

ニューガラスの熔融技術と材料の進歩

プラズマ熔融技術

— プラズマ法による光ファイバ母材の作製を中心として —

(株)フジクラ 光エレクトロニクス研究所

光機能製品開発部長 真田 和夫

Fabrication of optical fiber by PCVD (Plasma activated Chemical Vapor Deposition) Method

Kazuo SANADA

Fujikura Ltd.

Abstract

The application of Plasma activated CVD to preform fabrication for optical fiber is briefly reviewed. There are many kinds of plasma methods to get fiber preform. Among them, low pressure PCVD methods such as plasma impulse CVD, surface plasma CVD are mainly explained in terms of behavior of GeO_2 , fluorine dopants and refractive index profiles which determines optical properties of fibers. This paper is also reviewed preform fabrication method by ordinary pressure PCVD method using several MHz generator.

1. はじめに

プラズマ法はDC（直流）とRF（高周波）に大きく分かれる。DCプラズマはRFに比較し非常に効率的ではあるが、電極からのコンタミネーションがある。RFプラズマには常圧と低圧のプラズマがある。常圧プラズマは開放系で用いられ低圧プラズマは閉管系で使用される。現在プラズマ法は各分野で広く使われているが、ここではRFプラズマ法による光ファイバ母材の作製法について述べる。

2. 高周波プラズマ法

常圧プラズマ法は日本およびヨーロッパに於

いて成長、発展した。常圧プラズマは通常数MHz、100kWの高周波により行われ、無水の合成石英ロッドおよびフッ素ドープクラッドの作製法として広く知られている。一方低圧プラズマはヨーロッパに於いて開発され、発展した。光通信用母材の作製を目的とし、GI形（グレーデッドインデックス）、SI形（ステップインデックス）、DSF（分散シフトファイバ）等各種光ファイバの開発を行い、特性的にはVAD（Vapor phase Axial Deposition）法、外付け法、MCVD（Modified Chemical Vapor Deposition）法にかなり近づきつつある。

2-1 常圧プラズマ法

無水の合成石英ガラスがスート法で得られ

〒285 千葉県佐倉市六崎1440
TEL 0434-84-3943

なかった時代にはこの方法が唯一の作製法であった。製法の概略をFig. 1に示す。図中1 aはRFにて発生したArプラズマ中に原料ガスの SiCl_4 と反応ガスの O_2 を導き、熱酸化反応により生成したガラス微粒子を直接軸方向に透明ガラス化しつつ成長させる方法である。このプラズマトーチの替わりに酸水素トーチを使用すれば、OH基の多い(約800ppm)有水石英ロッドが出来る。図中1 bは無水、有水に関わらず屈折率の低い純粋石英をコアとした場合のプリフォームロッドの作製法である。十分な屈折率が必要なSI形、GI形ファイバの作製はプラズマ法以外作ることが出来ない。つまり、MCVD法、VAD法の場合に比べて、プラズマ法は高濃度フッ素ドーパが出来、コア、クラッド間の比屈折率差を大きくとれる。図中1 bにおいて帯域特性の良い母材を得るためにフッ素のドーパ量を半径方向に徐々に変化させ作製したものの屈折率分布をFig. 2に示す¹⁾。これから中央部分はフラットであるが、セミグレーデ

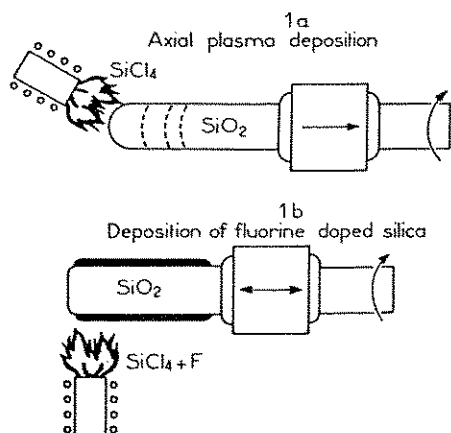


Fig. 1 AXIAL AND LATERAL PLASMA DEPOSITION

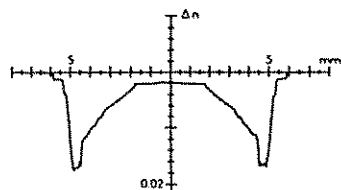


Fig. 2 Refractive Index Profile of fluorine doped fiber

ットの形状をしていることが分かる。ちなみにこの母材より作製したファイバの帯域は300MHz・kmであった。このようなファイバは、耐紫外線用、耐放射線用、耐高エネルギーレーザー用に現在使用されている。

2-2 低圧プラズマ

2-2-1 PCVD法

この方法は1975年にフィリップス社により開発された方法でありFig. 3に基本的な構成図を示す²⁾。ガス系はMCVD法と同じであるが、反応管の石英パイプ内の圧力を10torr。前後に保ったためロータリーポンプにより排気される。この反応管とプリフォームのジャケット管を兼ねる石英パイプは常時加熱炉により約1000℃に保持される。これはパイプ内に生成したガラス膜のクラックを防ぐためである。マイクロウェーブキャビティは石英管内にプラズマを発生させながら毎秒3mの高速で移動する。プラズマの周波数は2.45GHzであり、この方法の特徴は反応率が非常に高く、かつスートを経由せずに直接ガラス管内面に透明なガラス膜を生成することである。開発初期の頃は反応効率が100%であり、気相濃度と固相濃度は同一であるとの報告であったが、その後開発が進むにつれていろいろなことが分かってきた。Fig. 4には SiO_2 - GeO_2 系プリフォームの作製に於いて、加熱炉温度のみを変化させ、その他の製造パラメーターを固定させた時のプリフォーム断面の干渉顕微鏡写真を示す³⁾。これから、加熱炉温

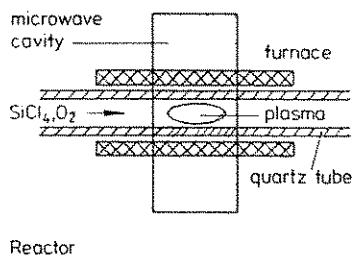


Fig. 3 Schematic view of the plasma reactor

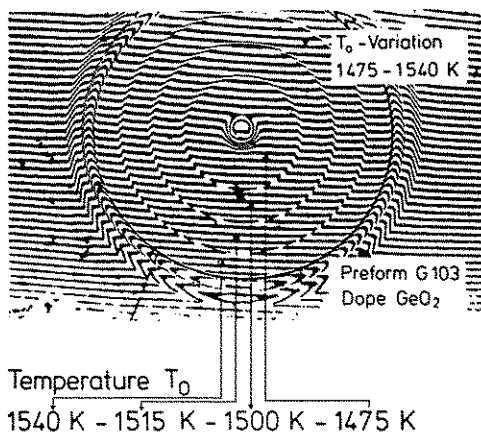


Fig. 4 Index profile of a preform core

度が低くなるに従い、 GeO_2 の固相濃度が高くなっていくのが分かる。 GeCl_4 の気相濃度が $10 \text{ mol } \%$ の時における加熱炉温度、プラズマパワー、キャビティー速度、反応管圧力に対する GeO_2 の固相濃度依存性を Fig. 5 に示す。これから、加熱炉温度とプラズマパワーの影響が大きいことが分かる。Fig. 6 には気相

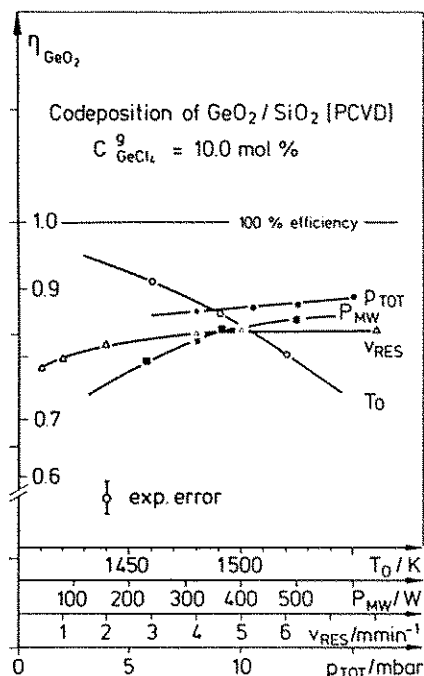


Fig. 5 Deposition of GeO_2 doped SiO_2 by means of PCVD method

濃度、プラズマパワー、反応管圧力を一定としたときの GeO_2 固相濃度の温度、キャビティー速度依存性およびプリフォームの入り口、出口依存性を示す。これからプリフォーム入り口部は出口部よりも常に GeO_2 の固相濃度が低いことが分かる。この傾向は MCVD 法に於いても見られる。また、フッ素が容易にドーパされる特徴を生かしてクラッド部の屈折率を 2% 近く下げることによる低損失高 NA ファイバおよびディスプレイストクラッド SM ファイバの作製を行っている¹⁾。屈折率プロファイルの様子を Fig. 7、Fig. 8 に示す。Fig. 9 にはディスプレイストクラッド SM ファイバに於いてコア部に少量の GeO_2 を入れた場合と入れない場合の損失波長特性を示す。これから、コア部に GeO_2 を入れたファイバは OH 基による損失はまだ高いが、かなり低損失化されていることが分かる。最近では、精密屈折率分布形成の利点を生かした分散フラットファイバの試みもなされている。

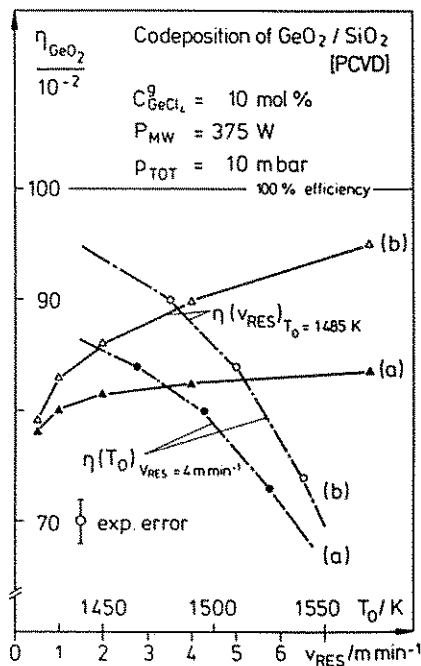


Fig. 6 Deposition of GeO_2 doped SiO_2 by means of PCVD method

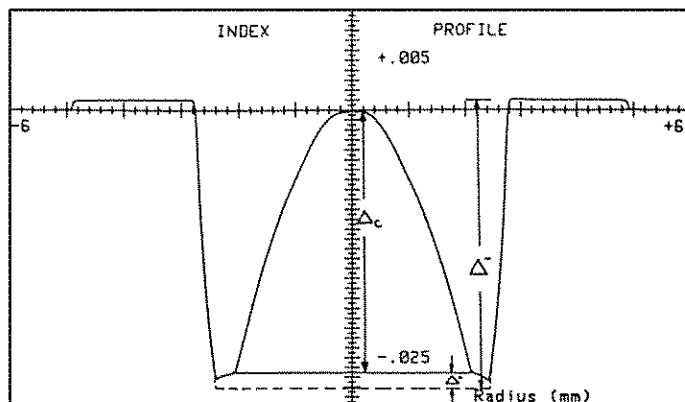


Fig. 7 Purely F-doped high N.A. -GI-profile with GeO_2 used as codopant
 $\Delta_c = 1.80\%$; $\Delta^- = 2.00\%$; $\Delta^+ = 2.00\%$

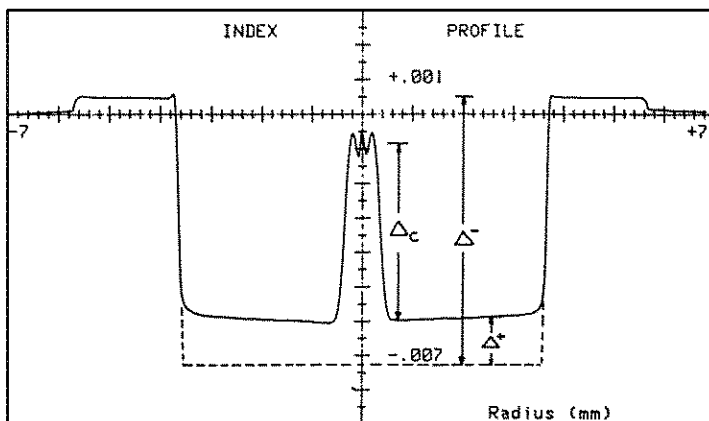


Fig. 8 "deeply depressed cladding" SM-profile using small amounts of GeO_2 as codopant $\Delta_c = 0.35\%$; $\Delta^- = 0.53\%$; $\Delta^+ = 0.09\%$

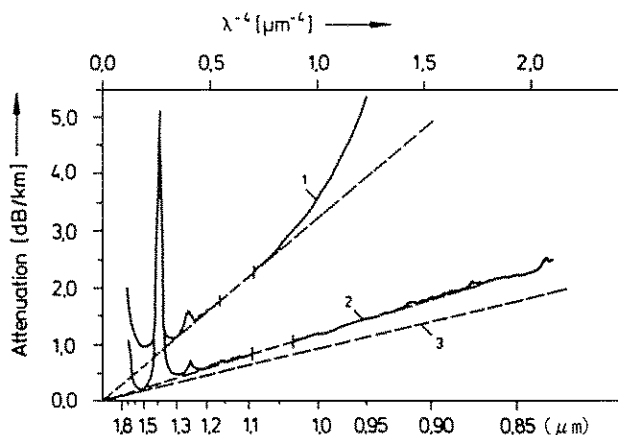


Fig. 9 Loss spectra of "deeply depressed cladding" SM-fibres prepared without (curve 1) and with (curve 2) small amounts of GeO_2 as codopant (curve 3 indicates the lowest Rayleigh scattering coefficient achieved so far) .

2-2-2 プラズマインパルス法 (PICVD)

上記方法は1985年にショット社が開発した方法であり、その概略Fig. 10に示す⁵⁾。フィリップス社との類似点は低圧で反応を行うこと、使用周波数が2.45GHzであること、およびデポジション中つねに石英ガラス管を高温に保持することなどである。異なる点としては、反応時に機械的に動かす部分がないことおよび反応が連続的ではなく1層毎に行われるなどの特徴がある。この様子をFig. 11に示す。

図中の(a)は石英ガラス管内への SiCl_4 、 GeCl_4 、 O_2 ガスなどの反応ガスの導入、(b)はマイクロウェーブのインパルスの発生、(c)では石英ガラス管に沿ったマイクロウェーブの

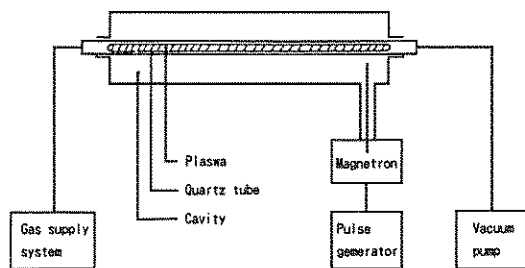


Fig. 10 Experimental set up of the PICVD process

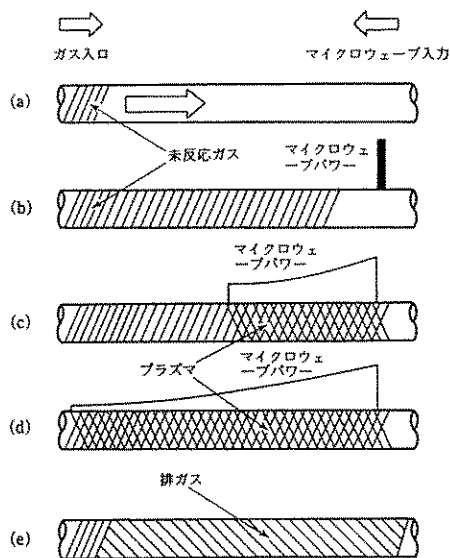


Fig. 11 Reaction Processes on the PICVD method

移動、(d)は反応の終了、最後の(e)は反応で生じた C_1 。ガスなどの排ガスの排気である。このような方法で1層ずつ積層する。50/125のGI形ファイバの場合、この作業を100万回繰り返して作製する。これはフィリップス法における回数のほぼ1000倍であり、複雑かつ精密なプロファイルが要求されるファイバに適用される可能性がある。

2-2-3 Surface PCVD法

これはPICVD法をもとに改良されたものであり、フランスのCNETを中心に開発されたものである。SPCVD法の概略図をFig. 12に示す⁶⁾。ガス系、減圧系、プラズマの周波数等はPICVD法と同様である。異なる点はSURFAGUIDEカプラにより発生した表面波を移動させることによりプラズマを発生させることである。マイクロウェーブのパワーは100Hz程の低周波で調整を行っている。最近では、大型プリフォームの作製を行うため出発石英管に非常に肉厚なパイプを用い検討を行っている⁷⁾。その様子をFig. 13に示す。この装置によりデポジション速度、0.7gr/min、コラップスも含めた全工程の所用時間、約9時間で50kmのSM用母材を作製している。

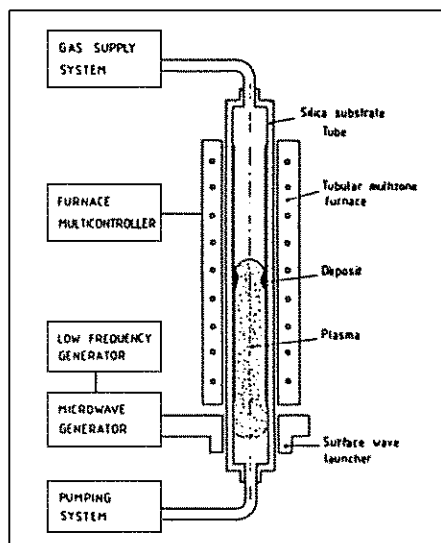


Fig. 12 Schematic view of the SPCVD process

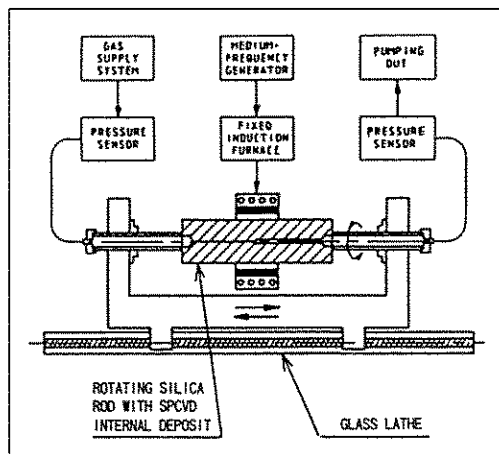


Fig.13 Schematic of the furnace collapsing set-up.

3. まとめ

以上プラズマ法による光ファイバの作製について述べた。常圧プラズマ法は耐紫外線、耐放射線用のコア材およびフッ素ドープレッドによる母材作製等主にエネルギー伝送用の素材を提供しており、今後も医療、UV樹脂硬化、原子力、分析関係等における需要の増加が見込まれる。低压プラズマは光通信用ファイバ母材の作製法としてヨーロッパで生まれ、育ったが、世界の各所で同様な方法による試みがなく、そ

のため他の製法（MCVD法、VAD法、外付け法）に比較し開発が遅れている。しかしながら、ドーピングに関しては、フッ素ドープをはじめ有利な点も多く今後のニーズによっては大きく発展する可能性もある。

参考文献

- 1) P. Aldebert, M. Faure, V. Neuman, P. Ripoche, B. Wurrier Conf. Proc. 10th ECOC, p300 (1984).
- 2) J. Koenig, D. Kuppers, H. Lydtion, H. Wilson, Proc. 5th Int. Conf. CVD, p270 (1975).
- 3) P. Bachman, P. Geittner, H. Wilson, 8th ECOC Cannes 1982.
- 4) P. bachman, P. Geiter, D. Leers, M. Leenaartz, H. Wilson, Electron Lett., Vol 20, No1, p35 (1984).
- 5) D. Krause, V. Paquet and W. Siefert, Conf. Proc. 11th ECOC, pp7-10, 1985.
- 6) D. Pavy, M. Moisan, S. Saada, P. Chollet, P. Leprince, J. Marrec, Conf. Proc. 12th ECOC, Barcelona, (1986), pp19-22
- 7) D. Pavy, M. Moisan, I. Hardy, P. Grosso, M. Nolf, Conf. Proc. 17th ECOC (1991).