

Výroba optických vláken

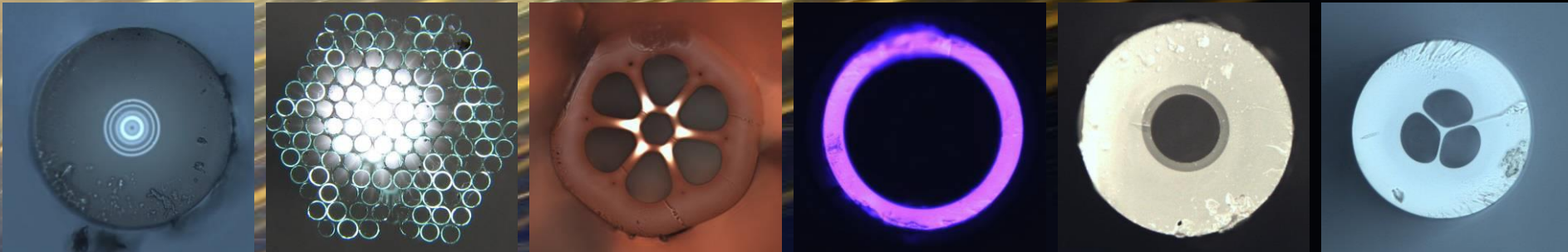
Michal Kamrádek

Vláknové lasery a nelineární optika

Ústav fotoniky a elektroniky AV ČR

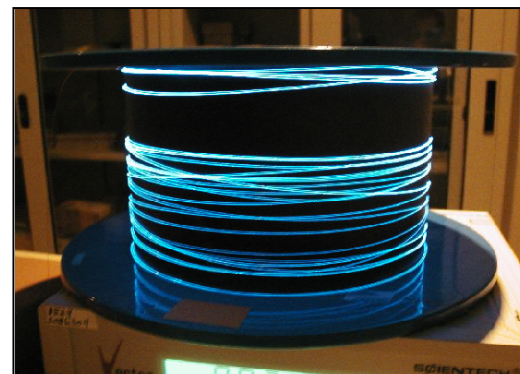
<http://www.ufe.cz/cs/tym/vlaknove-lasery-nelinearni-optika>

kamradek@ufe.cz



Příprava optických vláken

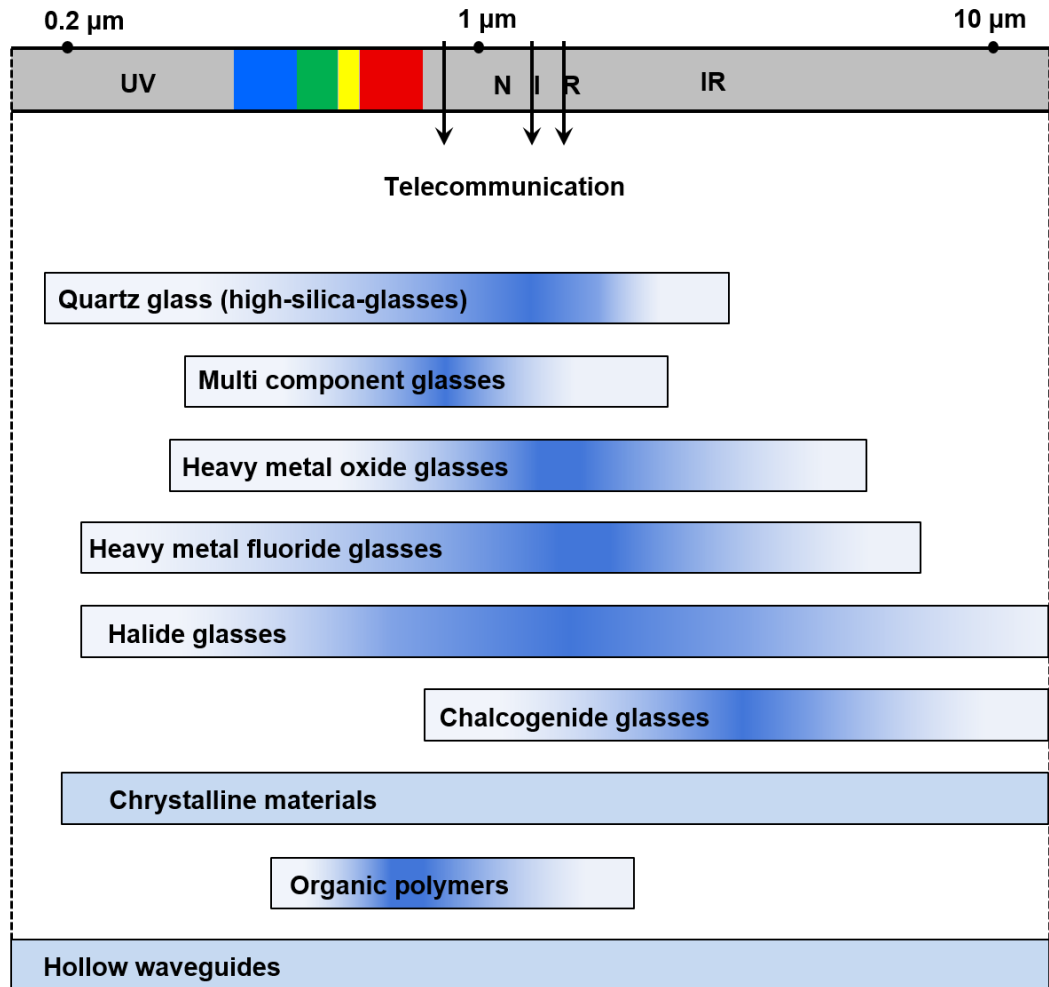
- vysoké nároky na čistotu produktu
 - **vysoce čisté výchozí látky**
- nečistoty akceptovatelné v řádu jednotek ppb
 - **klasické sklářské technologie jsou nevyhovující**
- materiál musí být vhodný k výrobě optického vlákna
 - materiál je nepoužitelný, pokud z něj nelze vyrobit vlákno
- vlastnosti materiálu jsou zčásti dány výrobní technologií



Materiály pro optická vlákna

křemenné sklo

- ✓ vysoká čistota, teplotní vlastnosti, mísitelnost s mnoha prvky
- ✓ nízké ztráty, vysoká mechanická odolnost
- × nízká propustnost v IR, omezená rozpustnost aktivních dopantů
- vysoké nároky na geometrickou přesnost



Příprava optických vláken

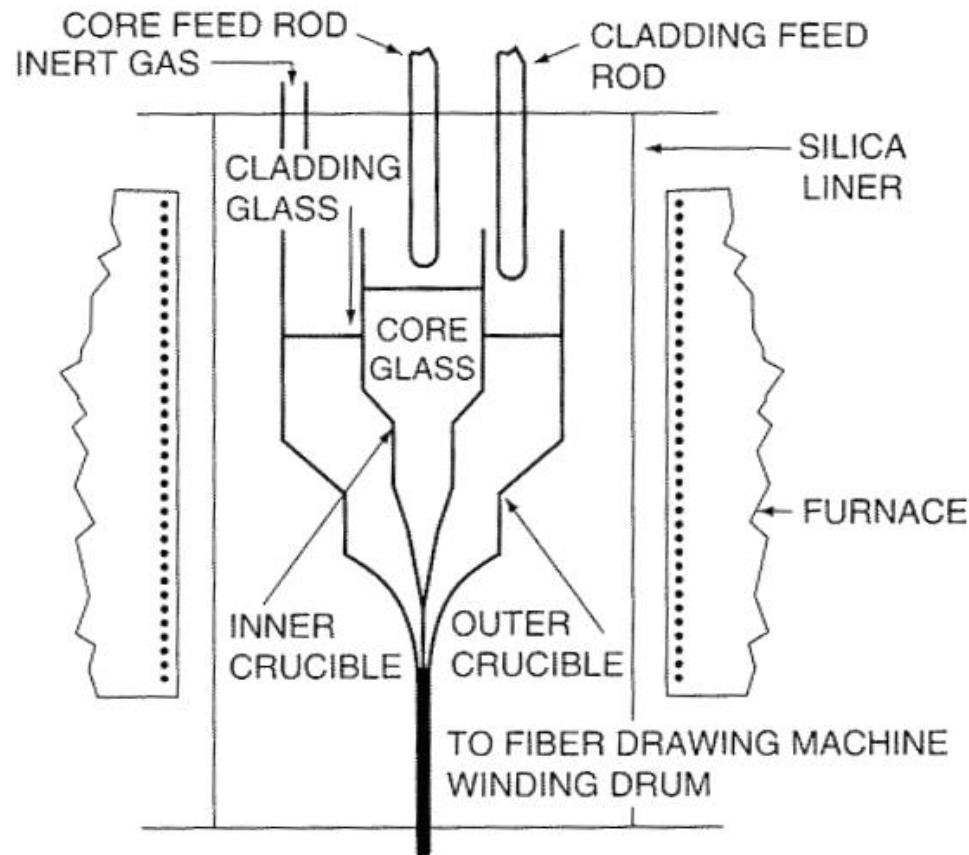
1. Metody přímého tažení

- metoda dvojitého kelímku (*double-crucible method*)

2. Metody tažení z preformy

- klasická tavná technologie
- metody depozice z plynné fáze (MCVD, OVD, VAD, PCVD)
- přímá depozice nanočástic (Direct Nanoparticle Doping)
- příprava jádra metodou sol-gel
- REPUSIL (Reactive Powder Sintering of Silica)

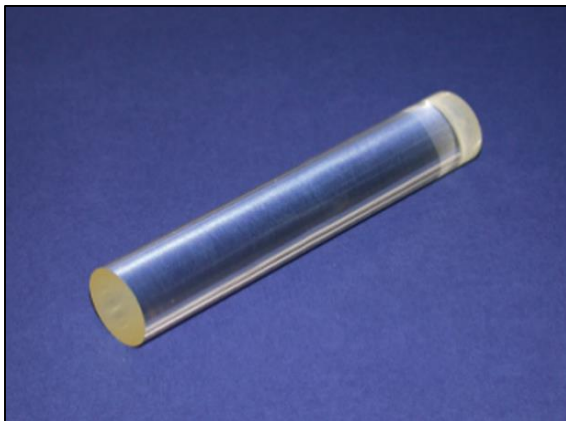
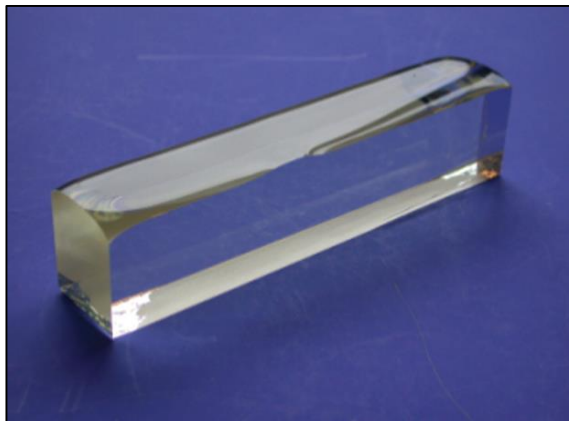
Metoda dvojitého kelímku



- jednoduchá adaptabilní metoda, ale vysoké optické ztráty
- problémy s čistotou materiálu, kontaminace skla z kelímků
- omezené možnosti řízení profilu indexu lomu

Klasická tavná technologie

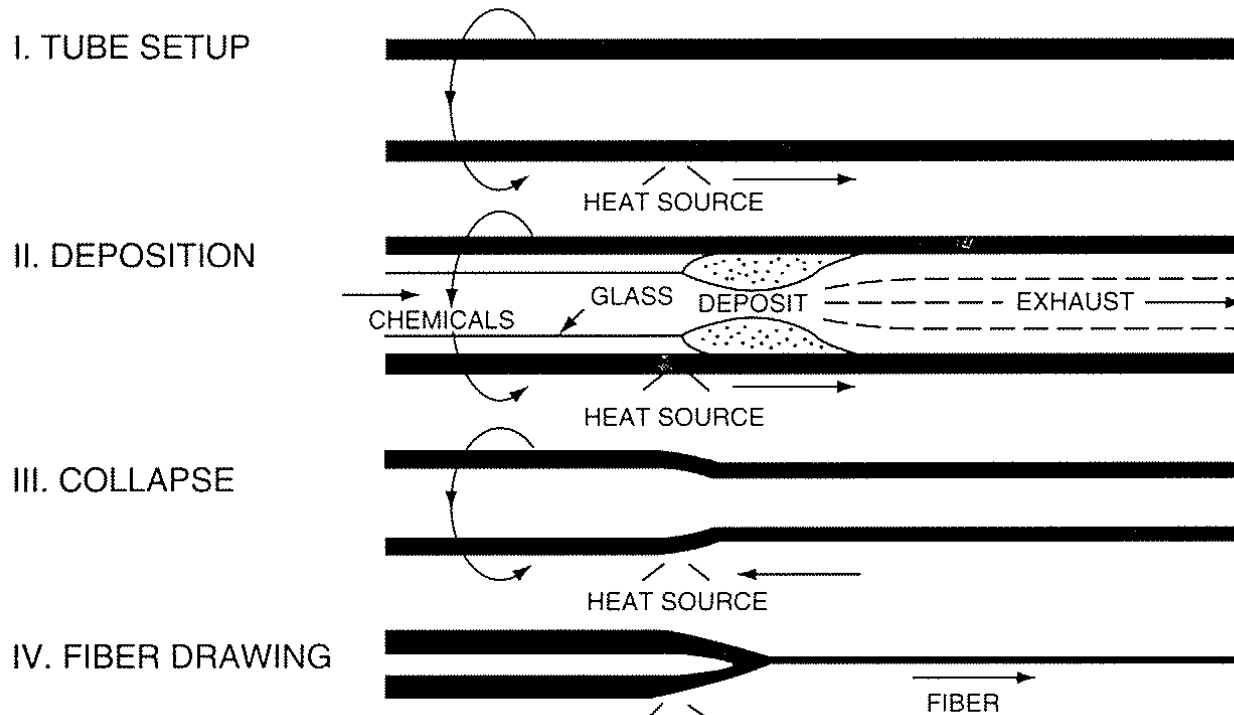
- jednoduchá metoda vhodná pro všechny typy skel, snadné tvarování
- vysoký obsah dopantů, výborná homogenita
- snadno lze připravit velké množství skla
- zejména vhodná jsou skla na bázi $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$ – SAL, která lze dobře kombinovat s čistým křemenným sklem
- velkou nevýhodou je vysoký útlum vláken



Metody depozice z plynné fáze

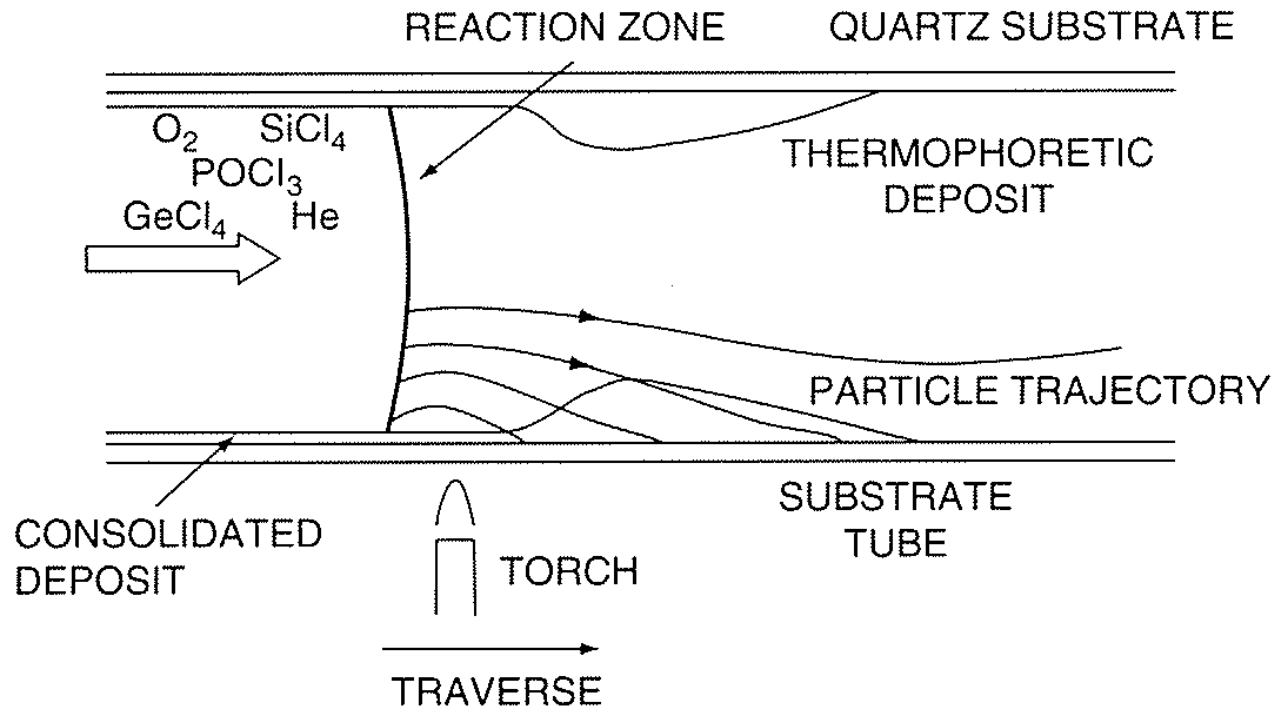
1. MCVD – Modified Chemical Vapor Deposition
 2. PCVD – Plasma Chemical Vapor Deposition
 3. OVD – Outside Vapor Deposition
 4. VAD – Vertical Axial Deposition
- depozice po jednotlivých vrstvách → projeví se ve struktuře
 - nízký základní útlum

Modified Chemical Vapor Deposition



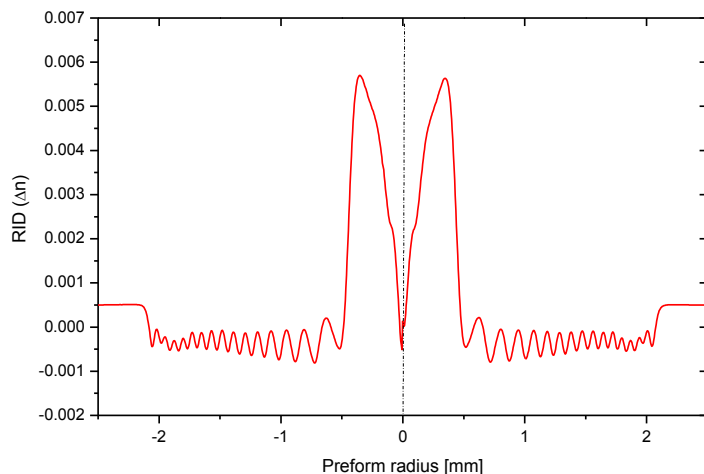
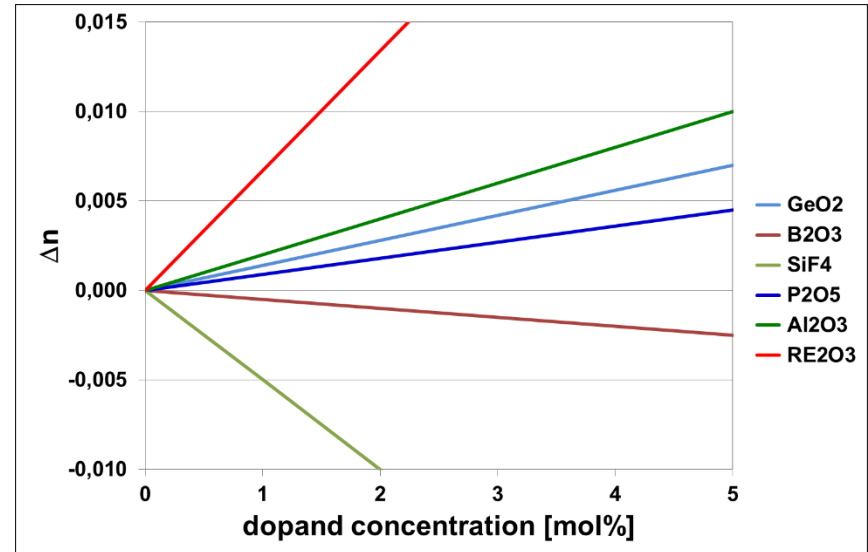
- depozice vrstev z plynné fáze na **vnitřní povrch** depoziční trubky
- vrstvy 5–100 μm
- vysoce čisté reaktanty – SiCl_4 , GeCl_4 , POCl_3 , BBr_3 , SF_6 , O_2 ...

Modified Chemical Vapor Deposition



- homogenní reakce v plynné fázi → vznik částic oxidů (0,02-0,1 μm)
- depozice částic vlivem termoforézy a následné protavení vrstvy
- typická depozice 30-100 vrstev s jejich proměnlivým složením

Modified Chemical Vapor Deposition



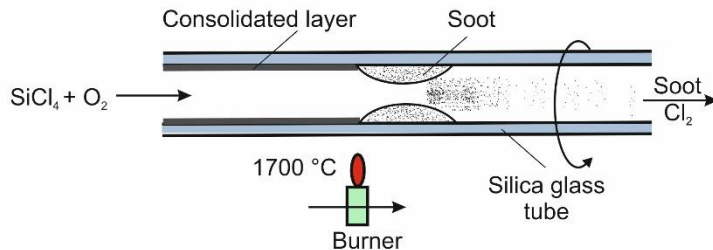
Příspěvky dopantů k indexu lomu ($\times 10^{-4}$ r.i.u.)

$$\Delta n = + 14 \times (\text{GeO}_2) - 5 \times (\text{B}_2\text{O}_3) + 9 \times (\text{P}_2\text{O}_5) - 50 \times (\text{SiF}_4) + 20 \times (\text{Al}_2\text{O}_3) + 40 \times (\text{TiO}_2) + 67 \times (\text{RE}_2\text{O}_3)$$

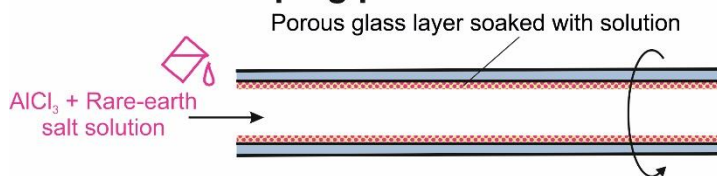
centrální dip je způsoben odpařováním dopantů

MCVD – solution doping

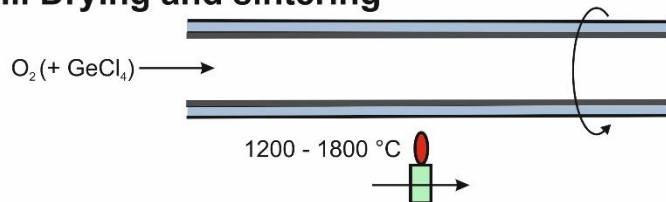
I. Porous core layer deposition



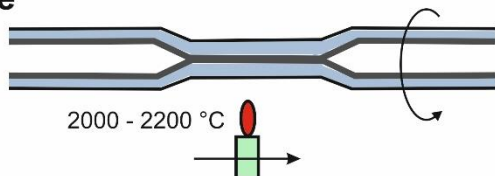
II. Solution doping process



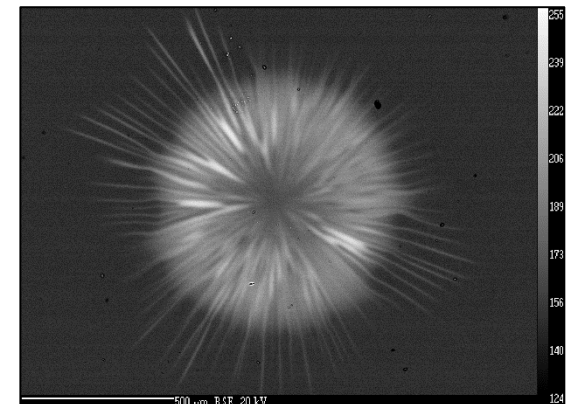
III. Drying and sintering



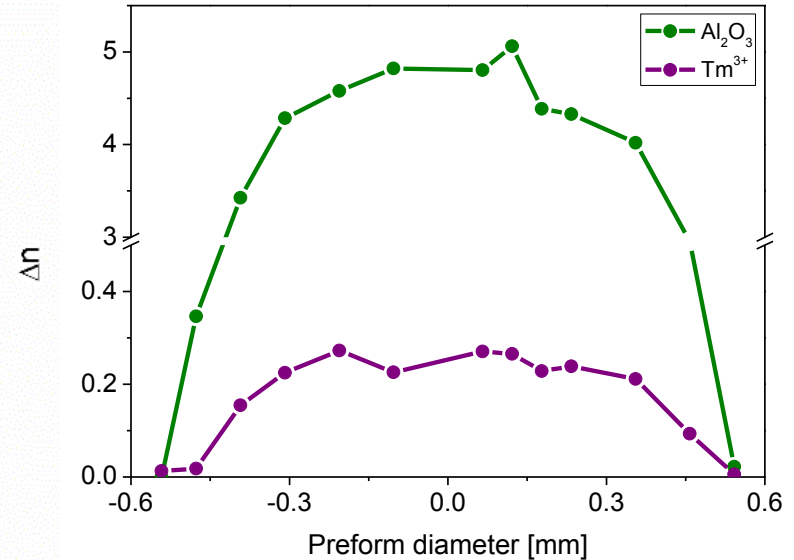
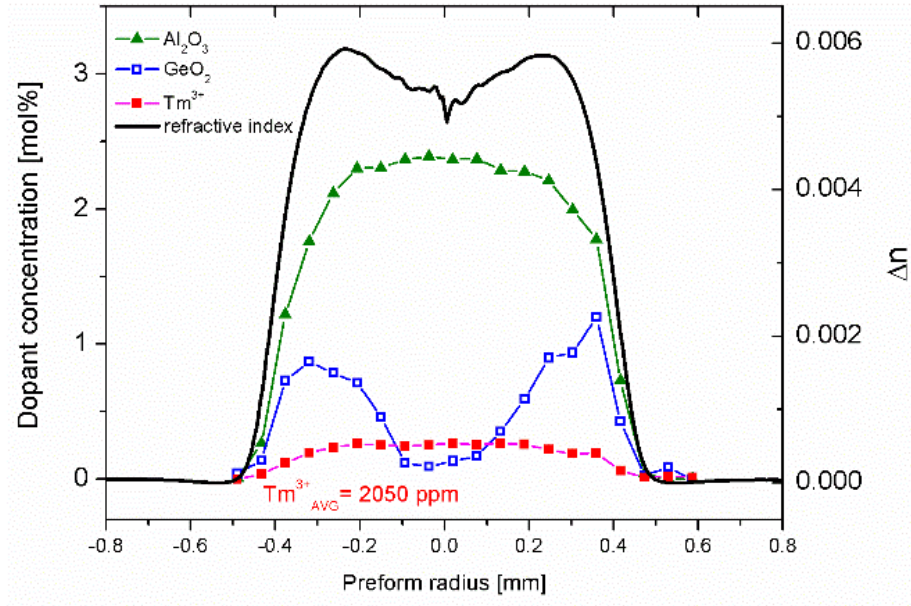
IV. Collapse



- speciální vlákna je třeba dopovat aktivními prvky – Yb, Er, Tm, Ho (+ kodopovat Al)
- těkavé prekurzory těchto dopantů neexistují → dopování z roztoku
- porézní vrstva se před protavením dopuje roztoky chloridů či dusičnanů v absolutním ethanolu
- problémy se zanášením vody → nutnost sušit chlorem



Charakterizace preforem

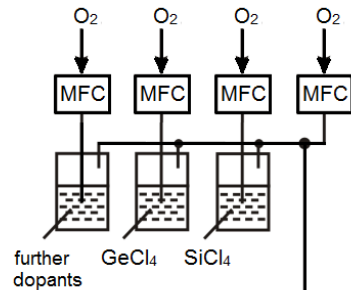


1. profil indexu lomu – zejména podélná homogenita
2. elektronová mikrosonda – koncentrační profil dopantů

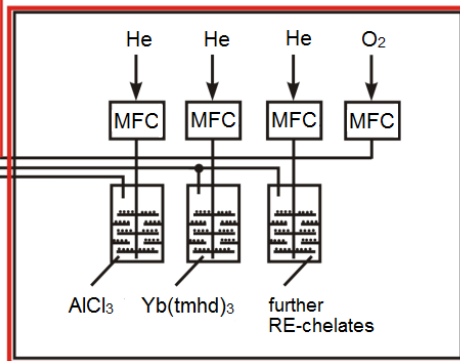
MCVD – dopování z chelátů

cholate delivery systém, gas phase doping

Precursor

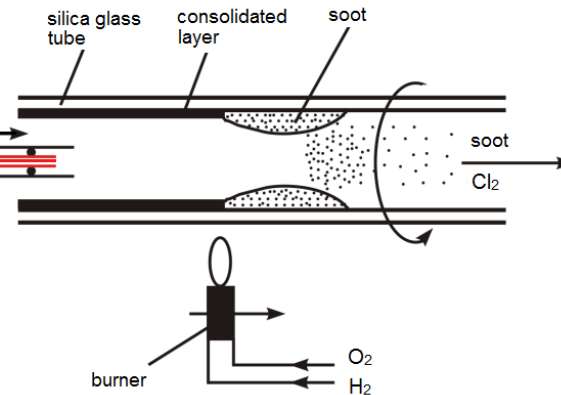


heated lines

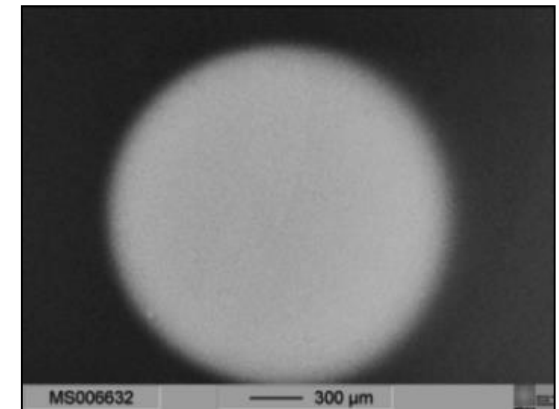
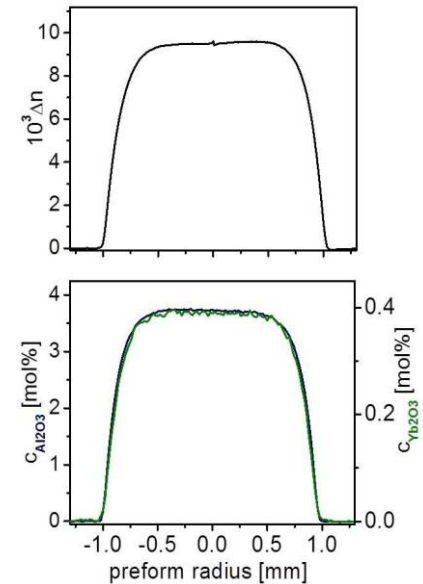
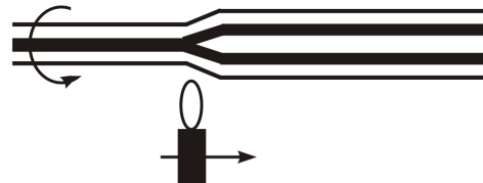


heated cabinet

Deposition



Collapsing

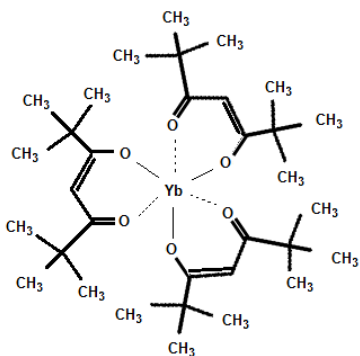


MCVD – dopování z chelátů

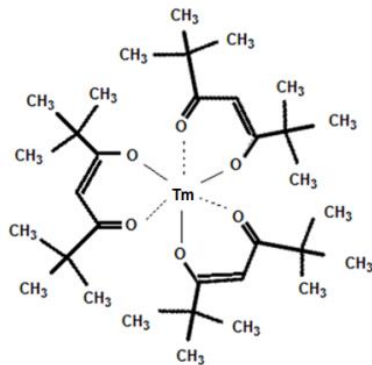
chelate delivery systém, gas phase doping



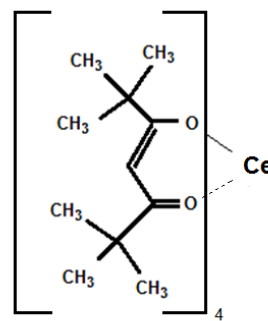
T_{Sub}: 167–169 °C



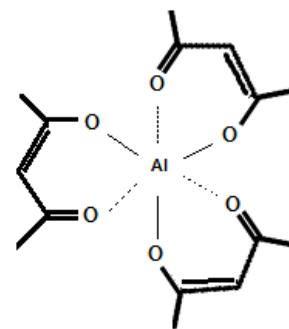
T_{Sub}: 169–172 °C



T_{Sub}: 275–280 °C



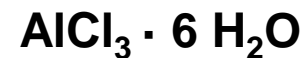
T_{Sub}: 190–193 °C



RE-Prekurzor

Typ tmhd (C₁₁H₁₉O₂) (Tetramethylheptandionate)

T_{Sub} – teplota sublimace



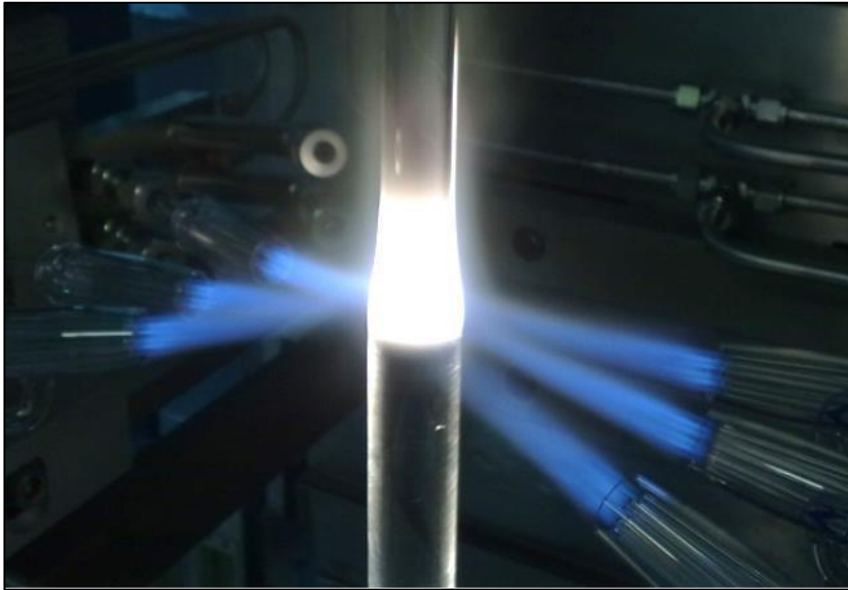
T_{Sub}: 180 °C

MCVD – dopování z chelátů

chelate delivery systém, gas phase doping



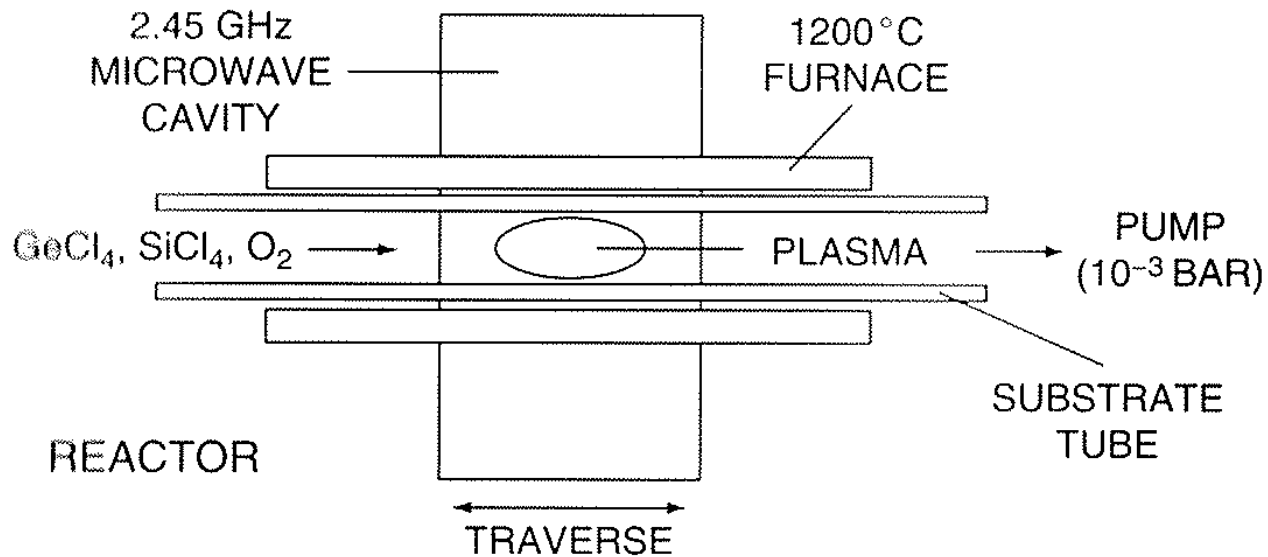
Vertikální uspořádání soustruhu



- vyvinuto pro přeplášťování preforem, a zužování trubic, kde je nutná vysoká geometrická přesnost
- zejména vhodné pro výrobu preforem k tažení vláken zachovávajících polarizaci (PM – polarization maintaining)

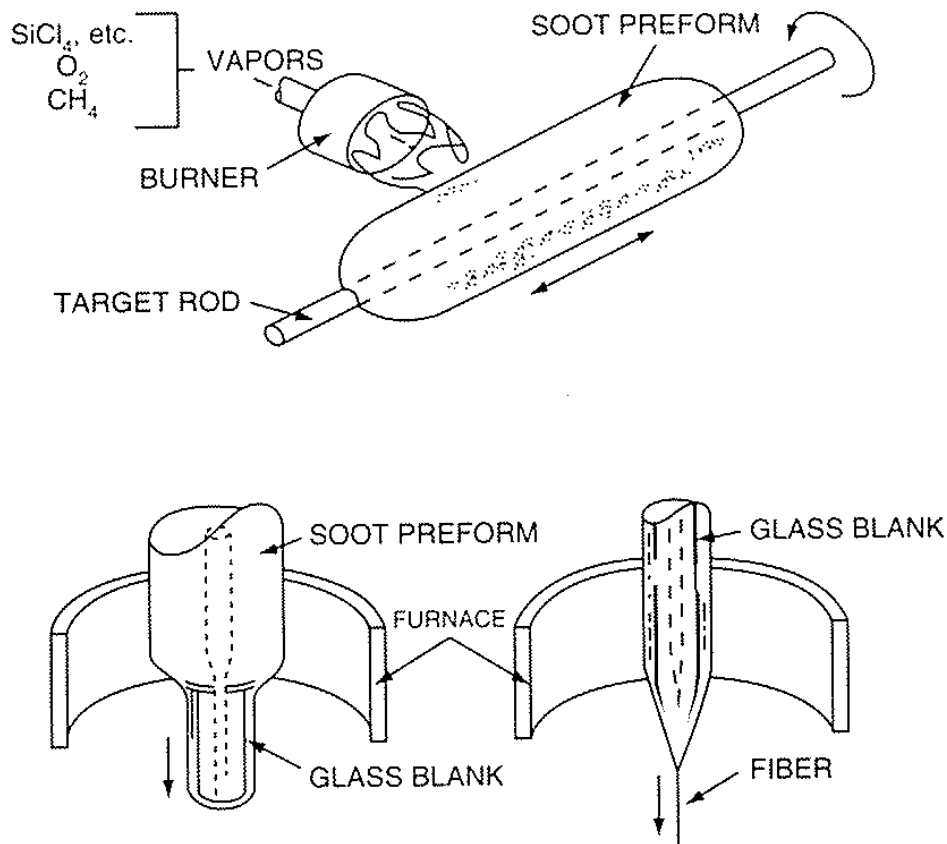


Plasma Chemical Vapor Deposition



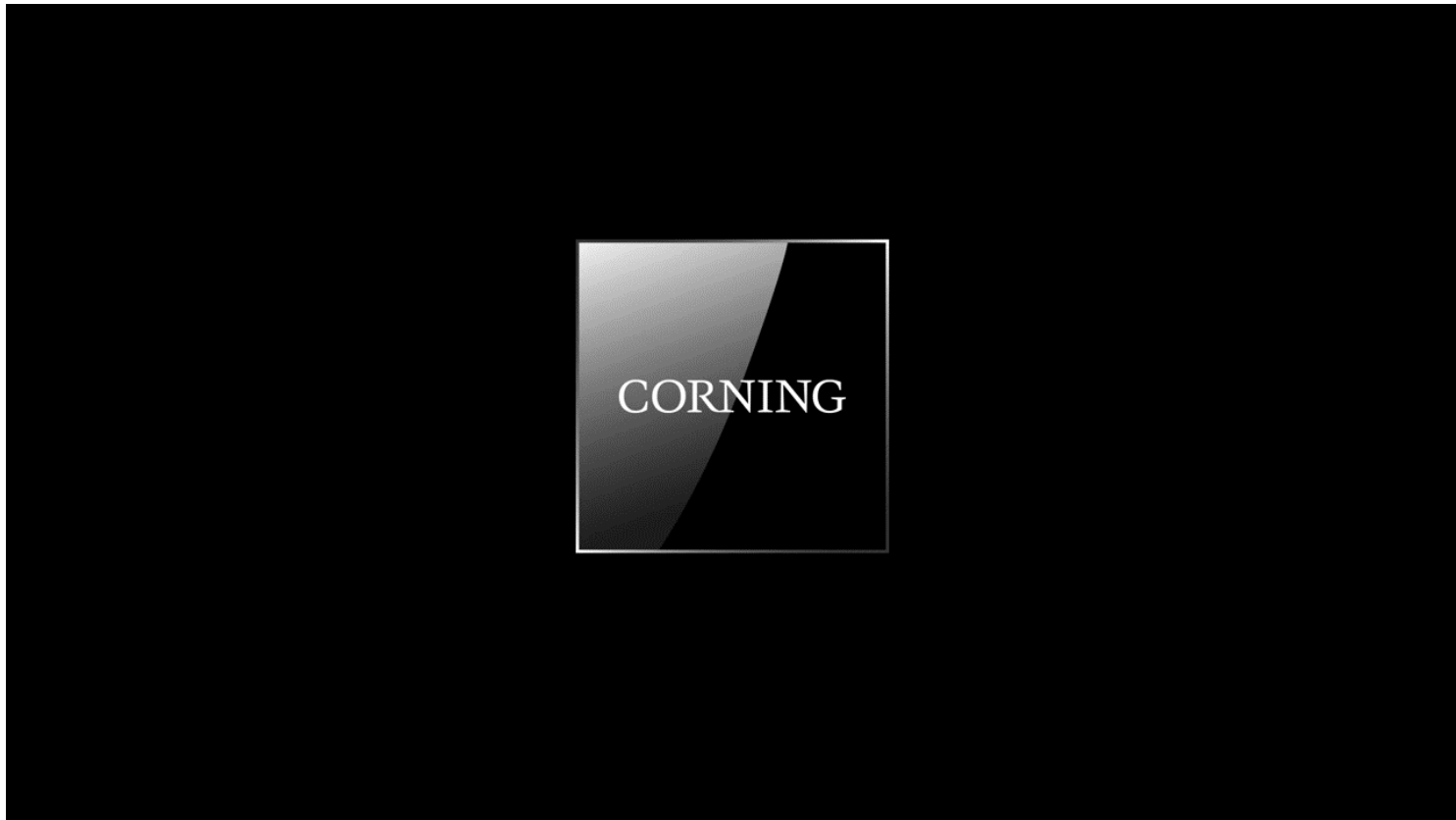
- principiálně jako MCVD, oxidace je však iniciována mikrovlnným plazmatem
- heterogenní reakce na povrchu trubky, vznik částic je nežádoucí
- vznikají velmi tenké vrstvy → potřeba většího počtu vrstev
- déletrvající proces, ale vzniká velmi hladký a přesný profil indexu lomu, téměř 100% účinnost depozice

Outside Vapor Deposition



- depozice částic vznikajících v plameni na trn
- složení vrstev lze velmi přesně řídit v každém jednotlivém kroku
- následuje sušení, přečištění a sintrace do preformy

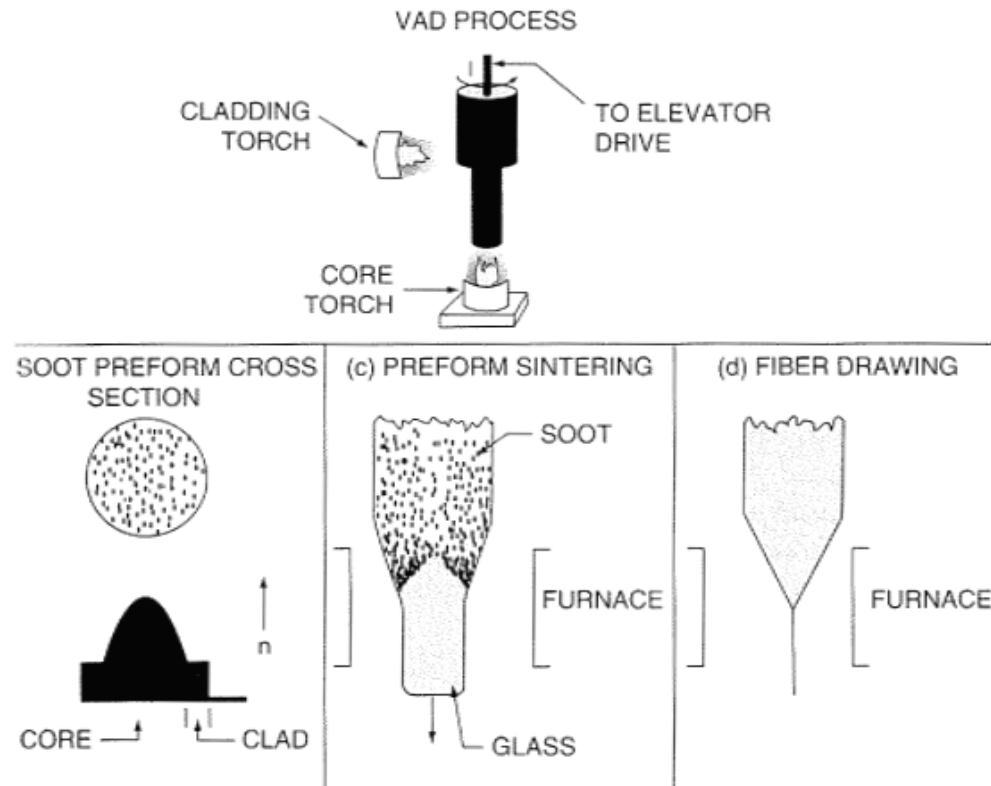
Outside Vapor Deposition



zdroj: Corning

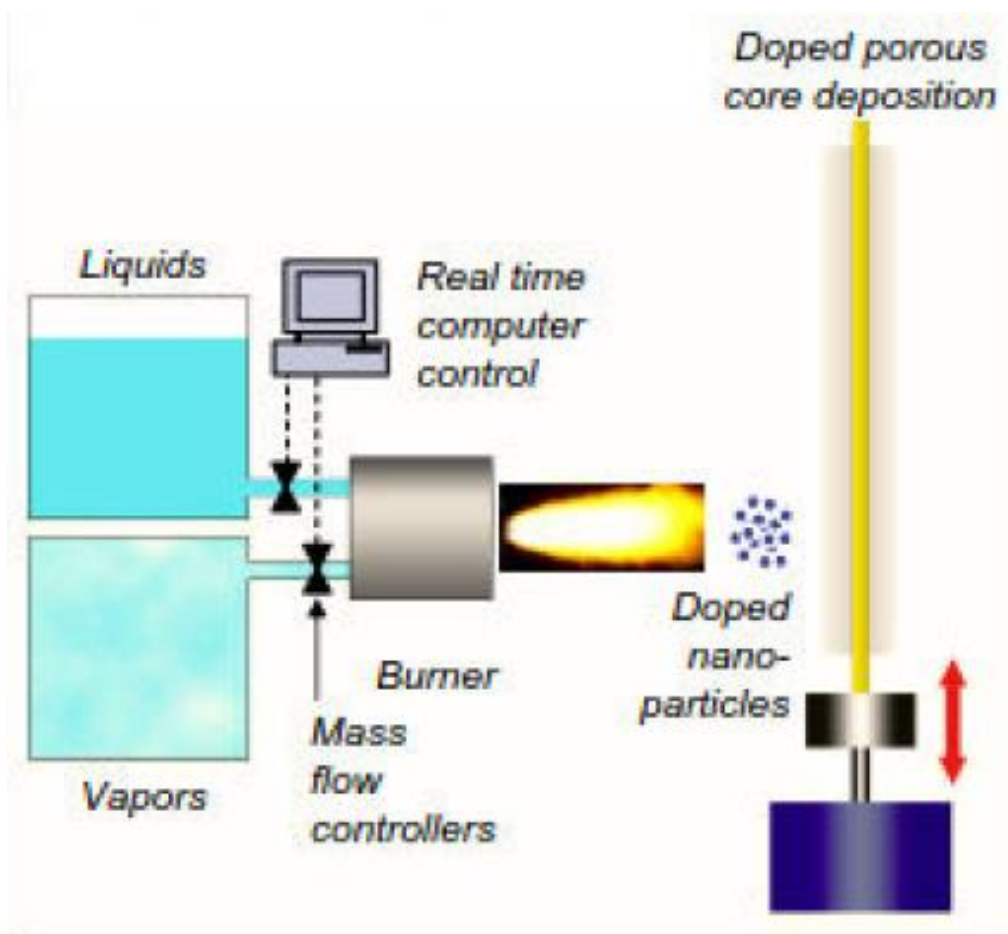
<https://www.corning.com/worldwide/en/innovation/the-glass-age/science-of-glass/how-it-works-vapor-deposition.html>

Vertical Axial Deposition

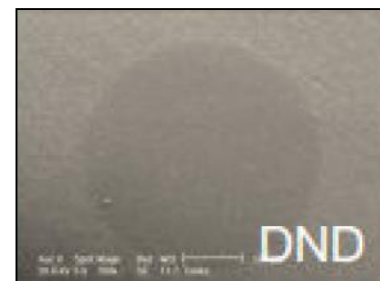


- složení preformy je dáno poměrem reaktantů, ale také teplotním rozložením a tvarem plamene

Direct Nanoparticle Deposition

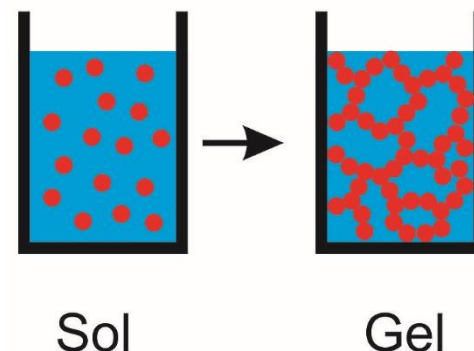


- lze si představit jako formu OVD
- částice 10–100 nm
- odstranění jádra, sintrace, kolaps a tažení
- přesný profil indexu lomu, vysoký obsah dopantů
- možné i jiné než kruhové preformy
- snadná příprava LMA preforem

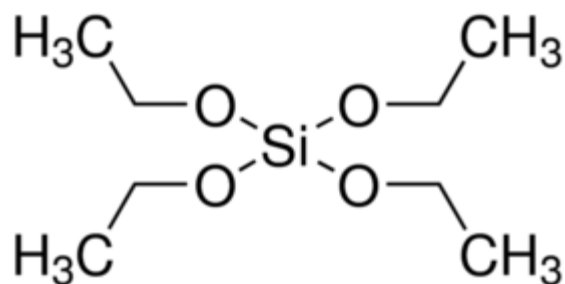


Využití metody sol-gel

- proces, při kterém dochází k transformaci koloidní suspenze na gel
- porézní gel je vysušen, vyžíhán a vytvoří tak kompaktní pevnou fázi
- výhodou je promísení na molekulární úrovni, široké spektrum materiálů, velká variabilita připravovaných produktů – tenké vrstvy, aerogely, jemné prášky, anorganické membrány s definovanou vnitřní strukturou
- **příprava skla a keramiky v podobě objemových vzorků**
- velké objemové kontrakce (~ 80 %) během sušení – pomalý proces náročný na stabilní podmínky, problémy s praskáním materiálu během sušení



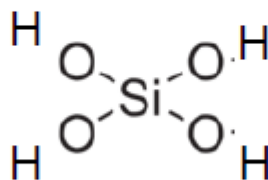
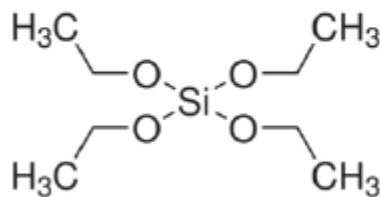
Syntéza jádra metodou sol-gel



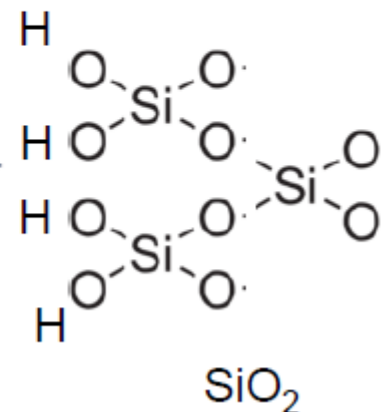
- nejrozšířenějším reaktantem je tetraethylorthosilikát (TEOS)

Reakce s vodou

Hydrolýza



Kondenzace



Syntéza jádra metodou sol-gel

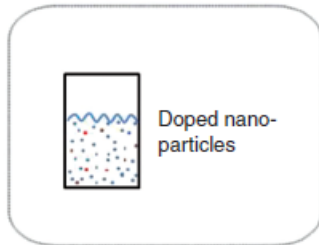
- velké objemové změny vedou často k popraskání vzorku
- pomalé sušení z gelu s nadbytkem rozpouštědla (vody) vzniká gel s většími póry, ale následuje problém s odstraněním přebytečné vody
- jiným přístupem je nechat vzorek popraskat a pak jej sintrovat pod vakuem



REPUSIL

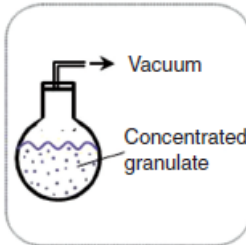
Reactive Powder Sintering of Silica

1. Powder doping

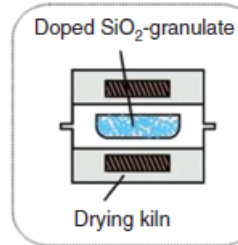


Reactive addition of dopants

2. Conditioning of the granulate

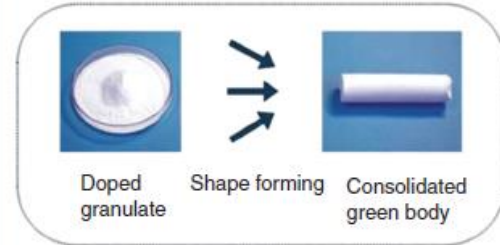


Concentration and granulation



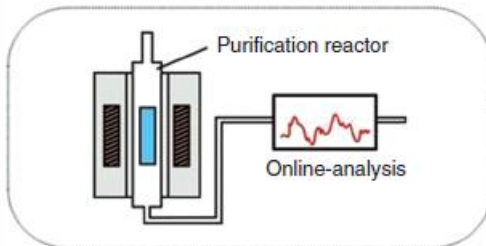
Thermal drying of the granulate

3. Shape forming of granulates



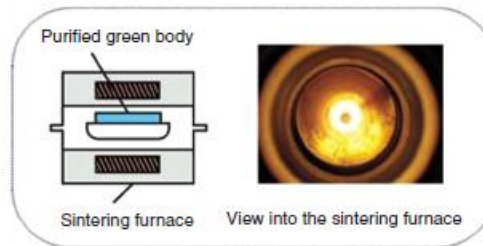
Manufacture of green bodies from the granulates

4. Chemical purification



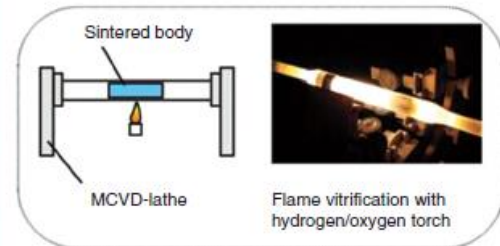
Chemical purification of the green body with online process control by IR-spectroscopy

5. Sintering



Sintering of green body in define ambiance

6. Flame vitrification

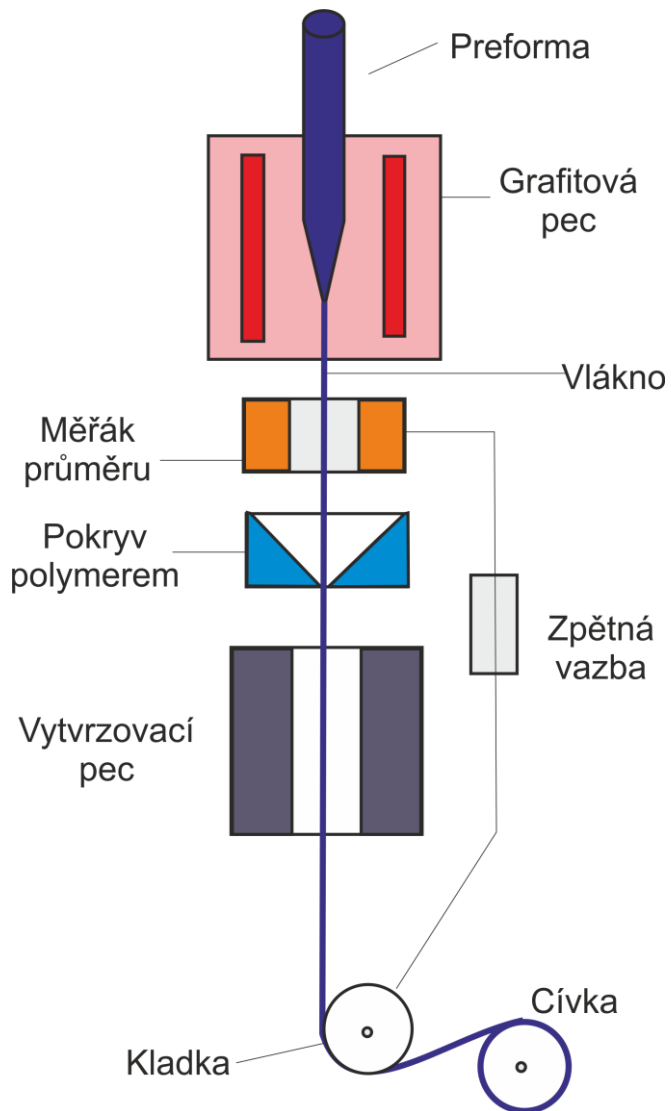


Flame vitrification of the sintered body

Porovnání metod

	Průměr jádra (mm)	Základní útlum (dB/km)	Homogenita	Možné dopanty
MCVD solution doping	1,5 - 2	5	vrstevnatá struktura, dip	RE, Al, P, F, B, Ce
MCVD cheláty	9	15	výborná	RE (Yb, Tm), Al, (Ce)
REPUSIL	15	15	fluktuace na krátkou vzdálenost	RE, Al, F, B, Ce
Tavná technologie	15	500	rýhy, fluktuace	RE, Al, P, F, B, Ce

Tažení optických vláken



Tažení optických vláken



Zdroje

knihy

1. MENDÉZ, Alexis a MORSE, T. F., ed. *Specialty Optical Fibers Handbook*. Londýn: Elsevier, 2007. ISBN 978-0-12-36406-5.
2. MILLER, Stewart E. a CHYNOWETH, Alan G., ed. *Optical Fiber Telecommunications*. San Diego: Academic Press, Inc., 1979. ISBN 0-12-497350-7.

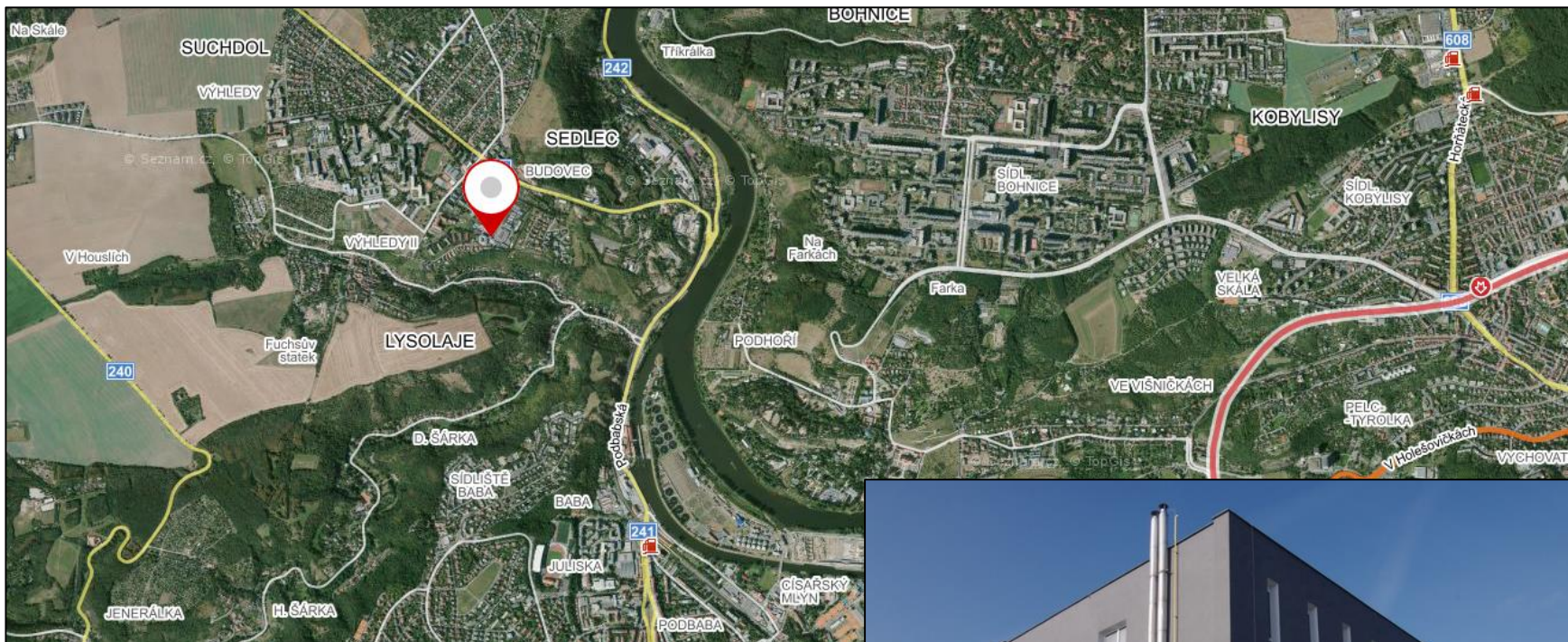
přednášky (COST International Training School on Fiber Lasers - letní škola ÚFE 2016)

3. Kay Schuster: From advanced methods of preform fabrication to specialty coated fibers – Material and Technology
4. Borut Lenardic: MCVD Preform Technology for Special Optical Fibers
5. Laetitia Petit: RE-doped silica preform fabrication and fiber drawing

jiné

6. Jan Mrázek: Technologie sol-gel a vybrané aplikace
7. <https://www.rp-photonics.com/encyclopedia.html>

Optická vlákna na ÚFE



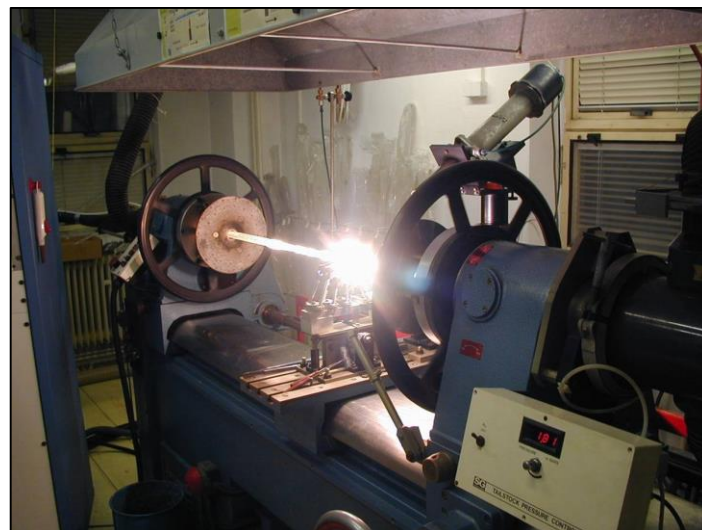
Detašované pracoviště Suchdol
- Rozvojová 264, Praha 6



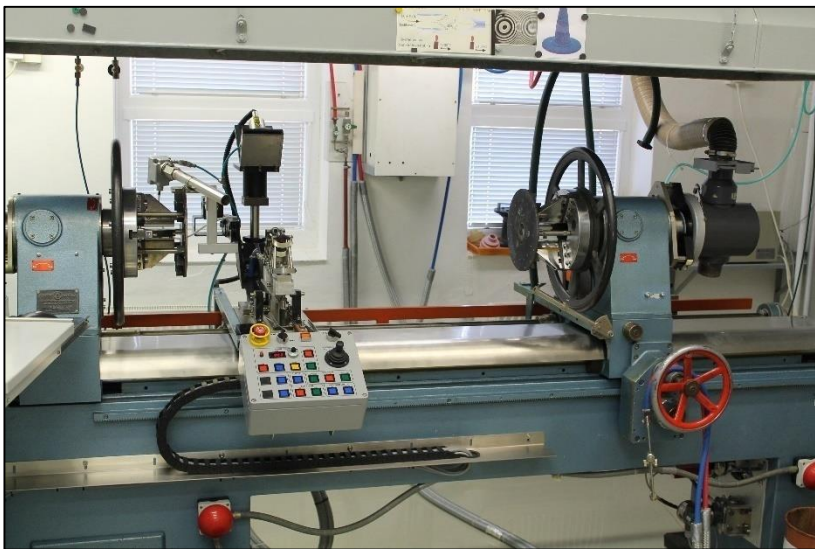
Laboratoř MCVD



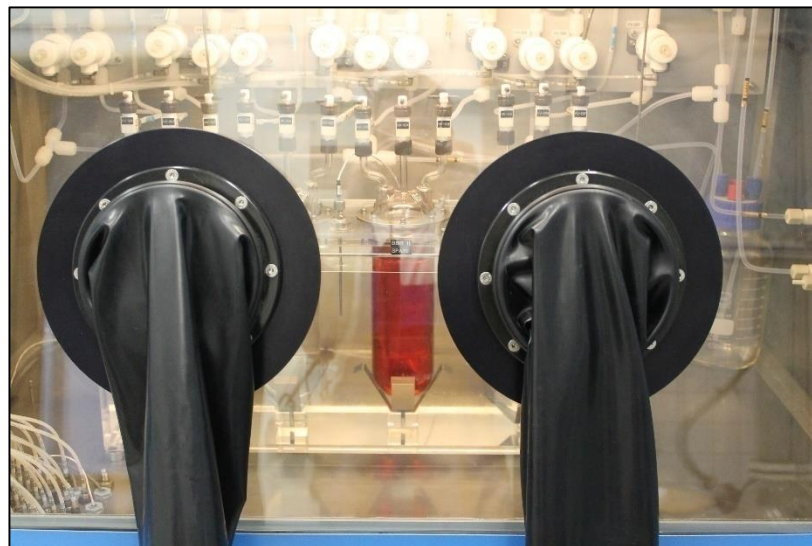
- repase MCVD z roku 2016



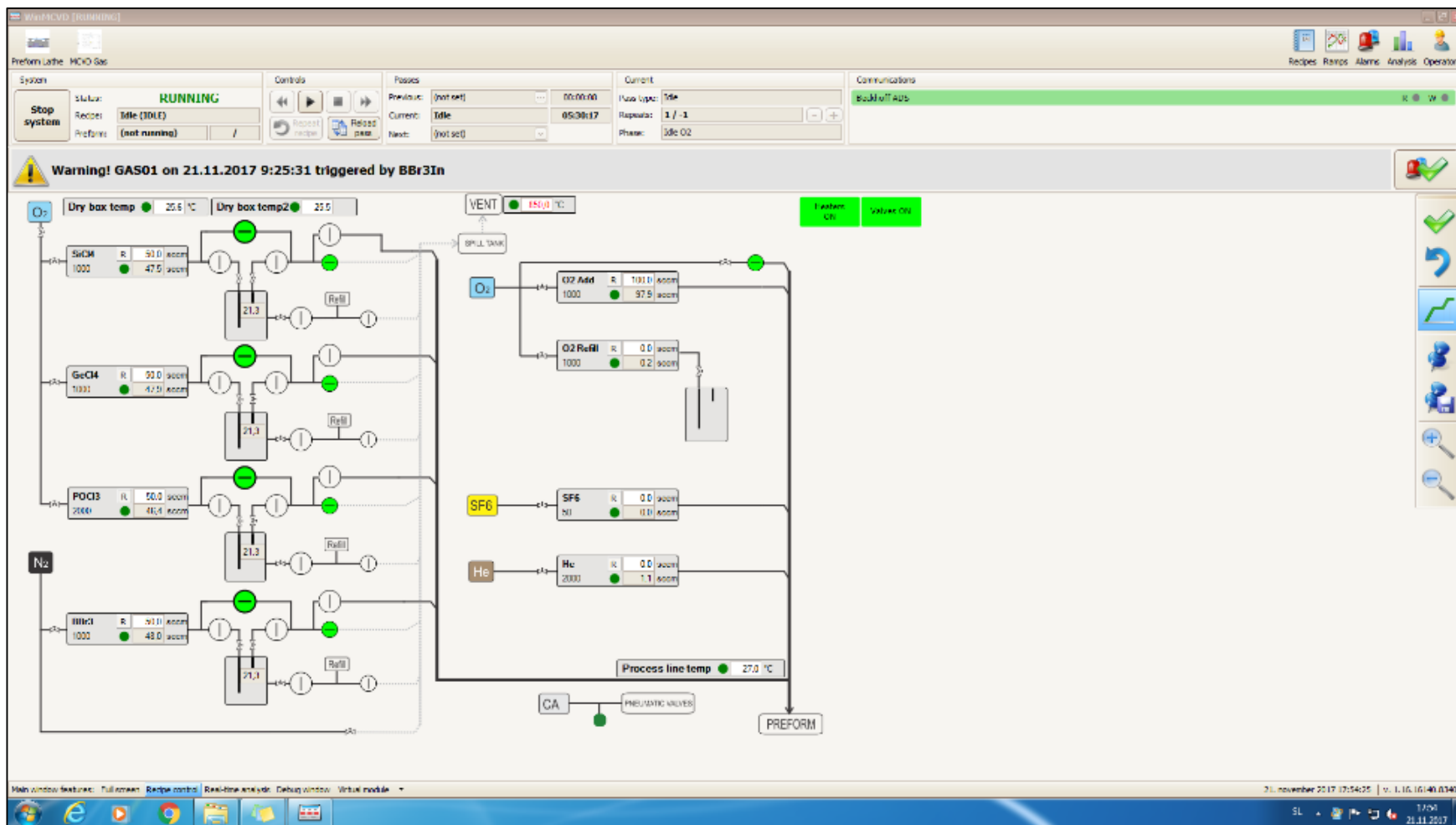
Laboratoř MCVD



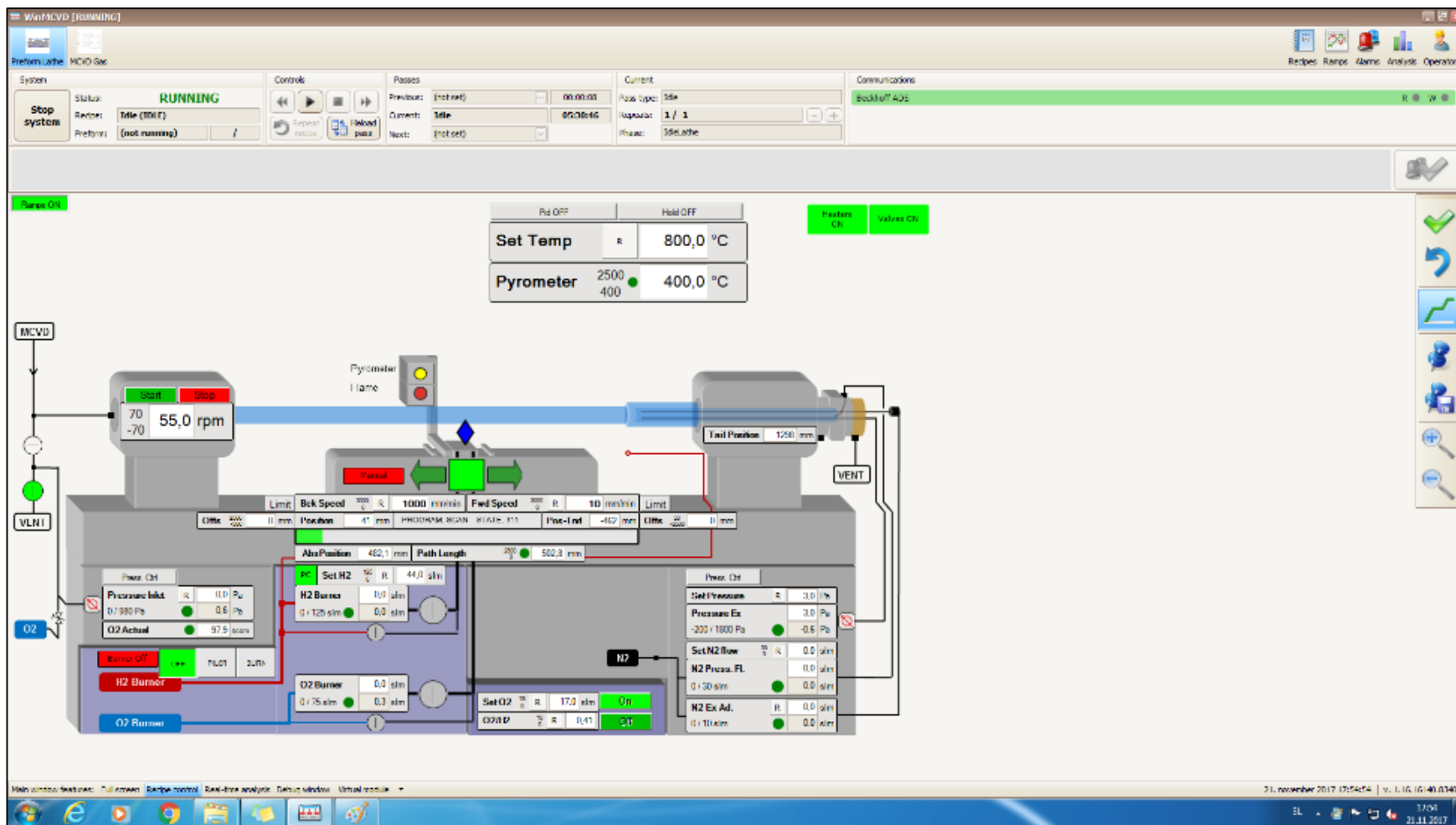
- reaktanty: SiCl_4 , GeCl_4 , POCl_3 , BBr_3
- ve flow-boxu je neustále udržován slabý přetlak a průtok suchého dusíku



Laboratoř MCVD – řídící systém



Laboratoř MCVD – řídicí systém



Laboratoř MCVD – absorpční kolona



- absorpce nezreagovaných reaktantů a odpadního chloru do roztoku NaOH



Laboratoř MCVD – řídicí systém

GeneralRecipePass

Name: SG1497

Code:

Created by: MK

Version:

Description:

Set as idle recipe

History

Prevent pausing

Prevent logging

Auto repeat

Options

Recipe

RecipesSG 1497

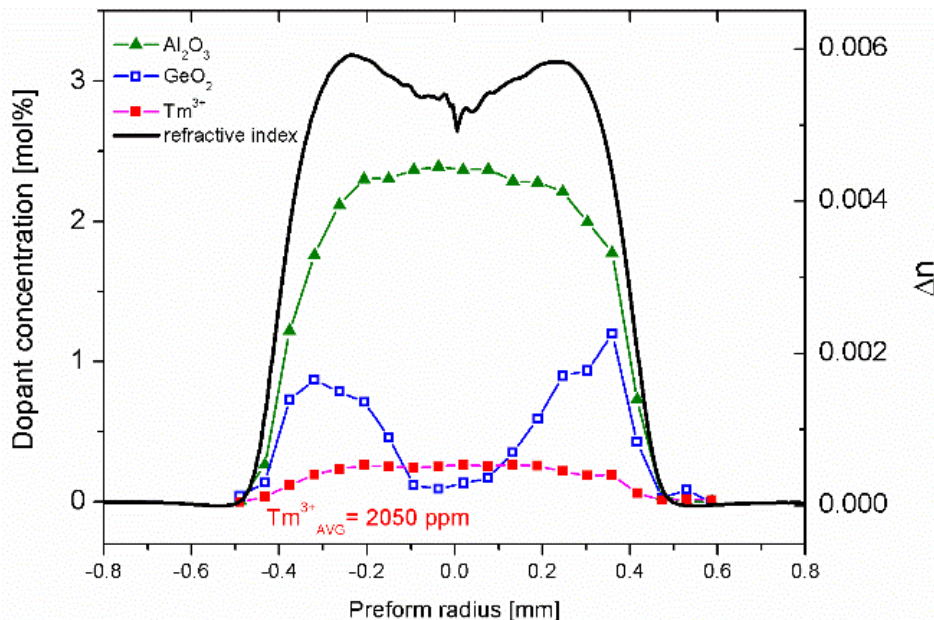
Order	Signal name	Unit	Start	Heat up 1	Etching 1	Si+P+F-1	Si+P+F-2	Si+P+F-3	Si+P+F-4	Si+P+F-5	Si+P+F-6	Si+P+F-7	Si+P+F-8	Si+P+F-9	Si+P+F-10	Pass_0	Pass_1	Pass_2	Pass_3	Pass_4	zuzeni	Pre-heat	deposice	presun	protaveni	
MCVD Gas																										
0	BB3FlowSet	scdm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	O2FlowBubbler	scdm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
4	HeTube	scdm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14	SiCl4	scdm	0,00	0,00	0,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	627,00	0,00	208,00	0,00	0,00	0,00
24	GeCl4	scdm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
32	POCl3	scdm	0,00	0,00	0,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	234,00	0,00	789,00	0,00	0,00	0,00
45	SF6	scdm	0,00	0,00	0,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
50	O2AddMfc	scdm	300,00	300,00	300,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00	171,00
Preform Lathe																										
10	CarriageProgram		3,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	2,00	1,00	2,00	1,00	2,00
40	CarriageForwardSpeed	mm/min	300,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	170,00	1.700,00	170,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00
50	CarriageBackwardSpeed	mm/min	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	67,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00	1.700,00
60	CarriageStartOffset	mm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
70	CarriageEndOffset	mm	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
200	BurnerMode		2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
220	TemperatureControl		0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	1	0	1	0
230	BurnerTemperatureSetpoint	°C	400,00	1.600,00	2.050,00	1.720,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	1.710,00	2.200,00	900,00	1.100,00	400,00	600,00
240	H2Flow	slm	20,00	25,00	35,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	29,00	38,00	11,00	13,00	2,00	8,00
240	O2Flow	slm	10,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	18,00	17,00	17,00	17,00	2,00	17,00
250	O2H2Ratio		0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
270	CarriageStartDelay	°C	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00	500,00
280	TemperatureControlDelay	°C	0,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00
290	TemperatureOffsetStart	mm	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00	150,00
300	TemperatureOffsetEnd	mm	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	-20,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
400	PressureExControl		0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
420	PressureExSetpoint	Pa	0,00	100,00	100,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	40,00	0,00	0,00	0,00	0,00
430	N2ExAddFlow	slm	0,00	0,00	0,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
440	N2PressureFlow	slm	0,00	18,00	19,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	11,00	0,00	0,00	0,00	0,00
500	PressureInletControl		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
530	PressureInletSetpoint	Pa	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1000	Rotation	rpm	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00	55,00

17:55

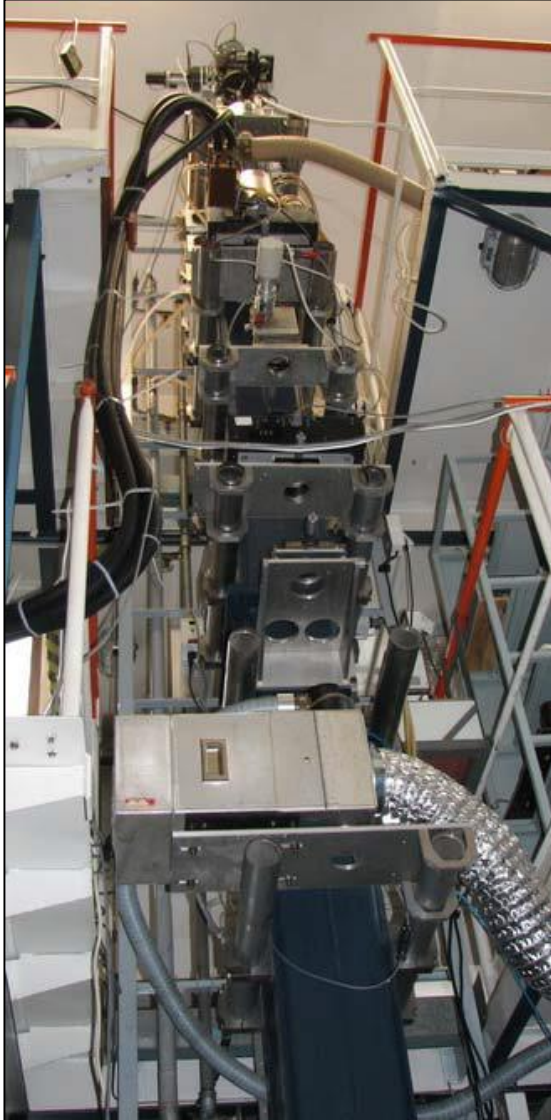
21.11.2017

Charakterizace preforem

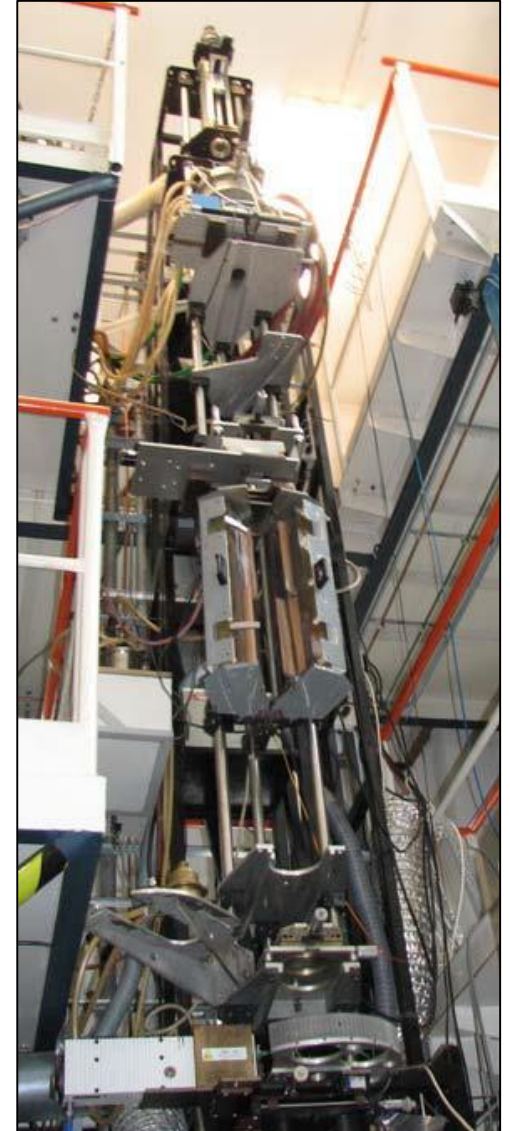
- analyzátor profilu indexu lomu
Photon Kinetics A2600 → radiální a podélná homogenita
- externí služba analýzy
elektronovou mikrosondou →
radiální profil koncentrace
dopantů



Dvě tažicí věže

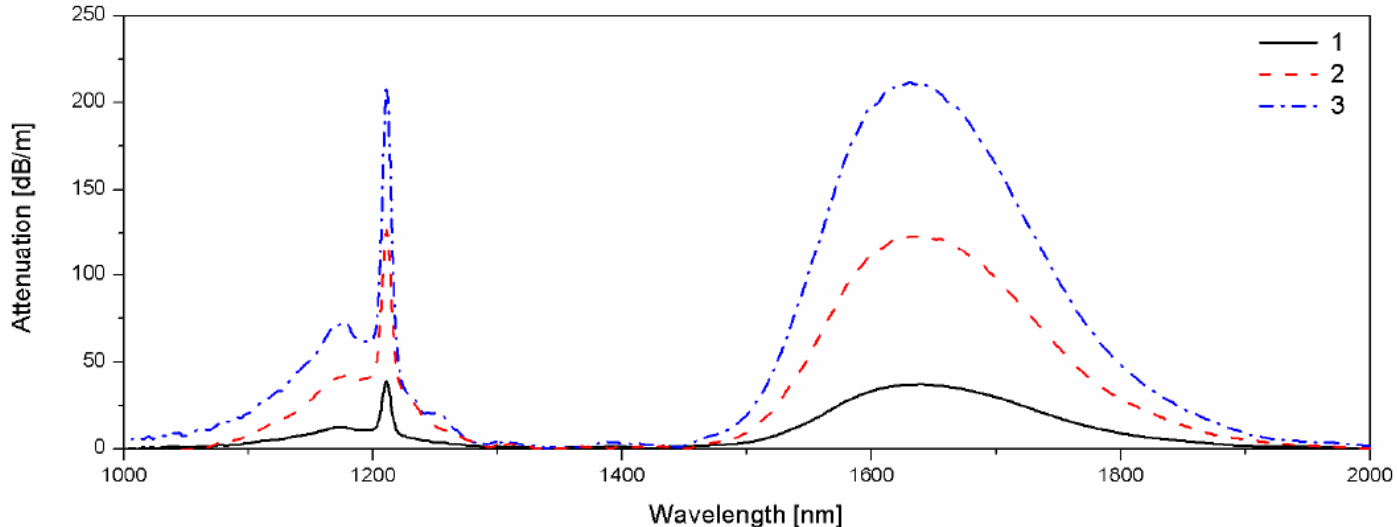


- výška 7 m, tažení typicky stovek metrů rychlostí cca 1 m/s
- v průmyslu výška ~ 25 m, až 1 km/min
- podstatným parametrem je průměr vlákna – $125 \pm 1 \mu\text{m}$
- tažení při teplotě kolem 1900°C



Charakterizace vláken

- spektroskopická analýza obsahu prvků vzácných zemin, obsah OH⁻, základní útlum
- laserové charakteristiky – lasing threshold, slope efficiency, lifetime
- hlavní zaměření na vlákna dopovaná holmiem a thuliem pro lasery ~ 2 μm



Optická vlákna na ÚFE

- dopování nanočásticemi Al_2O_3 – snižuje práh laseru, zvyšuje dobu života vzácné zeminy na požadované hladině, zvyšuje účinnost laseru

