

FHD 공정으로 제조한 실리카 막의 저온 고밀화

김태홍[†] · 윤기현*

한국전자통신연구원 정보화기술연구소

*연세대학교 세라믹 공학과

(2001년 12월 31일 접수; 2002년 1월 25일 승인)

Low Temperature Consolidation of Silica Film by Flame Hydrolysis Deposition

Tae Hong Kim[†] and Ki Hyun Yoon*

Information Technology Research Group, Electronics and Telecommunication Research Institute, Daejeon 305-350, Korea

*Department of Ceramic Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

(Received December 31, 2001; Accepted January 25, 2002)

초 록

화염가수분해증착(FHD : Flame Hydrolysis Deposition)공정으로 평면형 광수동소자를 구현하기 위한 1050°C의 저온에서 실리카(silica)막을 형성하였다. 본 연구는 실리카 막을 저온에서 형성하기 위하여 B, P의 함량을 증가시키면서 고밀화 온도 변화 및 고밀화 분위기에 따른 미세구조의 변화 등 고밀화 영향과 광학적 특성을 관찰하였다. He 분위기에서 고밀화한 경우 적정 고밀화 온도를 1050°C까지 낮출 수 있었고, 그 결과 표면조도(Surface Roughness)가 5.6 nm인 균질한 실리카 막을 저온에서 형성할 수 있었다.

ABSTRACT

For planar optical devices, silica film deposited by FHD was fabricated at low temperature. To prepare silica film at low temperature, we have changed B, P amounts and investigated consolidation effect with varying consolidation temperature and atmosphere on microstructural change, and also observed optical property. The optimum consolidation temperature in He was lower than that of other atmosphere, its temperature could be lowered to 1050°C. As a result, the roughness of flat silica film prepared at 1050°C showed 5.6 nm.

Key words : Flame hydrolysis deposition, Consolidation, Silica film

1. 서 론

광통신의 초고속화, 대용량화가 급속히 진행되면서 테라급 광통신 전송 및 시스템에 다분기 광분리기나 파장 분할 다중화기(WDM:Wavelength Division Multiplexer) 등의 다채널 광수동 소자가 요구되고 있다. 기존의 광수동 소자는 광섬유를 이용한 섬유형 소자가 주를 이루나 공정 특성상 집적이 어렵고 부피가 큰 단점으로 다채널 광소자 적용이 어려웠다. 평면 도파로형 광소자(PLC:Planar Lightwave Circuit)는 기판상에 광소자를 집적시킨 방법으로 다채널 및 기능성 소자의 집적화가 가능하다. 평면 도파로형 광소자 제작에 실리카를 소재로 사용하는 경우, 광섬유와 재질이 유사하여 전송손실이 적고 광섬유와의 접속손실이 낮은 장점이 있다. 실리카 도파로 제조 방법에는 FHD(Flame Hydroly-

sis Deposition),^{1,2)} CVD(Chemical Vapor Deposition),^{3,4)} Sol-gel,⁵⁾ Aerosol⁶⁾ 등이 있다. FHD 법은 비교적 증착 속도가 빠르고 후막형성이 용이하며, 도파로 단면과 광섬유 코어 크기가 유사하여 접속손실이 낮은 잇점이 있다. 평면형 광도파로 제조 공정은 실리콘 기판위에 FHD 공정으로 슬랩 도파로(slab waveguide)를 형성한다. 슬랩 도파로의 구조는 하부 클래드(lower clad)층과 코어(core)층으로 구성되며, 코어층을 건식 식각한후 최종적으로 상부 클래드(over clad)를 형성하여 광소자를 제작한다. 이러한 각 클래드층의 제조를 위해서는 FHD로 미립자층을 형성한 후 전기로를 사용하여 1300°C 이상의 고온에서 열처리를 통해 소결시키는 고밀화 공정을 거쳐야 한다. 특히 상부 클래드 형성에는 식각된 코어층의 변형을 방지하기 위하여 가능한한 저온에서 고밀화 가능한 실리카막의 제조가 필수적이며, 이러한 고밀화 공정은 광학적 특성을 결정하는 매우 중요한 공정이다. 따라서 본 연구는 1100°C 이하의 저온에서 고밀화가

[†]Corresponding author : thkim@etri.re.kr

가능한 실리카 도파막을 제조하기 위한 고밀화 과정에서 발생하는 미세구조의 변화 및 분위기 의존성에 대하여 연구하였다. 본 연구는 실리카막의 조성, 고밀화 온도 및 고밀화 분위기에 따른 고밀화의 영향을 관찰하기 위하여 초기 미립자의 형성 및 미세구조의 변화를 관찰하였으며, 광학적 특성인 굴절율을 관찰하였다.

2. 실험방법

FHD법은 고온(1400~1850°C) 산수소화염에 염화물 원료를 인입하여 열분해와 가수분해 반응으로 산화물 미립자를 기관에 증착시키는 방법이다. FHD 장치는 가스조절장치, 버블러 항온조, 반응장치로 구성되고 반응장치에 토치와 기관 장착대가 구성되어 있다.⁷⁾ 사용된 염화물은 SiCl₄, BCl₃ 및 POCl₃를 사용하였으며, 각 염화물의 첨가물질은 산소, 수소 화염속에서 반응시켜 실리카 미립자를 형성하는데, 이들 도핑가스 반응은 이송가스의 유량 제어를 통하여 BPSG(Boro-Phospho-Silicate Glass)계 도파막의 B, P, Si의 함량을 조절하였다. 이송된 반응가스들은 가수분해 반응을 통하여 유핵화(nucleation)가 이루어지고 기체상태에서 성장하여 열영동(thermophoresis) 메카니즘에 의해 실리콘 기관상에 증착하여 산화물을 형성한다. 형성된 산화물은 SiO₂에 상대적으로 B₂O₃, P₂O₅의 조성 조절을 통하여 고밀화 온도를 낮추고자 하였으며, 또한 고밀화 분위기를 조절하여 최적 고밀화 조건을 도출하고자 하였다. 화염 온도는 최고 1850°C까지 수소의 유량으로 조절하여 성막하였다. 고밀화 공정실험에 사용된 실리카막의 기본 조성은 B₂O₃-P₂O₅-SiO₂(BPSG)계로 구성되며, 이 계는 B₂O₃와 P₂O₅의 SiO₂에 대한 결합 특성이 우수하여 도핑이 용이하고 광학적 특성이 우수한 것으로 보고하고 있다.⁸⁾ 실리카 미립자의 크기와 형상은 투과

전자 현미경(TEM)으로 관찰하였으며, fiber inter-ferometer를 이용하여 고밀화된 실리카막의 표면 조도를 측정하였다. 고밀화 온도에 따른 영향을 관찰하기 위하여 형성된 미립자층을 전기로에서 10~20°C/min의 승온속도로 가열하고 1000~1300°C에서 2시간 유지하여 고밀화하였고, 또한 고밀화 분위기에 의한 고밀화 영향을 관찰하기 위하여 공기, 질소, 산소 및 헬륨 분위기에서 고밀화하였다. 실리카막의 광학적 특성은 프리즘 커플링법⁹⁾으로 굴절률과 두께를 측정하였다. 측정 파장은 1550 nm이며, 사용한 프리즘은 SF11이다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 수소 유량에 따른 SiO₂ 미립자 형성

실리카 광도파로는 광섬유와 같은 재질을 사용함으로써 매우 낮은 손실을 가진다는 장점을 가지고 있으며, 이러한 실리카는 SiO₂가 주성분으로 SiO₂의 형성은 실리카 광도파막의 제조에 있어서 매우 중요한 공정이다. 따라서 초기 SiO₂ 미립자의 제어 가능 조건을 찾기 위하여 유량을 변화시켜 이러한 조건이 SiO₂ 미립자의 특성에 미치는 영향을 파악하고자 하였다. 수소유량 3000 sccm에서 5000 sccm으로 변화시키면서 산소유량을 8000 sccm으로 고정시켜 SiO₂ 미립자를 형성하였다. Fig. 1은 기관에 증착된 순수한 SiO₂ 미립자를 포집하여 알코올에 분산시킨 후 그리드(Grid)에 부착시킨 미립자의 투과 전자 현미경 사진이다. 수소 유량에 관계없이 전체적으로 평균 0.1 μm 이하의 둥근 구형 미립자가 형성되었음을 알 수 있으며, 수소 유량이 증가할수록 미립자의 분포가 넓어짐을 알 수 있다. 이는 미립자의 형성에 중요한 요인인 반응온도가 수소 유량 증가에 따른 토치내의 온도가 높아짐과 동시에 토치내의 온도 분포가 넓어짐¹⁰⁾에 따라서 다양한 크기의 미립자가 형성된 것으로

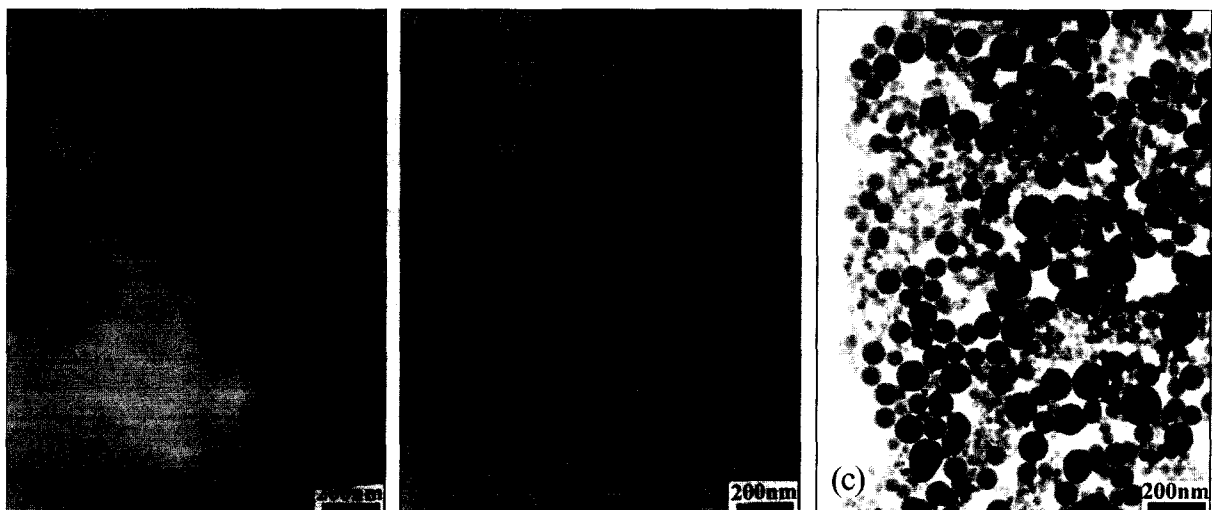


Fig. 1. TEM micrographs of SiO₂ soot with various H₂ flow rate. (a) 3000 sccm, (b) 4000 sccm and (c) 5000 sccm.

판단된다. 따라서 다소 균일한 미립자 형성을 위하여 수소 유량을 3000 sccm 으로 고정시켜서 B, P 함량을 POCl_3 , BCl_3 유량으로 조절하였다. 고밀화 온도를 낮추기 위하여는 순수한 SiO_2 에 상대적으로 P_2O_5 , B_2O_3 의 함량을 높여서 조성의 제어를 통한 용융점을 낮추는 방법으로 실험을 수행하였다. 실험조성은 SiCl_4 , POCl_3 , BCl_3 의 유량을 각각 100 sccm, 80 sccm, 20 sccm(BPSG1)에서 출발하여 Table 1과 같이 POCl_3 와 BCl_3 를 일정 유량으로 증가시켰다.

먼저 SiCl_4 유량을 100 sccm으로 고정시키고 POCl_3 80 sccm, BCl_3 20 sccm으로 증가시킨 경우, 미립자 형상을 Fig. 2(a)에 나타내었다. 순수한 SiO_2 의 미립자인 Fig. 1의 경우와 거의 유사한 형상을 나타내고 있으며, 상대적으로 더 많은 유량인 POCl_3 160 sccm, BCl_3 60 sccm(BPSG3)으로 유량을 매우 증가한 경우 미립자 형상을 Fig. 2(b)에 나타내었는데, 미립자 사이에 일부 necking 현상이 발생하고 있음을 알 수 있다. 이는 Fig. 1에 나타낸 바 있는 순수한 SiO_2 미립자의 형상에서는 necking 현상이 나타나지 않은 것과 비교된다. 이는 상대적으로 용점이 낮은 P_2O_5 와 B_2O_3 의 함량이 증가함에 따라 반응토치내 약 1700°C 이상의 높은 화염온도¹⁰⁾로 인하여 생성된 미립자가 점성이 낮아짐

로써 일부 necking 현상에 의한 응집 과정이 일어난 것으로 판단된다. 이상의 미립자의 형상을 살펴본 결과 P_2O_5 와 B_2O_3 의 함량 증가로 인한 미립자들간의 necking 현상으로 미루어 고밀화 온도를 낮추기 위해서는 먼저, P_2O_5 와 B_2O_3 의 함량을 조절할 필요가 있음을 알 수 있다.

3.2. 유량변화 및 고밀화 온도 변화에 따른 고밀화 현상

Table 1의 각 조성을 공기 중 1230°C 에서 고밀화하는 경우, 미세구조 형상을 Fig. 3에 나타내었는데, POCl_3 와 BCl_3 유량이 낮은 BPSG1의 경우(Fig. 3(a)) 아직 고밀화가 이루어지지 않음을 알 수 있다. POCl_3 와 BCl_3 유량이 다소 증가한 BPSG2의 경우(Fig. 3(b), (c)) 깨끗하고 평탄한 표면을 형성하고 있으며, 간섭현미경으로 관찰한 경우 선명한 간섭무늬가 형성되는 것으로 보아 평탄한 표면임을 알 수 있다. 상대적으로 POCl_3 와 BCl_3 유량을 더욱 증가시킨 BPSG3의 경우(Fig. 3(d)) 과잉 고밀화로 기포(bubble)가 생성되었음을 알 수 있다. 따라서 BPSG3의 경우 고밀화 온도를 낮추게 되면 평탄한 실리카 막을 형성할 수 있을 것으로 추론된다.

따라서 BPSG3를 기준으로 적정 고밀화 온도를 도출할 필요가 있으므로, DSC를 이용하여 BPSG3의 반응 온도를 분석하여 Fig. 4에 나타내었다. DSC 분석 결과 약 100°C 에서 150°C 사이에 급격한 흡열반응이 관찰되었는데, 이는 미립자 속에 포함된 수분의 증발, 방출 현상으로 여겨지며, 이것은 화염가수분해에 의한 반응 생성물인 H_2O 와 HCl 같은 물질들의 분리에 의하거나, P_2O_5 , B_2O_3 와 같은 비규산염 망상 형성물(network former)들이 공기중에서 수증기와 같은 환경에 매우 친밀한 반응성 때문에 실리카 미립자가 물

Table 1. The Gas Flow Rate of Prepared Sample by FHD
(unit: sccm)

Notation	Gas		
	SiCl_4	POCl_3	BCl_3
BPSG1	100	80	20
BPSG2	100	120	40
BPSG3	100	160	60

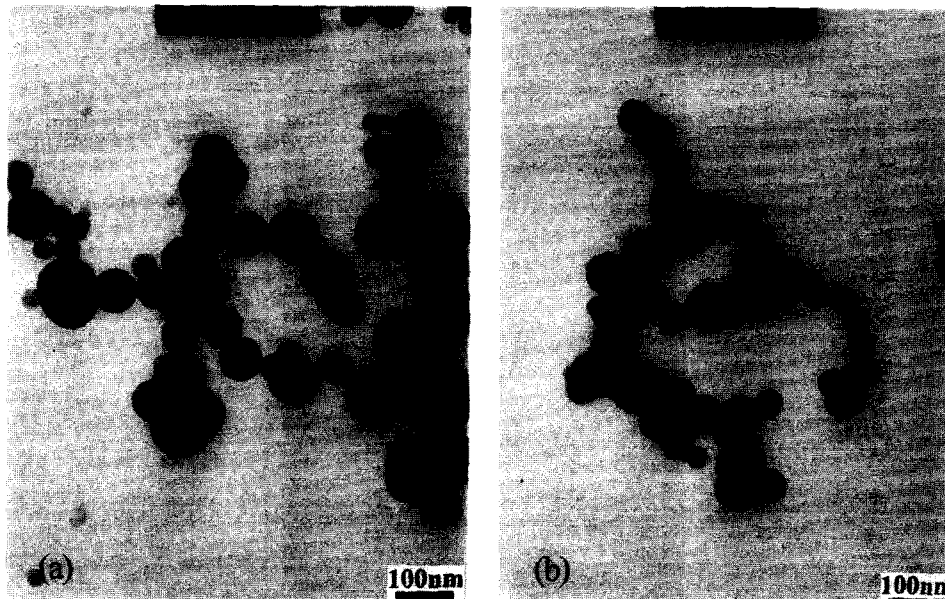


Fig. 2. TEM micrographs of silica soot (H_2 flow rate=3000 sccm). (a) BPSG1 and (b) BPSG3.

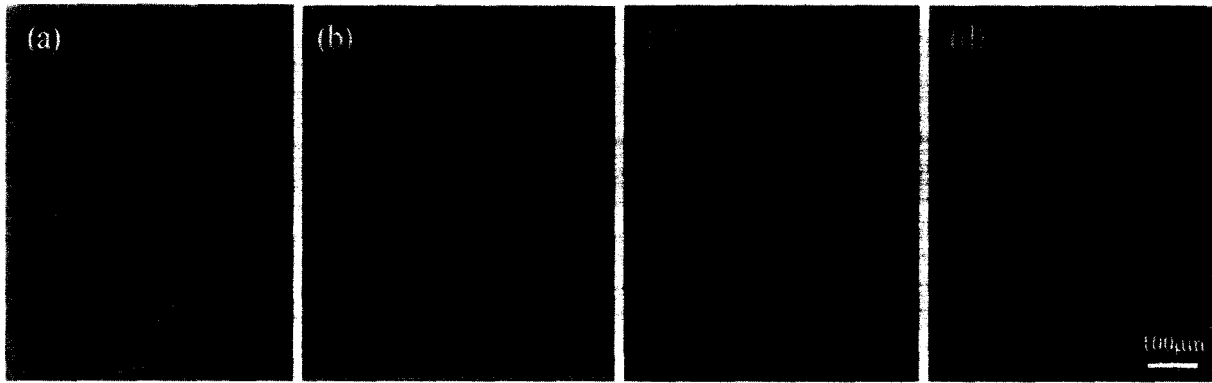


Fig. 3. Optical micrographs of consolidated silica surface with various gas flow rate (Consolidation Temperature : 1230°C). (a) BPSG1, (b) BPSG2 (Planar), and (c) BPSG2 (Interference) and BPSG3 .

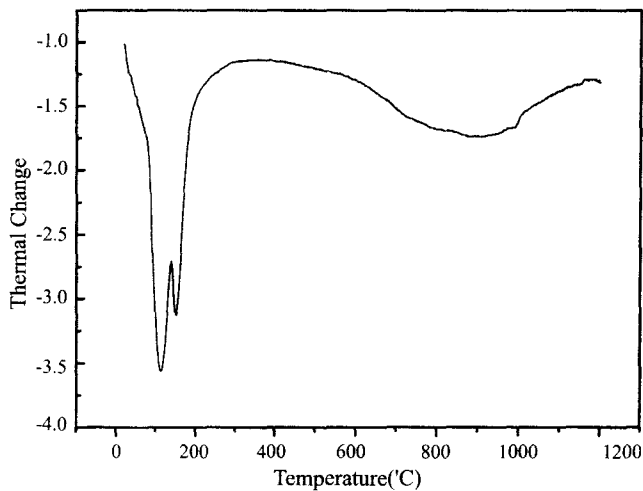


Fig. 4. DSC curve of BPSG3 soot.

(H₂O)를 흡수하기 때문으로 이들 미반응 물질들의 방출현상으로 판단된다. 이후 1200°C 까지 완만한 흡열피크를 나타내고 있는데, 이는 necking에 의한 흡열반응이 나타나고 있음을 알 수 있으며, 적정 고밀화 온도는 1200°C 정도임을 간접적으로 알 수 있다. 이는 sakaguchi에 의하면 실리카 미립자가 온도 상승에 의한 탈수현상 이외에 어떠한 화학적인 반응도 관찰되지 않으며, 흡열반응과 같은 피크를 넓은 온도 영역에 걸쳐 나타내었는데, 고밀화 공정이 계면에너지의 감소로 발생하는 에너지를 실리카 입자의 이동에 활용하는 공정으로 외부로부터 어떤 화학반응에 의한 열교환이 아니라 준열교환(quasi-heat exchange)반응에 의한 것으로 보고하고 있다.¹¹⁾ 피크가 최고 온도보다는 피크가 완전히 제거되는 온도를 고밀화가 완료되는 온도로 보는 것이 타당하며, DSC 분석 결과에서 알 수 있듯이 고밀화 완료 온도는 1200°C 정도로 판단된다.

Fig. 5에 BPSG3의 고밀화 온도변화에 따른 고밀화 과정을 나타내었다. 1150°C에서 고밀화한 경우(Fig. 5(a)) 치밀

화가 이루어지지 않았고, 1200°C에서 고밀화한 경우(Fig. 5(b)) 상당히 치밀화가 이루어져서 결함이 존재하지 않는 실리카막을 얻을 수 있다. 고밀화 온도가 다소 높은 1250°C에서 고밀화가 이루어지는 경우(Fig. 5(c)) 둥근 형태의 미세한 기공(pore)이 분포하고 있으며, 고밀화 온도를 더욱 높은 1300°C에서 고밀화가 이루어지는 경우(Fig. 5(d)), 매우 큰 기포(bubble)가 발생한 것을 알 수 있다. 이는 미립자들의 용융 단계를 거쳐 내부에 존재하는 기포가 표면으로 방출되거나, 내부에 기포상태로 존재하다가 온도 하강에 따른 냉각과정에서 용융체가 굳어진 현상으로 판단된다. 이러한 기포의 발생은 크게 두 가지의 공정 과정에서 발생하는 것으로 알려져 있는데,¹¹⁾ 첫째는 고밀화 과정에서 불충분한 고밀화 온도가 낮거나 고밀화 시간이 짧음으로 인한 불충분한 고밀화 과정에서 발생, 둘째는 고밀화 온도가 지나치게 높거나 도핑(doping)원소의 농도가 높은 경우 큰 기포가 발생하는 것으로 보고하고 있다. 따라서 이러한 기공의 발생은 고밀화 공정중 여러 단계에서 발생함을 알 수 있는데, Sakaguchi는 고밀화 과정에서 마지막 단계에서 존재한다고 보고하였다.¹³⁾ 본 연구에서는 적정 고밀화 온도보다 높은 온도에서 고밀화한 경우 발생하는 것으로 판단되는데, 이는 적정 고밀화 온도보다 높은 경우 표면 실리카의 용융 단계를 거쳐 비등단계에서 실리카 유리막내에 존재하는 상대적으로 휘발하기 용이한 B, P성분의 과도한 증발에 의해 발생한 기포로 판단된다. 따라서 BPSG3의 경우 고밀화 과정을 살펴본 결과 1200°C에서 치밀한 실리카 막을 얻을 수 있었다.

XRD 분석을 통한 고밀화 온도변화에 따른 유리화 거동을 살펴보기 위하여 XRD 분석을 수행하여 Fig. 6에 나타내었다. Soot 상태에서 생긴 미반응물의 피크가 발견되었으며, 고밀화 온도가 1200°C 이하의 온도에서는 미반응 생성물이 존재함을 알 수 있으나, 1200°C 이상에서는 완전한 유리화가 이루어져 있음을 알 수 있다.

고밀화 온도에 따른 두께 변화를 SEM으로 관찰하여 Fig.

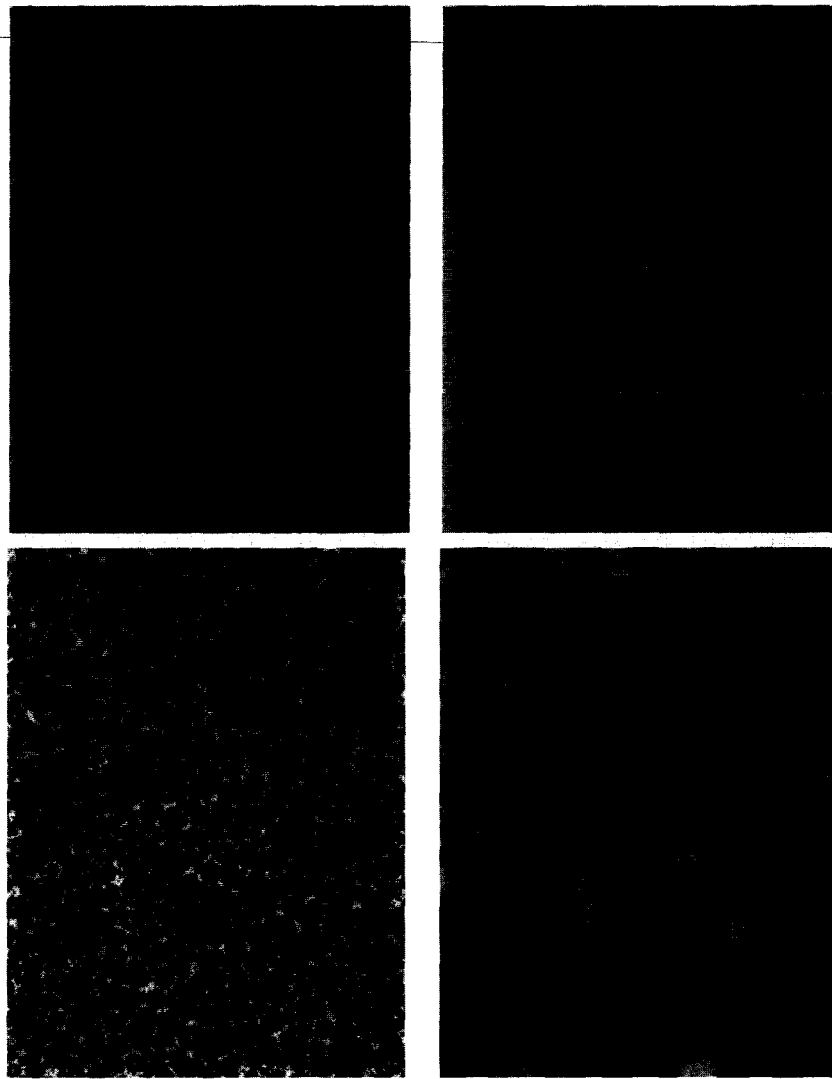


Fig. 5. Optical micrographs of BPSG3 with various consolidation temperature. (a) 1100°C, (b) 1200°C, (c) 1250°C and (d) 1300°C.

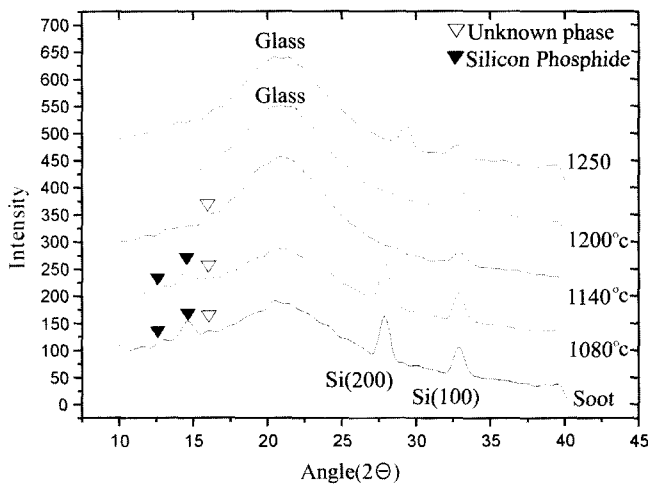


Fig. 6. XRD patterns with various consolidation temperature (BPSG3).

7에 나타내었다. 고밀화 이전 단계인 초기 soot 증착시 210 μm 이었으나, 이후 고밀화 온도가 증가하면서 1080°C에서 58 μm 로 급격히 감소하였다. 1140°C까지는 18 μm 로 두께 감소가 일어나고, 이후 1200°C 정도로 온도가 높아지면 거의 두께 변화가 일어나지 않는데, 이는 고밀화 마지막 단계에 도달하면 미세한 기공들만이 존재하므로 이들 기공들의 방출만으로 두께 감소가 이루어지기 때문이다.

3.3. 고밀화 분위기에 따른 고밀화 현상

고밀화 분위기가 고밀화에 미치는 영향을 관찰하기 위하여 공기 분위기, 산소분위기, He 분위기에서 고밀화를 수행하였으며, 고밀화 분위기에 따른 미세구조 변화를 Fig. 8에 비교하여 나타내었다.

공기중에서 1050°C에서 고밀화한 경우 많은 기공이 산재해 있으며, 고밀화가 이루어지고 있는 과정임을 알 수 있다.

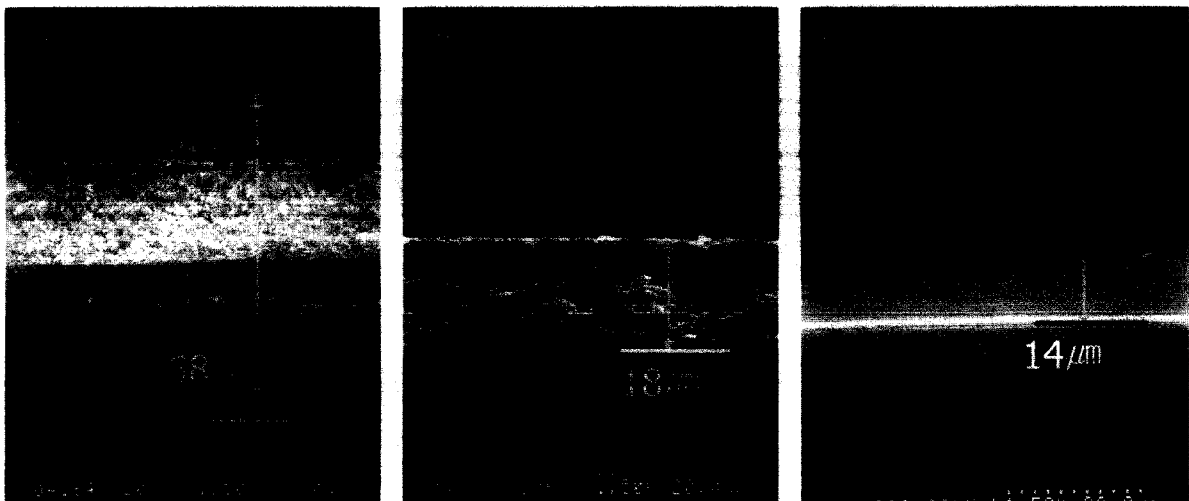


Fig. 7. Thickness change of BPSG3 silica film with consolidation temperature. (a) 1080°C, (b) 1140°C and (c) 1200°C.

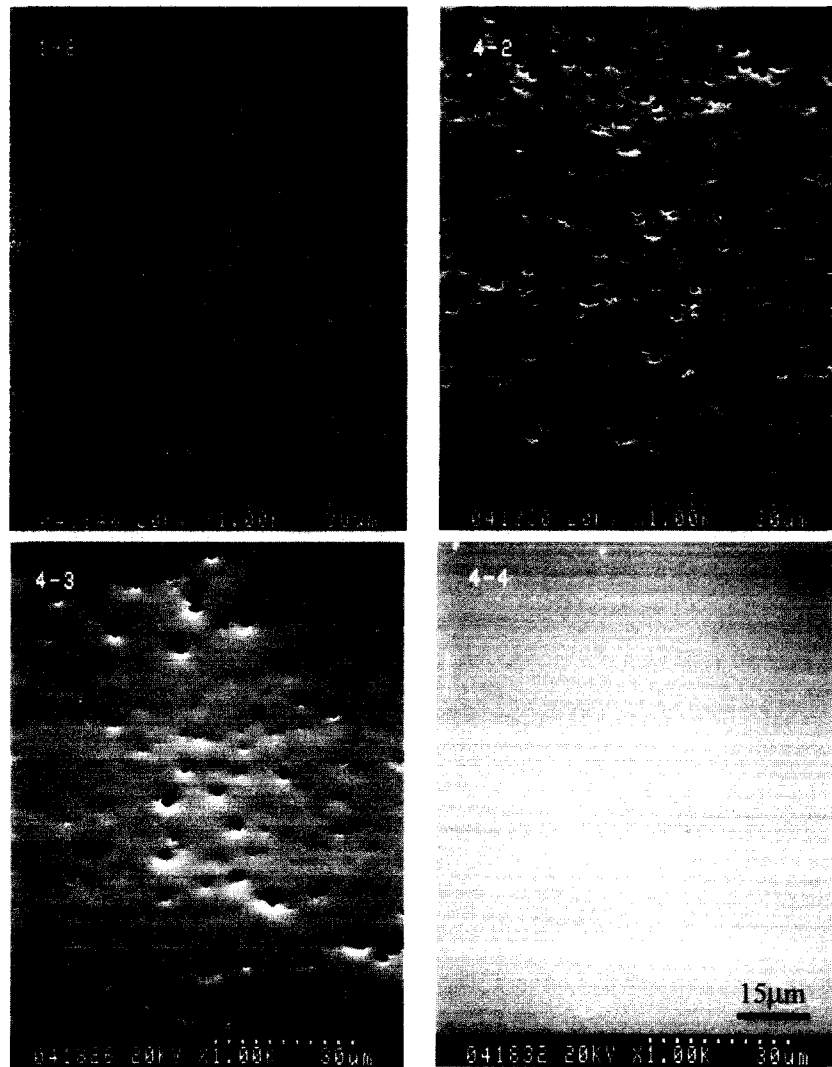


Fig. 8. Microstructural change of BPSG3 with consolidation atmosphere (consolidation temperature: 1050°C). (a) Air, (b) O₂, (c) N₂ and (d) He.

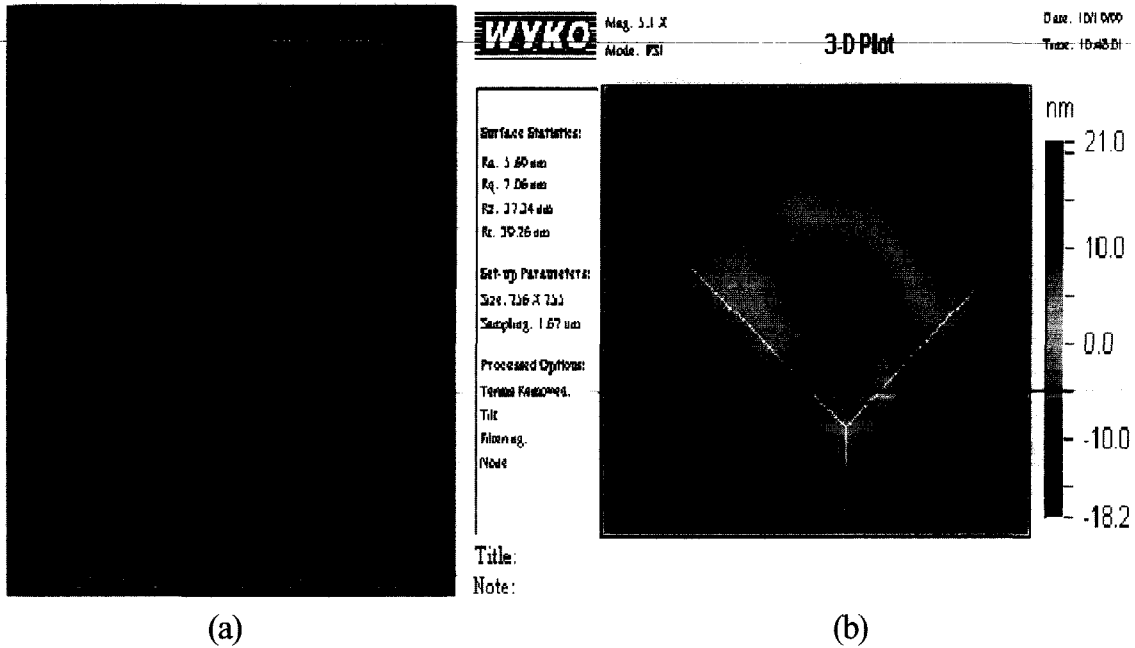


Fig. 9. Cross section and surface roughness of silica film consolidated at 1050°C in He atmosphere. (a) cross section and (b) surface roughness.

산소 분위기에서 고밀화한 경우 일부 약간의 기공이 존재하고 있으나, 현저히 기공의 수가 줄어있음을 알 수 있다. 이는 산소가 실리카 미립자 형성시 미반응 물질인 OH기가 산소분위기에서 분해되어 쉽게 방출되었기 때문으로 판단된다. 또한 같은 조성을 불활성 분위기인 He 분위기에서 고밀화한 경우 표면이 매우 깨끗한 실리카 막을 형성하였으며, 이는 He 가스는 실리카내에서 확산계수가 다른 분위기 가스들 보다 매우 큰 것으로 알려져 있는데, 고밀화 과정에서 흡착되어 내부에 갇힌 기체가 외부로 빠르게 확산되어 빠져나오기 때문으로 판단된다.¹⁴⁾ 따라서 매우 낮은 온도인 1050°C에서도 고밀화가 잘 이루어진 실리카 막을 제조할 수

있었으며, 공기중에서 적정 고밀화 온도인 1200°C 보다 150°C 정도를 낮출 수 있었다. He 분위기에서 고밀화한 박막의 표면 조도를 관찰한 결과를 Fig. 9에 나타내었는데, 표면조도가 5.6 nm의 균질한 실리카 막이 형성되었음을 알 수 있다. 또한 프리즘 커플러를 이용하여 막의 굴절율 및 두께를 1550 nm 파장에서 측정한 결과를 Fig. 10에 나타내었는데, 각 피크가 매우 선명하게 나타난 결과로 보아, 광학적 특성도 우수한 것으로 판단되며, 각 피크의 위치를 분석하여 굴절율을 계산한 결과, 굴절율이 1.4454이며, 두께가 14 μm인 실리카 막을 1050°C까지 낮은 온도에서 제조할 수 있었다.

4. 결 론

화염가수분해공정을 이용하여 수소유량별 SiO₂ 미립자를 형성하였다. 수소 유량에 관계없이 평균 0.1 μm 이하의 둥근 구형 미립자가 형성되었음을 알 수 있으며, 수소의 유량이 증가할수록 미립자의 분포가 넓어짐을 알 수 있었다. 또한 1100°C 이하의 저온에서 제작 가능한 실리카 막을 형성하기 위하여 B, P의 유량을 증가시키면서 고밀화 과정에서의 고밀화 현상 및 두께 변화를 관찰하였으며, 최적의 고밀화 조건을 도출하였다. He 분위기를 이용하여 적정 고밀화 온도 1200°C 보다 150°C정도 낮은 1050°C에서 실리카 막을 제조할 수 있었다. 화염가수분해공정으로 제조된 실리카 막의 표면조도는 5.6 nm이며, 굴절율은 1.4454, 두께 14 μm의 투명한 실리카 막을 형성할 수 있었다.

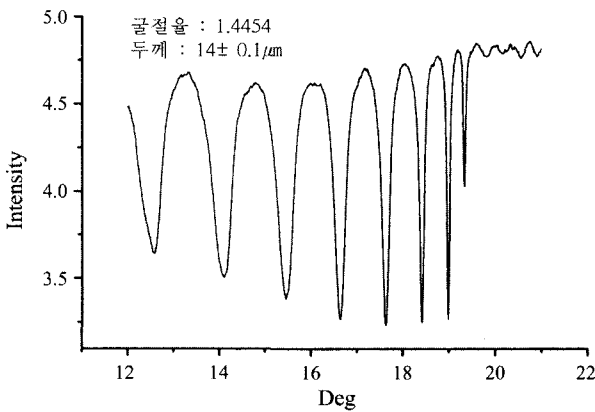


Fig. 10. Prism coupler curve of silica film consolidated at 1050°C in He atmosphere.

REFERENCES

1. M. Kawachi, "Silica Waveguide on Silicon and Their Application to Integrated-optic Components," *Optical and Quantum Electronics*, **22** 391-416 (1990).
2. S. I. Ro, J. S. Kim, Y. S. Jung, D. W. Shin and K. H. Song, "The Fabrication of Er/Al Co-doped Silica Films for 1.55 Optical Amplifier," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [12] 1144-49 (2001).
3. T. Valette and J. P. Jadot, "Si-based Integrated Optics Technologies," *Solid State Tech.*, Feb., 69-75 (1989).
4. H. Verbeek and C. H. Henry, "Integrated Four Channel Mach-Zender Multi/Demultiplexer Fabricated with Phosphorous Doped SiO₂ Waveguides on Si," *J. Lightwave Tech.*, **6** [6] 1011-15 (1988).
5. P. Coudray and J. Chisham, "Ultraviolet Light Imprinted Sol-gel Glass Waveguide Devices on Silicon," *Optics Communications*, **128** 19-22 (1996).
6. F. Morse, A. Kilian and L. Reinhart, "Aerosol Doping Technique for Glass Formation," *J. Non-Cryst. Solids*, **129** 93-100 (1991).
7. J. K. Sim, Y. H. Lee, H. K. Sung and T. G. Choy, "The Effective Doping into Silica Layer Fabrication by Flame Hydrolysis Deposition," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **35** [4] 364-70 (1998).
8. J. K. Sim, T. H. Kim, J. U. Shin, S. H. Park, D. J. Kim and H. K. Sung, "Fabrication of Low Loss Silica Slab Waveguide by Flame Hydrolysis Deposition," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **37** [6] 524-29 (2000).
9. H. J. Lee and S. S. Lee, "Measurement of the effective indices of InGaAsP Waveguides by Silicon Prism Coupler," *J. Kor. Phys. Soc.*, **22** [4] 487-91 (1989).
10. J. Y. Kim, M. S. Choi and J. G. Cho, "An Experimental Study of Heat Transfer and Particle Deposition during the Outside Vapor Deposition Process," *Trans. Kor. Soc. Mech. & Eng.*, **19** [11] 3063-71 (1995).
11. S. Sakaguchi, "Consolidation of Silica Glass Soot prepared by Flame Hydrolysis Reaction," *J. Non-Cryst. Solids*, **171** 228-49 (1994).
12. K. L. Waker, J. W. Harvey, F. T. Geyling and S. R. Nagel, "Consolidation of Particulate Layers in the Fabrication of Optical Fiber Preforms," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63** 96-102 (1980).
13. S. Sakaguchi, "Behavior of Closed Pores formed in Consolidation Process for Silica Soot Precursor," *J. Non-Cryst. Solids*, **189** 43-9 (1995).
14. N. P. Bansal and R. H. Doremus, *Handbook of Glass Properties*, p.25, Academic Press Inc., 1986.