

Abschließender Sachstandsbericht  
Leibniz-Wettbewerb

---

„Modellierung und Entwicklung der plasmabasierten Synthese  
neuartiger Mehrkomponentengläser für optische Hochleistungsfasern“  
*Acronym: PlasFaser*

---

Antragsnummer: SAW-2017-IPHT-1

---

**Berichtszeitraum:** 01. April 2017 bis 31. 12. 2020

**Federführendes Leibniz-Institut:** Institut für Photonische Technologien e.V.

**Projektleiter/in:** Volker REICHEL

Inhalt

1.	Zielerreichung und Umsetzung der Meilensteine.....	2
2.	Aktivitäten und Hindernisse .....	2
3.	Ergebnisse und Erfolge.....	3
4.	Chancengleichheit .....	6
5.	Qualitätssicherung.....	6
6.	Zusätzliche eigene Ressourcen.....	6
7.	Strukturen und Kooperation.....	7
8.	Ausblick.....	7

## 1. Zielerreichung und Umsetzung der Meilensteine

Die Arbeitspakete und deren wesentlichen Ergebnisse sind in Tabelle 1 im Überblick zusammengestellt.

Die wichtigsten Ergebnisse werden unter Punkt 3 noch einmal detailliert erläutert.

AP	Titel / Hauptverantwortlicher	Ergebnis
AP 1	Aufbau Versuchs- sowie Prozessanlage / IPHT	Erfolgreicher Aufbau von zwei Anlagen: Prozess- (IPHT); Experimentieranlage (INP)
AP 2	Modellierung der plasmachemischen und -physikalischen Prozesse im Plasma / INP	Fertiges Modell für plasmachemische und plasmaphysische Prozesse für Argon-Plasma
AP 3	Aufbau poröser und kompakter Körper / IPHT	Abscheidung dotierter poröser Körper; kompakte Körper nur über Nachverglasung
AP 4	Diagnostik - Analytik / INP	Kameramessungen, Optische Emissionspektroskopie (OES) und Infrarottechnik installiert und Plasmaeigenschaften bestimmt
AP 5	Preform- und Faserherstellung / IPHT	Preformherstellung über thermische Nachbehandlung möglich Faserzug erfolgt

**Tab. 1:** Übersicht Arbeitspakete und Ergebnisse

Im Projekt waren die folgenden drei Meilensteine definiert, die im Wesentlichen termingerecht erfüllt wurden:

1. Fertigstellung der idealen Precursorzuführung sowie finale Precursorauswahl  
vollumfassende Erfüllung
2. Fertigstellung der Prozessanlage  
vollumfassende Erfüllung
3. Aufbau und Charakterisierung eines porösen Körpers  
poröse Al-Yb-dotierte Körper liegen vor  
Fluordotierung konnte im porösen Körper nicht nachgewiesen werden

## 2. Aktivitäten und Hindernisse

Das Vorhaben wurde entsprechend der unter 1 dargestellten Arbeitspakete parallel am Leibniz-IPHT und am Leibniz-INP unter kontinuierlichem Austausch der Arbeitsstände bearbeitet. Inhaltlicher Schwerpunkt war zu Beginn des Projektes der Aufbau der beiden Plasma-Anlagen. Die technologischen Vorkenntnisse des Leibniz-IPHT wurden an das Leibniz-INP weitergegeben.

Parallel dazu erfolgte die Auswahl der Precursoren unter Berücksichtigung des Arbeitsschutzes und der Umweltverträglichkeit; sowie die Modellierung des Plasmaprozesses unter Federführung des Leibniz-INP.

Zum effizienten Datenaustausch wurde zu Projektstart eine gemeinsame Datenablage auf einem Server des Leibniz-INP eingerichtet.

Regelmäßige Projekttreffen in Jena und Greifswald mit gemeinsamer Laborzeit sorgten für eine sehr effiziente und praxisnahe Inbetriebnahme der beiden Anlagen. Der Doktorand des Leibniz-IPHT war zusätzlich für einige Wochen zu Gast am Leibniz-INP. Im Gegenzug wurden Gastaufenthalte durch Leibniz-INP Kollegen am Leibniz-IPHT realisiert.

Nach ersten Prinzipversuchen zur Abscheidung undotierten Materials am Leibniz-IPHT wurde diese Anlage systematisch optimiert und mehrfach grundlegend umgebaut: Die ursprünglich geplante OVD-Abscheidung (Außenbeschichtung auf rotierendem Trägerrohr) erwies sich als ineffizient, weshalb sich die Arbeiten in der zweiten Projekthälfte auf die VAD (axiale Abscheidung auf Substrat) konzentrierten. Dabei wurden sowohl poröse Körper als auch Pulver erzeugt. Ein weiterer zentraler, technologischer Aspekt war die Wahl eines geeigneten Düsensystems zur effizienten Einspeisung des Dotiergemisches in die Plasmazone. Insbesondere die Kombination des Precursors mit Dotandenlösung erforderte aufgrund geänderter Viskosität und Oberflächenspannung einen Wechsel zu einer passenderen Düsengeometrie und damit weitere, grundlegende Untersuchungen zur Einspeiseeffizienz.

Die plasmagestützte VAD-Pulverabscheidung (Sootkörperabscheidung) wurde mit allen vorgesehenen Dotanden realisiert. Herausfordernd ist die simultane Dotierung mit Al, Yb und F sowohl bezüglich der Arbeitssicherheit als auch der Prozessparameter. Bisher konnte im abgeschiedenen Pulver (Sootkörper) kein signifikanter F-Gehalt nachgewiesen werden. Dies wird auf die hohen Abscheidetemperaturen im Plasmaprozess und der hohen Abdampftrate der F-Komponente zurückgeführt.

Die anvisierte reproduzierbare Direktverglasung von dotiertem, blasenfreiem Material war nicht möglich. Jedoch konnten reproduzierbar poröse Körper mit Dotierung abgeschieden werden.

Das Leibniz-INP konzentrierte sich auf die Modellierung und die experimentelle Diagnostik der relevanten Plasmaparameter (Gastemperatur, Gasführung, Elektronen- Ionendichten).

Aufgrund der ungeplanten zusätzlichen Untersuchungen und Personalausfälle wurde das Projekt zu Beginn 2020 zunächst um 6 Monate, aufgrund der Corona Pandemie um 3 weitere Monate zuwendungsneutral bis 31. Dezember 2020 verlängert:

Im Frühjahr 2019 gab es eine deutliche Verzögerung der Arbeiten durch den 5-monatigen krankheitsbedingten Ausfall des Doktoranden am Leibniz-IPHT. An beiden Einrichtungen wechselte zudem die Projektleitung - Ende 2018 übernahm am Leibniz-IPHT Volker Reichel die Projektleitung von Dr. Kay Schuster nach dessen Wechsel in die Industrie; am Leibniz-INP folgte kurz nach Projektstart der damalige Projektleiter des Leibniz-INP, Dr. Maik Fröhlich einem Ruf an die Hochschule Zwickau und überlies die Projektleitung Dr. Rüdiger Foest.

### 3. Ergebnisse und Erfolge

Der innovative Ansatz des Projektes besteht in der Nutzung eines Mikrowellenplasmas zur Herstellung außergewöhnlich dotierter  $\text{SiO}_2$ -Preformen bzw. dotierten  $\text{SiO}_2$ -Materials für Hochleistungs-Faserlaser-Preformen.

In dem untersuchten plasmagestützten Abscheidungsverfahren zur axialen Materialabscheidung wird ein einziges, chemisch angepasstes Mehrkomponenten-Flüssigkeitsgemisch genutzt, das die Ausgangsstoffe für die laseraktiven Dotierstoffe (z. B.  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ), die Glasmodifikator-Spezies (z. B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und die Siliziumdioxid-Matrix enthält. Diese Ausgangslösung wird als Aerosol in die Plasmazone eingebracht, reagiert dort in einem Bruchteil von Sekunden jenseits des thermodynamischen Gleichgewichts und wird schließlich auf einem Substrat als festes Material abgeschieden.

Die Forschungsarbeiten im Rahmen des Projektes waren auf die technologische Entwicklung des Abscheidungsprozesses selbst und die Charakterisierung des entstandenen Materials sowie das Studium der Plasmaeigenschaften des verwendeten Mikrowellenplasmajets gerichtet. Neben fotografischen, spektroskopischen und thermographischen Untersuchungen wurde ein selbstkonsistentes Modell der Plasmazone erarbeitet.

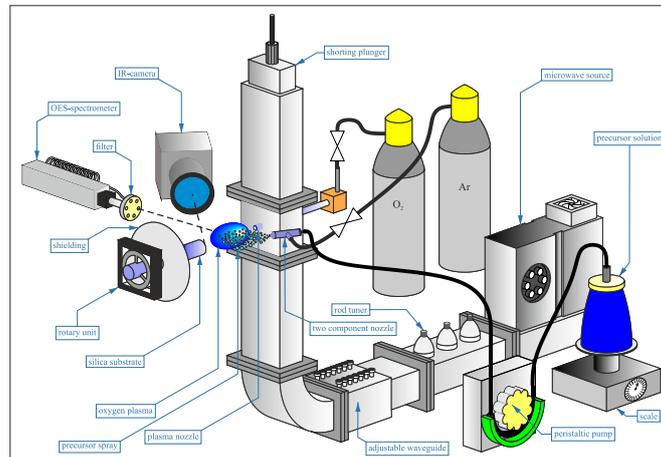
Die wichtigsten Ergebnisse des Projektes sind im Folgenden dargestellt:

Eine gleichzeitige plasmagestützte Dotierung mit mehreren optisch aktiven Spezies über eine einzige All-in-One-Dotierlösung ist mit dem hier entwickelten Verfahren praktisch möglich. Dieser Verfahrensansatz überwindet einige der derzeitigen technologischen

Beschränkungen, die bei etablierten Faservorformtechnologien in Bezug auf Dotierstoffverteilung und Dotandengehalt auftreten.

Nachgewiesen wurde eine extrem homogene  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$ -dotierte Siliziumdioxid-Abscheidung mittels Raman-Spektroskopie und Elektronenstrahl-Mikroanalyse.  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ -Konzentrationen bis zu 0,3 mol% in  $\text{SiO}_2$  wurden realisiert, bei gleichzeitiger Dotierung von 3 mol%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , auch höhere Gehalte waren möglich.

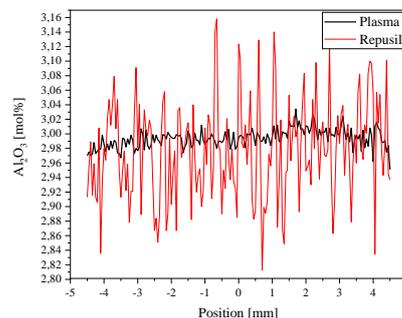
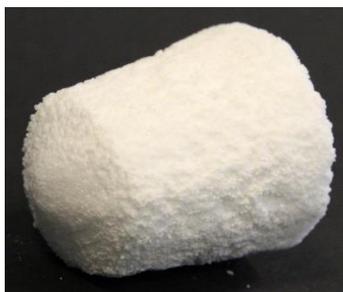
Die folgende Abbildung zeigt den finalen schematischen Aufbau der VAD-Anordnung.



**Abb. 1:** Schematischer Aufbau der VAD-Plasmaanlage zur Abscheidung dotierter Pulver und poröser Körper

Analysen an einem in-situ verglasten Körper zeigten das Potential des plasmagestützten Verfahrens zur Erreichung einer signifikant besseren radialen Dotierungshomogenität als vergleichbare REPUSIL-Proben (siehe Abb. 2).

Die direkte blasenfreie Verglasung konnte nur für sehr kleine Volumina gezeigt werden. Die blasenfreie in-situ Direktschmelze, welche für den Aufbau einer verglasten Vorform notwendig ist, bedarf sehr hoher Substratabscheidetemperaturen, welche jedoch ohne störende Temperaturgradienten über den Substratquerschnitt technologisch in der Projektlaufzeit nicht erreicht wurden. Solche Gradienten bewirken laterale Dichteschwankungen während der Plasmaabscheidung, die ursächlich für die beobachtete Blasenbildung sind. Als Alternative bietet sich eine thermische Nachbehandlung an; der Einfluss zusätzlicher, langandauernder thermischer Schritte auf die Dotandengehalte und -homogenität im resultierenden Glas ist unklar.



**Abb. 2:** links: typischer co-dotierter Körper (Al, Yb); rechts: Vergleich der Homogenität der Dotandenverteilung Plasma und Repusil

Die Wirkungsweise der für den Prozess wesentlichen Plasmaquelle wurde umfassend charakterisiert. Die Temperaturen im ausströmenden Volumen und im Behandlungsbereich der Plasmaquelle sowie an der Substratoberfläche wurden experimentell bestimmt. Sie sind Schlüsselparameter zur Prozessbeschreibung und Optimierung der plasmachemischen Reaktionen. Hochgeschwindigkeits-Videoaufnahmen, OES und Thermographie wurden zur

Beobachtung und Charakterisierung des Strahlverhaltens und der Gaszusammensetzung eingesetzt. Die experimentellen Ergebnisse wurden mit Entladungsmodellen verglichen.

Die selbstkonsistente numerische Modellierung des Mikrowellen-Plasmabrenners startete mit einem reinen Ar-Plasma, bevor der Schichtbildner in der Gasphase beigemischt wird. Das Modell beschreibt das elektromagnetische Feld, die Plasmaerzeugung, die Gasströmung und die Wärmeübertragung im Gas und schließt die wandnahen Bereiche ein.

Es wurden quasistationäre Lösungen in einer kartesischen 2D-Geometrie und in einer 3D-Geometrie mit zunehmendem Komplexitätsgrad hinsichtlich der Physik, der Reaktionskinetik und der Randbedingungen ermittelt.

Die Verteilung des elektromagnetischen Feldes und der Plasmaparameter, die sich aus vollständig gekoppelten 2D-Ein- und Zwei-Ionen-Modellen ergeben, wurden analysiert. Die Aussagekraft der 2D-Modelle wurde mittels Anwendung eines 3D-Plasma-Mikrowellen-Modells verifiziert. Mit vertretbarem Rechenaufwand konnten somit Vorhersagen, die Plasmaparameter betreffend, getroffen werden.

Das Plasmamodell wurde gekoppelt mit der Wärmeübertragung im Gas und berücksichtigt die Gasströmung. Bei einer eingehenden Mikrowellenleistung von 1 kW erreicht die Elektronendichte Maximalwerte in der Größenordnung von  $1 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  im Einkopplungsbereich. Der Einfluss der Gasströmung und der Randbedingungen auf die Temperaturverteilung im Entladungsrohr wurden demonstriert. Im Fall einer freien Außenkühlung anstelle von isothermen Wänden liegt der Bereich maximaler Elektronendichte näher an der Wand und die Temperatur im Plasmabrenner wächst auf über 2000 K an, in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der optischen Spektroskopie. Hier konnte ebenfalls eine deutliche Erhöhung der Gastemperatur bei Zugabe von Sauerstoff gefunden werden.

Die Gastemperatur klingt abhängig vom Abstand und von der Gasströmung auf Werte zwischen 1200 K – 900 K ab, was sehr gut mit spektroskopisch (OH-Bande) bestimmten Gastemperaturen übereinstimmt.

Aus der Simulationsanalyse und den Messungen konnten konstruktive Hinweise für die Brennerkonfiguration extrahiert werden: Die Anregung einer Oberflächenmikrowelle außerhalb des Rechteckhohlleiters kann die Plasmaregion in Richtung des Rohrausflusses erweitern und eine Erhöhung der Dichte der Plasmaspezies um mehrere Größenordnungen bewirken. Die Gastemperatur steigt im Bereich der stärksten Plasma-Mikrowellen-Wechselwirkung auf Werte an, die für das Material des Brenners kritisch sind. Die Wärmebelastung an den Wänden kann durch die Gasströmung beeinflusst werden.

Referierte Publikationen:

**Trautvetter, T. et al.:** „Plasma-based VAD process for multiply doped glass powders and high-performance fiber preforms with outstanding homogeneity“; Plasma Process. Polym. 17 (2020) 2000140

**Methling, R. et al.:** „On the Interaction of a Microwave Excited Oxygen Plasma with a Jet of Precursor Material for Deposition Applications“; Plasma Phys. Technol. 6 (2019) 243-246

**Sigeneger, F. et al.:** „Phase-resolved modeling of a filamentary argon plasma in an RF plasma jet“; Plasma Sources Sci. Technol. 28 (2019) 055004

**Baeva, M. et al.:** “Two- and three-dimensional simulation analysis of microwave excited plasma for deposition applications: operation with argon at atmospheric pressure“; J. Phys. D: Appl. Phys. 51 (2018) 385202

Darüber hinaus leisteten die Projektpartner Beiträge (Vorträge, Poster) auf 5 nationalen und 6 internationalen Tagungen.

Der im Projekt am Leibniz-IPHT beschäftigte Doktorand wird voraussichtlich im Jahr 2021 seine Dissertation abschließen.

Beide Institute nutzten das Projekt zur Einwerbung weiterer Förderung, aktuell wird im Rahmen von des EU-Programms Pathfinder ein gemeinsamer Antrag eingereicht.

## 4. Chancengleichheit

Personalgewinnung, -einstellungen und -entwicklung erfolgten unter Berücksichtigung von Kriterien der fachlichen Eignung und unter Beachtung der Leibniz-Gleichstellungsstandards und ihre fünf Grundsätze:

- Frauen in Führungspositionen
- Gleichstellung als Leitprinzip
- Gleichstellungsbeauftragte
- Vereinbarkeit von Beruf und Familie
- Externe Zertifizierung

Beide Institute sind wiederholt mit dem Total E-quality-Zertifikat für die umfassende Arbeit für Chancengleichheit und Gleichstellung zertifiziert worden.

Darüber hinaus ist das Leibniz-IPHT zertifiziertes Mitglied im "Jenaer Bündnis für Familie 2.0".

## 5. Qualitätssicherung

Die wissenschaftliche Arbeit und die Projektdurchführung erfolgen sowohl am Leibniz-IPHT als auch am Leibniz-INP nach den Grundsätzen der Guten Laborpraxis (GLP; [https://mobil.bfr.bund.de/de/gute\\_laborpraxis\\_glp\\_-258.html](https://mobil.bfr.bund.de/de/gute_laborpraxis_glp_-258.html)) und unter Beachtung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Leibniz-Gemeinschaft (WGL) sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG). Durch ein professionelles datenbankgestütztes Projektmanagement, einschließlich regelmäßiger Projektreviews, werden an beiden Instituten die ordnungsgemäße Durchführung von Projekten und die Qualität der Ergebnisse sichergestellt. Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen werden in Laborjournalen dokumentiert. Die als Grundlage für Publikationen verwendeten Primärdaten werden zentral gespeichert. Die Ergebnisse werden in anerkannten wissenschaftlichen Fachzeitschriften veröffentlicht, die ein Peer-Review-Verfahren vorsehen. Von der Möglichkeit der Veröffentlichung in Open-Access- oder Hybrid-Journalen wurde im Projekt ebenfalls Gebrauch gemacht. In Anlehnung an die Forschungsdatenmanagement-Richtlinien der WGL und DFG ermöglichen IPHT und INP eine weitestgehende Zugänglichkeit und Nachnutzung von Forschungsdaten. Ein Werkzeug dabei ist die vom INP initiierte Datenplattform: INPTDAT – eine Datenplattform für die Plasmatechnologie (<https://www.inptdat.de/>). (Franke, S. et al., Sci. Data 7 (2020) 439)

## 6. Zusätzliche eigene Ressourcen

Am Leibniz-IPHT wurden für die erfolgreiche Projektbearbeitung etablierte Technologien zur Material-, Preform- und Faserpräparation genutzt. Insbesondere die vorhandenen Aufbauten für die plasmagestützte Materialherstellung bzw. –modifikation waren die Basis für die im Projekt entwickelten neuen Aufbauten und Verfahren zur multiplen Dotierung von SiO<sub>2</sub>.

Dem Leibniz-INP wurden seitens des Leibniz-IPHT verschiedene Geräte zum Aufbau der Experimentieranlage zur Verfügung gestellt (Gaswäscher, Plasmagenerator). Eigene Ressourcen des Leibniz-INP kamen dem Projekt zugute, indem institutseigene, hochspezialisierte Messausrüstungen (Hochgeschwindigkeits-Videokamera, hochauflösendes Spektrometer UV/VIS, NIR-Spektrometer, Infrarotkamera) zum Einsatz kamen (ca. 80 Arbeitsstunden).

Zur Unterstützung des projektfinanzierten Personals wurden ca. 18 PM Laboringenieur und 12 PM Wissenschaftler aus Institutsressourcen des Leibniz-IPHT eingesetzt. Seitens des

Leibniz-INP belief sich diese personelle Unterstützung auf ca. 4 PM Wissenschaftler (Expertise, Consulting Modellierung und Projektleitung)

## 7. Strukturen und Kooperation

Im Rahmen des Projektes fanden neben den halbjährigen Projektmeetings in Jena und Greifswald auch längere Forschungsaufenthalte des Doktoranden des IPHT am INP und zwei Messkampagnen des INP an der Anlage des IPHT statt.

Während der Projektlaufzeit konnte der Weltmarktführer bei den optischen Materialien für optische Fasern, HERAEUS, als assoziierter Partner gewonnen werden.

Darüber hinaus fanden mehrere Aktivitäten zur Etablierung neuer Kooperationen statt. Beispielsweise wurde das Projekt anlässlich von Besuchen bei potenziellen Partnern vorgestellt:

- Kolloquiumsvortrag Masaryk Universität; Brno (2017)
- Technologie mit Perspektive – Plasma in der Industrie; Neubrandenburg (2018)
- Meeting der Norddeutschen Initiative Nanotechnologie e.V.; Greifswald (2019)

## 8. Ausblick

Im Ergebnis des Projektes liegen hochreine, sehr homogen und mehrfach dotierte Pulver bzw. Sootkörper vor. Diese sind eine solide Ausgangsbasis für die weitere Prozessierung zu Prefomen und optischen Fasern. Zentraler Punkt zukünftiger Forschung ist die wissenschaftliche Begleitung sowie die technologische Realisierung der Kombination der plasmaprozessierten Pulver bzw. Sootkörper mit Teilprozessen der etablierten REPUSIL-Technologie. Die Kombination des plasmaprozessierten Pulvers mit der im REPUSIL-Prozess genutzten Verglasungstechnologie birgt ein hohes Potenzial zur signifikanten Verbesserung der Homogenität der Mehrfachdotierung und der Senkung der Hintergrundverluste. Eine besondere Herausforderung bildet zudem die Mehrfachdotierung inklusive Fluor.

Alternativ wäre auch eine Optimierung der im Projekt entwickelten Anlage mit dem Ziel der systematischen Direktverglasung der im Prozess erzeugten dotierten Materialien. Für die Mehrfachdotierung, insbesondere mit Fluor, werden die Erfolgsaussichten eher gering eingeschätzt.

Weiterhin sind die Ergebnisse des Projektes zeitnah patentrechtlich abzusichern.

Die im Abscheideprozess derzeit genutzte axiale Gasströmung kann zu einer Drallströmung modifiziert werden, was nicht nur für die Wärmebelastung der Wände, sondern auch für die Homogenisierung des Plasmas über das Rohr vorteilhaft sein kann.

Das nun etablierte Modell für Argon wurde erweitert für Argon-Sauerstoff-Gemische unterschiedlicher O<sub>2</sub>-Konzentration (von 1% bis zu 95%), wobei zusätzlich Reaktionen mit folgenden Spezies betrachtet werden: O<sub>2</sub>, O, O<sub>2</sub><sup>+</sup>, O<sup>-</sup>, O<sup>+</sup>. Eine Fachpublikation erster Ergebnisse hierzu ist per 01/06/21 beim IOP Verlag akzeptiert worden.