

내부제트 분사를 이용한 새로운 광섬유제조 화학증착 방법에 관한 연구

홍 춘근*, 최 만수**
(1999년 10월 12일 접수)

An Aerosol CVD Method Using Internal Jet for Optical Fiber Synthesis

Choonkeun Hong and Mansoo Choi

Key Words: MCVD Process(수정된 화학증착 공정), Tapered Entry Length(경사부착구간)

Abstract

The present study has proposed a novel aerosol CVD utilizing an internal jet in the conventional MCVD reactor for the purpose of enhancing the deposition efficiency (and rate) and the uniformity of deposited film. The use of impingement of high temperature jet through a thin inner tube ensures the reduction of non-uniform particle deposition zone as well as higher thermophoretic particle deposition. It is shown that significant improvements have been achieved for both aspects of deposition efficiency and uniformity. As jet temperatures increase, the tapered length is reduced and deposition efficiency is significantly increased.

1. 서 론

MCVD(Modified Chemical Vapor Deposition)^(1,2) 공정은 현재 널리 사용되는 광섬유 제조공정이며 이 방법은 다음과 같이 설명할 수 있다. 먼저 깨끗하게 세척된 실리카 원관을 선반 위에 설치한 다음 원관 입구로 SiCl_4 , O_2 , GeCl_4 등의 반응기체를 유입시킨다. 원관을 60~120 rpm으로 회전시키며 수소/산소 토치로 원관의 외부를 축방향으로 느리게 이동시키면서(10~30 cm/min) 가열하면 반응기체는 토치 근처에 이르러 반응온도에 도달하여 화학반응을 일으키며 그 결과로 SiO_2 나 GeO_2 와 같은 미세한 입자가 생성된다. 생성된 입자는 기체와 함께 이동되다가 원관의 내벽에 부착하게 되며 부착된 입자는 이송되는 토치의 가열에 의

해 소결되어 투명한 상태의 유리막을 형성한다. 토치가 원관의 끝부분에 도달하게 되면 다시 토치 이송 시작점으로 돌아와 상기의 과정을 반복한다. 즉, 토치가 원관 전체를 한번 이송할 때 한 층의 유리막을 만들며, 이와 같은 과정을 수십번 반복하여, 수십층의 유리막을 만든다. 각층의 유리막을 만들 때 반응기체의 성분을 조절함으로써 굴절율(refractive index)의 변화를 얻을 수 있다. 원하는 증착두께를 얻은 후 반응기체의 유입을 중지하고, 토치가열을 이용하여 원관을 수축(collapsing)하여 원봉 모양의 광섬유 모재를 만든다. 모재를 노에서 가열시키면서 가늘게 뽑아 코팅처리를 하여 직경 125 μm 정도의 광섬유를 제조하게 된다.

이러한 MCVD 공정에서 입자의 부착은 온도 구배가 있는 기체 중에 입자가 존재할 때 그 입자가 온도가 높은 곳에서 낮은 곳으로 힘을 받아 움직이는 열영동(thermophoresis)으로 알려져 있다.⁽³⁾ Walker 등⁽⁴⁾은 열영동으로 인한 입자의 이동 및 부착에 대해 실험적, 수치적 연구를 수행하였다. MCVD 공정은 1974년 MacChesney에 의

* 서울대학교 대학원

** 회원, 서울대학교 기계항공공학부
정밀기계설계공동연구소 나노입자제어기술연구단
E-mail : mchoi@plaza.snu.ac.kr
TEL : (02)880-7128 Fax : (02)878-2465

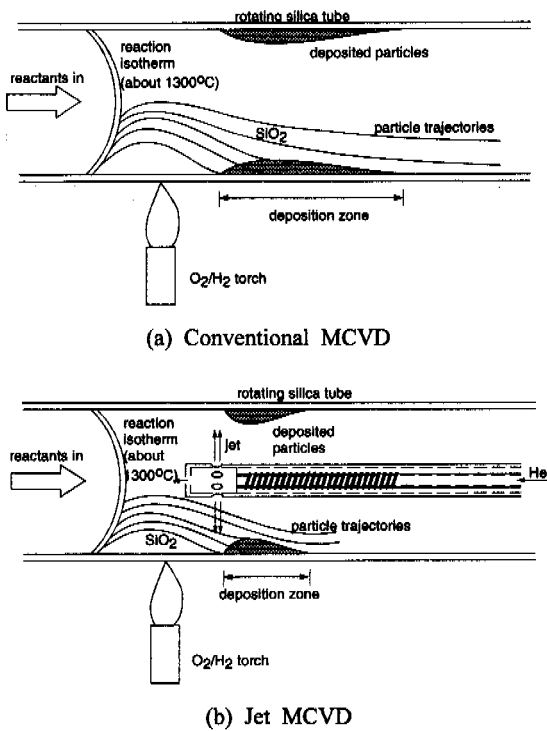


Fig. 1 Schematic of conventional and jet MCVD deposition process

해 개발된 이후, 높은 증착효율과 균일한 증착두께, 입자부착의 성능을 증대시키기 위해 다양한 방법이 제안되었다. Fleming 등⁽⁵⁾은 RF 코일을 이용하여 회전하는 원관 내에 고온의 플라즈마를 발생시켜 기존 공정에 비해 증착률 및 증착효율이 증대되었음을 보였으며, Wang 등⁽⁶⁾과 Morse 등⁽⁷⁾은 원관의 축방향으로 레이저를 주사하는 Laser-Enhanced MCVD 공정을 제안하여 그 실용성을 검토하였다. Fiebig 등⁽⁸⁾이 제안한 annular MCVD 공정은 입자가 부착되는 모봉 안에 열을 발생시키는 새로운 원관을 삽입하여, 반경방향의 온도구배를 극대화시키는 방법으로서, 열영동을 향상시켜 증착효율을 증대시키는 공정이다. 이 공정에서는 입자가 통과하는 단면적이 줄어들어 따라 원관을 통과하는 입자의 속도가 커지게 되어 축방향으로 불균일한 입자부착구간(tapered entry length)이 길어지게 되는 단점이 있다. 정사부착구간은 인발과정 중에 제거되므로, 이를 줄이는 것은 생산성 측면에서 보면 매우 중요하다. 이러한 문제점을 보완하기 위해 환상형 원관을

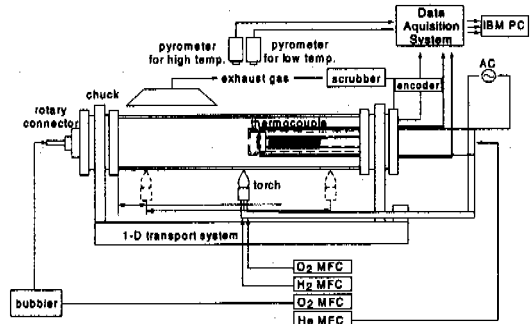


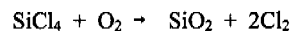
Fig. 2 Experimental apparatus

사용하는 MCVD에서 내부원관으로부터 반경방향으로 제트를 분사하는 새로운 방법이 최만수와 박경순⁽⁹⁾에 의해 제안되었다.

본 연구에서는 증착효율(그리고 증착률)과 증착된 막의 균일도를 향상시키기 위해서 일반적인 MCVD 장치에 내부제트를 분사하는 CVD 공정을 설계, 제작하였다. Fig. 1에 나타난 바와 같이 기존 MCVD 공정 장치의 배기부분으로부터 가열되는 내부원관을 삽입하고 고온의 제트 가스를 반경방향으로 분사하는 새로운 CVD 장치를 설계, 제작하여 그 효과를 실험적으로 연구하였다.

2. 실험방법

Fig. 2에 실험 장치의 전체 개략도를 나타내었다. 개략도에 나타난 바와 같이 실제 공정에서 사용되는 선반 및 모터 컨트롤러(Heathway)를 사용하여, 토치를 이송시키고(유효이송거리 50 cm, 이송속도 15 cm/min), 외부원관(내경 28 mm, 외경 32 mm)을 60~70 rpm의 속도로 회전시켰다. 본 실험에서는 SiO₂만을 증착시켰으며, 이를 위해 액상의 SiCl₄가 담겨져 있는 2000 cc 용량의 bubbler를 제작하였다. MFC에 의해 유량이 조절된 산소는 bubbler 안의 SiCl₄ 액체 속으로 유입되어 SiCl₄ 가스를 증발시켜 혼합가스를 이루게 된다. 이렇게 발생된 SiCl₄와 O₂의 혼합가스는 선반에 연결된 rotary connector를 통해 회전하는 외부원관 내로 유입된다. 유입된 혼합가스는 1축으로 이송하는 토치에 의해 반응온도(약 1300 °C) 이상으로 가열이 되면, 다음과 같은 산화반응에 의해 SiO₂ 입자가 발생하게 된다.



본 실험에서 사용된 토치는 7개의 분사구 및 이를 둘러싼 링 모양의 분사구로 이루어진 tip이 반원형으로 6개 배열된 형상(7-jet, 6 tip standard형)이며, 연료로 사용되는 H_2 , O_2 가 각각 pressure regulator와 MFC(TYLAN, FC-262) 등을 거쳐 토치에 연결되어, 원관 외부를 가열한다. 산화반응에 의해 발생한 SiO_2 입자는 열영동력 뿐만 아니라 고온으로 가열되어 반경방향으로 분사되는 헬륨 가스에 의해 원관의 내벽 쪽으로 이동한다. 또한 실험 중에 발생하는 유해한 가스 및 화합물 등은 원관 오른쪽 배기부에 연결된 scrubber를 통해 중화되어 바깥으로 배출된다. 고온의 헬륨 가스를 얻기 위한 내부원관은 두 개의 석영관 사이에 표면산화처리된 칸탈선(Kanthal)을 감아 전기적으로 가열하도록 하였다. 이렇게 제작된 내부원관은 토치에 고정된 양쪽 가이드에 연결되어 토치와 같은 속도로 나란히 이송하도록 하였다. 제트는 내부원관의 원주방향으로 균일하게 위치한 8개의 출구를 통해 분사되며 Fig. 2에 나타난 바와 같이 내부원관 앞면에서의 입자부착을 막기 위해 앞면의 중앙에서도 제트를 추가로 분사하도록 하였다. 또한 분사되는 내부 제트 온도를 측정하기 위하여 B-type 열전대를 사용하였으며 열전대의 bead를 내부원관의 정중앙에 위치시키고 열전대의 양끝단을 내부원관의 축방향으로 출구로 빼내어 A/D converter를 거쳐 PC에 연결시켰다. 또한 토치에 의해 가열되는 원관외벽의 온도를 측정하기 위하여 2개의 적외선 온도계(pyrometer)를 사용하였다. 1,000 °C 이상의 온도를 측정하기 위해 고온용 pyrometer(IRcon, Series 7000-799C10)를 사용하였고, 그 이하의 온도범위에 대해서는 저온용 pyrometer(MINOLTA, FA-0510)로 측정하였다. 이때 emissivity는 두 pyrometer로 측정된 온도를 thermocouple로 측정된 온도와 비교하여 보정한 조재걸⁽¹⁰⁾ 논문의 자료를 이용하였다. 저온용 pyrometer의 data는 RS-232C를 통하여 PC로 입력되고 고온용 pyrometer는 A/D Converter를 통하여 PC로 연결된다. 또 PC에서는 Digital I/O card의 8253 counter를 통하여 선반에 연결되어 있는 인코더로부터의 펄스수를 세어 두 적외선 온도계의 온도측정시간을 제어하였다. $SiCl_4$ 의 질량유량은 electronic balance(OHAUS, GT-8000)을 사용하여 bubbler의 무게변화를 측정하여 구하는데, 이로부터 최대 형성될 수 있는 SiO_2 의 질량을 계산할

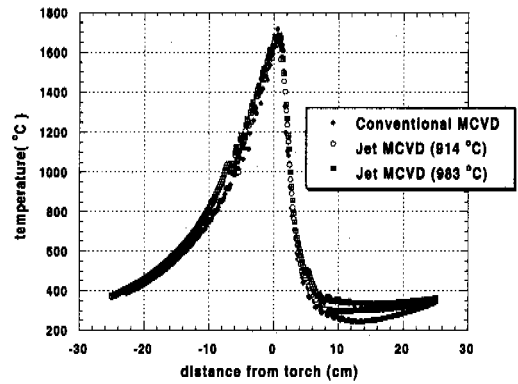


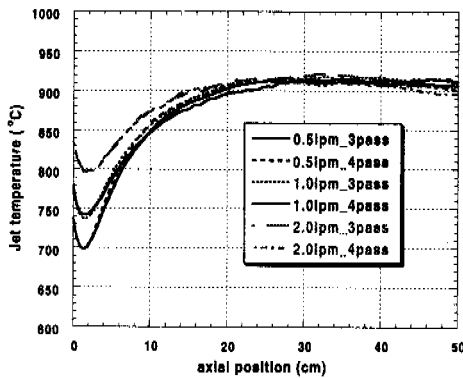
Fig. 3 Outside surface temperature of Quartz tube (flowrate of He jet = 1.0 lpm)

수 있으며 실제로 증착된 양과 비교하여 증착효율을 계산했다.

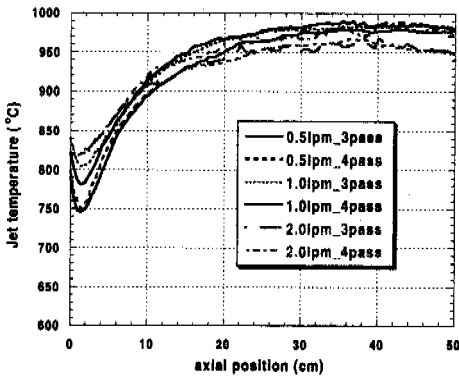
3. 실험결과 및 토의

본 연구에서는 bubbling O_2 의 유량을 0.5 lpm으로 유지시켰고, 내부제트용 가스로는 열전도도가 우수한 헬륨을 사용하였다. 본 연구에서 중요실험인자는 내부제트유동의 온도와 유량이며 내부제트의 유량은 0.5, 1.0, 2.0 lpm(이에 따른 각각의 분사속도는 약 0.5 m/s, 1.0 m/s, 2.0 m/s), 분사온도는 914 °C와 983 °C로 변화시켰다.

Fig. 3에 일반 MCVD와 내부제트를 분사하는 본 연구의 CVD의 경우 원관의 표면온도를 비교하여 나타내었다. 일반 MCVD 공정에 비해 토치 전방의 온도가 내부제트에 의한 가열의 영향으로 상당히 상승했음을 알 수 있으며(약 100 °C 정도), 또 제트의 온도가 올라감에 따라 표면온도 역시 상승했음을 알 수 있었다. 최소온도가 존재하는 토치 전방은 가열된 내부원관으로부터의 열 전달로 인하여 최소온도가 상승하게 되고 이는 열영동력의 감소를 가져와 증착효율에 부정적인 영향을 미칠 것이라고 유추될 수 있다. 그러나 효율의 감소에 영향을 미칠 정도로 토치 전방의 최소온도가 증가했지만, 실제적으로는 전술한 증착효율의 감소요인을 보상하고 순효율이 증가함이 밝혀졌다(Fig. 5에서 설명). 이는 내부제트 분사를 통해 발생된 입자를 원관 내벽표면 근처로 이동시키며, 높은 온도의 제트가 원관 내벽 근처에 부딪치면서 표면에서의 온도구배를 높여 더



(a) Jet temperature = 914 °C



(b) Jet temperature = 983 °C

Fig. 4 Jet exit temperature of He gas along the axial position for different flowrates and passes

큰 열영동력이 입자에 작용하기 때문이다.

Fig. 4에서는 내부원관과 토치가 축방향으로 이동하면서 측정한 온도이다. 모든 내부제트 유량(0.5, 1.0, 2.0 lpm) 조건에 대해서 같은 제트 온도를 유지하기 위해 내부원관으로 유입되는 전력을 조절하였다. 각 유량에 대해 3 pass부터는 동일한 온도를 유지하고 있음을 알 수 있었으며, 따라서 실제 입자 증착도 3 pass부터 시작하였다.

Fig. 5에 내부제트의 유량의 변화에 따른 증착 효율을 나타내었다. 본 실험조건에서 기존 MCVD 공정에서의 증착효율은 36%였으나 내부제트를 분사하는 새로운 방법을 통해 증착효율이 대폭적으로 증가했음을 알 수 있다. 내부제트 은

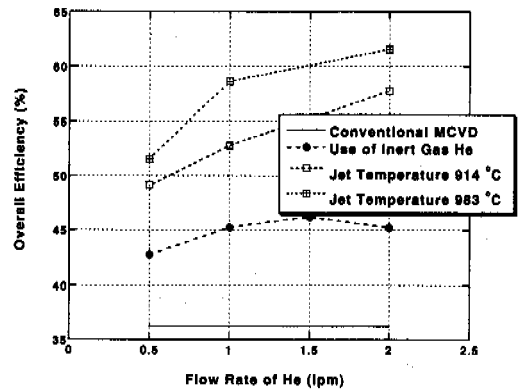
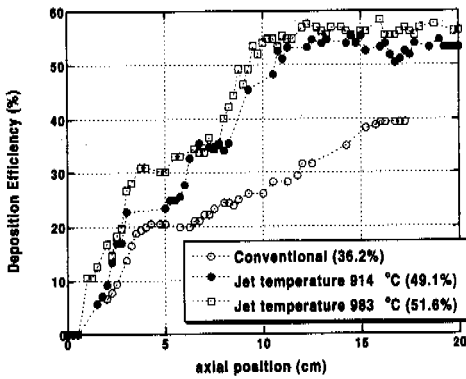


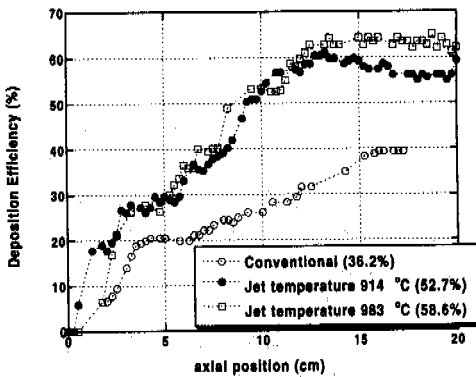
Fig. 5 Effect of jet flowrates on deposition efficiency

도가 914 °C인 경우, 제트 유량이 증가함에 따라 증착효율은 49%, 53%, 58%로 증가하고 있음을 보여주고 있으며, 이러한 경향은 제트 온도가 983 °C인 경우에서도 마찬가지로 보여지고 있다 (52%, 59%, 62%). 헬륨을 고온의 제트로 분사하지 않고, 기존 MCVD 공정장치를 이용하여 혼합가스(SiCl₄와 O₂)와 같이 외부원관 안으로 유입시켰을 경우의 증착효율도 측정하였다. 실제적으로 MCVD 공정에서는 화학반응가스에 열전도도가 좋은 헬륨을 섞으면, 증착효율이 증가한다고 밝혀져있다.^(11,12) 헬륨을 제트로 분사한 경우가 같은 유량의 헬륨을 혼합가스와 같이 흘려보낼 경우보다 증착효율이 훨씬 더 증대되었음을 보여주고 있는데, 이는 내부제트를 이용한 경우의 증착효율 증대가 단지 열전도도가 높은 헬륨 가스 혼합의 영향 이외에 본 연구에서 제안하는 제트분사의 효과로 인한 결과임을 입증하는 것이다. 반경 방향으로 분사되는 고온의 제트는 입자들을 외부원관의 내벽쪽으로 이동시키며 표면 근처에서 높은 온도구배를 유지시켜 열영동 효과를 증대시킬 것이다.

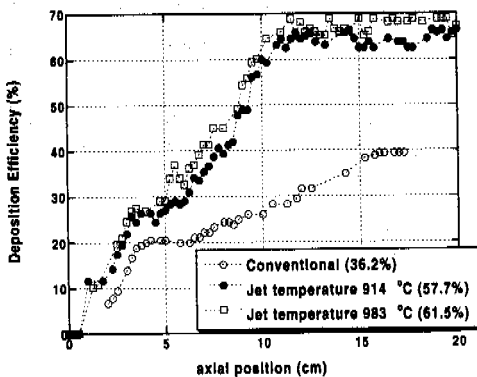
Fig. 6에 외부원관의 축방향 위치에 따른 증착 효율 및 경사부착구간을 나타내었다. 본 연구에서는 3 pass동안 증착된 원관을 축방향에 따라 절단하였으며, 그 단면을 광학 현미경으로 관찰하여 원관의 축방향에 따라 변화하는 증착두께를 측정하였다. 원관 입구 근처에서는 증착두께가 증가하다가 어느정도 축방향 위치부터는 거의 균일한 증착두께가 된다. 부차원화된 증착두께의



(a) Jet flowrate = 0.5 lpm



(b) Jet flowrate = 1.0 lpm



(c) Jet flowrate = 2.0 lpm

Fig. 6 Deposition profile along the axial position

변화를 나타내기 위하여 이 경우의 증착두께를 전체 증착효율로 대치시켜 증착두께의 변화를 증

착효율의 변화로 나타내었다.(Fig. 6) 기존 MCVD 공정의 경우, 경사부착구간은 약 17 cm 정도로 측정되었으나, 제트를 분사함으로써 경사부착구간은 10~12 cm 정도로 확연히 감소한 것을 관찰할 수 있었다. 앞에서 설명한 바와 같이 분사된 제트의 영향으로 열영동력이 증가하여 전체적으로 증착효율이 대폭 향상되었으며 또한 경사부착구간 길이가 감소되었음을 알 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 증착효율과 증착률 및 증착된 막의 균일도를 향상시키기 위해서 일반적인 MCVD 공정에 고온의 내부제트를 분사하는 새로운 CVD 공정을 설계, 제작하였다. 실험 결과, 토치 전방의 외부원관 표면온도는 고온의 제트 영향으로 최고 100 °C까지 상승하였으나 반경방향의 제트 분사로 인해 표면에서의 온도구배 상승이 일어나고 입자부착을 가속시켜 증착효율의 대폭적인 증가를 가져왔다. 제트의 온도 및 분사속도가 증가함에 따라 증착효율이 기존 MCVD 공정에 비해 35~70%까지 증대되었음을 알 수 있었다. 또한, 고온의 제트를 분사함으로써 경사부착구간 역시 18~30% 감소했음을 확인하였다.

후기

이 연구는 과학기술부의 창의적 연구진흥사업(나노입자제어기술연구단)에 의해 지원을 받아 수행된 결과임.

참고문헌

- (1) MacChesney, J.B., O'Connor, P.B., DiMarcello, F.V., Simpson, J.R. and Lazay, P.D., 1974, "Preparational Low-Loss Optical Fibers Using Simultaneous Vapor Phase Deposition and Fusion," *Proc. 10th Proc Int. Congr. Glass.* 10th, Kyoto, Japan, pp. 6-60~6-44.
- (2) MacChesney, J.B., O'Connor, P.B. and Presby, H.M., 1974, "A New Technique Preparation of Low-Loss and Graded Index Optical Fibers," *Proc. IEEE*, 62, pp. 1278~1279.
- (3) Simpkins, P.G., Kosinski, S.G. and

- MacChesney, J.B., 1979, "Thermophoresis: The Mass Transfer Mechanism in Modified Chemical Vapor Deposition," *J. Appl. Phys.*, 50, pp. 5676~5681.
- (4) Walker, K.L., Geyling, F.T. and Nagel, S.R., 1980, "Thermophoretic Deposition of Small Particles in the Modified Chemical Vapor Deposition(MCVD) Process," *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, pp. 552~558.
- (5) Fleming, J.W. and O'Connor, P.B., 1981, "High Rate Lightguide Fabrication Technique," *Physics of Fiber Optics, Advances in Ceramics*, vol. 2, pp. 21~26.
- (6) Wang, C.Y., Morse, T.F. and Cipolla, Jr.J.W., 1985, "Laser Induced Natural Convection and Thermophoresis," *ASME J. Heat Transfer*, Vol. 107, pp. 161~167.
- (7) Morse, T.F., DiGiovanni, D., Chen, T.W. and Cipolla, Jr.J.W., 1986, "Laser Enhancement of Thermophoretic Deposition Process," *J. of Lightwave Technology*, LT-4, No. 2, pp. 151~155.
- (8) Fiebig, M., Hilgenstock, M. and Rieman, H.A., 1988, "The Modified Chemical Vapor Deposition Process in a Concentric Annulus," *Aerosol Science and Technology* 9, pp. 237~249.
- (9) 박경순, 최만수, 1994, "환상형 원관을 사용하는 수정된 화학증착(MCVD)방법에서 내부 제트 분사가 입자부착에 미치는 영향," 대한기계학회 논문집, 제 18권, 제 1호, pp. 212~222.
- (10) 조재걸, 1994, "수정된 화학증착과정(MCVD)에서 증착성능에 관한 실험적 연구," 공학석사논문, 서울대학교.
- (11) Akamatsu, T., Okamura, K. and Ueda, Y., 1977, "Fabrication of Long Fibers by an Improved Chemical Vapor Deposition Method(HCVD method)," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 31, No. 3, pp. 174~176.
- (12) O'Connor, P.B., MacChesney, J.B. and Melliar-Smith, C.M., 1977, "Large Core High NA Fibers for Data Link Applications," *Electron. Lett.*, Vol. 13, No. 7, pp. 170~171.