD фтор удаляется на первой стадии, когда предыдущий фторсиликатный остеклованный слой нагревается при высокой температуре в атмосфере чистого кислорода, содержащего пары SiCl₄. Поэтому увеличение толщины остеклованного слоя снижает долю обедненного слоя фтором стекла.

В [2] при одностадийном методе MCVD толщина осаждаемого слоя увеличивается одновременно с уменьшением скорости перемещения горелки. В этом случае содержание в стекле фтора определяется, скорее, длительностью процесса его диффузии в наноразмерные частицы SiO₂ [4], а не толщиной пористого слоя. Тем не менее, факт существенного изменения показателя преломления (ПП) фторсиликатного стекла с изменением скорости перемещения горелки в одностадийном MCVD методе [2] не вызывает сомнений и диктует необходимость проведения более детальных исследований в этом направлении для повышения эффективности процесса легирования кварцевого стекла фтором.

В работе рассматривается влияние двух факторов на изменение ПП (Δn) при легировании кварцевого стекла фтором в одностадийном MCVD методе: толщины осаждаемого монослоя и длительности его фторирования.

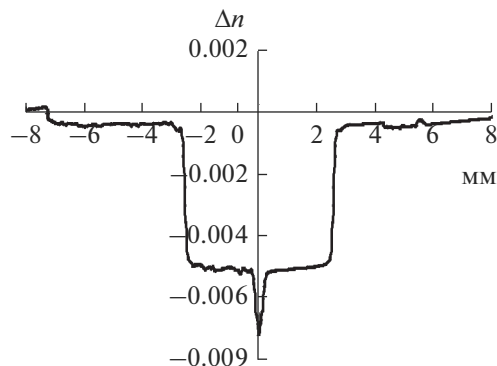


Рис. 1. Радиальный профиль показателя преломления в заготовке 1.

Работу проводили с использованием автоматизированного комплекса OFC-12-729 фирмы “Nextrom”, оснащенного механической системой вращения трубки и ее нагревания перемещающейся газовой горелкой, и системой формирования реакционной парогазовой смеси. С использованием кварцевых труб из кварцевого стекла марки F 300 с наружным диаметром 25 и толщиной стенки 3 мм изготовлены две заготовки со слоями из фторсиликатного стекла. В MCV D процессе их осаждения использовали парогазовую смесь SiCl_4 и SiF_4 с кислородом. Во всех режимах осаждения слоев расход парогазовой смеси и парциальное давление SiF_4 были постоянными, равными 1 л/мин и 0.05 атм. соответственно.

Первую заготовку изготавливали, изменяя толщину осаждаемого монослоя при неизменной скорости горелки, то есть при одинаковой длительности фторирования пористого слоя. Эксперименты проводили в 4 этапа при двукратном снижении расхода паров SiCl_4 (140, 70, 35 и 18 мл/мин) с соответствующим увеличением количества проходов (2, 4, 8, 16). Скорость перемещения горелки и температура нагревания трубки были постоянными, равными соответственно 140 мм/мин и 1900°C. Стабильность регулирования и контроля этих параметров была на уровне 0.5%. Высокотемпературное сжатие трубки с осажденными слоями производили при продувке ее внутреннего канала кислородом, содержащим 5 об. % SiF_4 , и температуре 2250°C за три прохода горелки с последующим коллапсированием при 2300°C.

При осаждении фторсиликатных слоев при изготовлении второй заготовки, уменьшая скорость горелки и расход паров SiCl_4 , увеличивали длительность процесса фторирования пористого слоя постоянной толщины. Эксперименты проводили в 5 этапов при скорости горелки: 180, 120, 80, 53 и 35 мм/мин. с соответствующим расходом паров SiCl_4 : 180, 120, 80, 53 и 35 мл/мин. Трубку в процессе осаждения нагревали до температуры, равной 1900°C. Высокотемпературное сжатие трубки производили по режимам первой заготовки.

Радиальный профиль показателя преломления заготовки 1, измеренный на рефрактометре P-101C точностью 0.0002, свидетельствует о том, что толщина осаждаемого монослоя при постоянной скорости перемещения горелки не влияет на содержание в стекле фтора (рис. 1). Заниженный ПП в центральной части профиля свидетельствует о повышении содержания фтора в кварцевом стекле в процессе высокотемпературного сжатия заготовки.

Измерения ПП слоев второй заготовки показали, что снижение скорости перемещения горелки, увеличивая длительность фторирования одинаковых по толщине по-

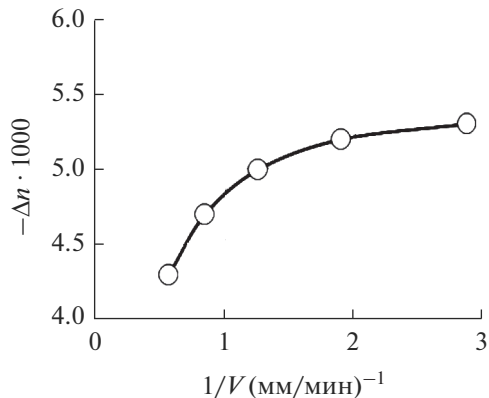


Рис. 2. Влияние скорости перемещения горелки (V) на изменение ПП при легировании слоев стекла фтором.

ристых слоев, привело к повышению содержания фтора в стекле (рис. 2). С уменьшением скорости горелки до 35 мм/мин состав стекла стабилизируется, что определяется конкуренцией двух процессов: диффузией фтора в частицы и спеканием пористого слоя [4].

Таким образом, экспериментальные исследования MCVD процесса легирования фтором кварцевого стекла показали, что толщина пористого слоя не влияет на его состав.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гурьянов А.Н., Салганский М.Ю., Хопин В.Ф., Косолапов А.Ф., Семенов С.Л. Высокоапертурные световоды на основе кварцевого стекла, легированного фтором // Неорган. матер. 2009. Т. 45. № 7. С. 887–891.
2. Долгов И.И., Иванов Г.А., Чаморовский Ю.К., Яковлев М.Я. Радиационно-стойкие одномодовые оптические волокна с кварцевой сердцевиной // Фотон-экспресс. 2005. Т. 46. № 6. С. 4–10.
3. Kirchhof J., Unger S., Knappe B., Kleinert P., Funre A. About the Fluorine Chemistry in MCVD: The Mechanism of Fluorine Incorporation into SiO_2 Layers // Cryst. Res. Technol. 1987. V. 22. № 4. P. 495–501.
4. Ероньян М.А. Исследование физико-химических процессов легирования кварцевого стекла фтором // Физ. и хим. стекла. 2013. Т. 39. № 3. С. 413–420.