



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102320732 A

(43) 申请公布日 2012. 01. 18

(21) 申请号 201110245353. 4

(22) 申请日 2011. 08. 25

(71) 申请人 长飞光纤光缆有限公司

地址 430074 湖北省武汉市东湖高新技术开  
发区关山二路 4 号

(72) 发明人 罗杰 曹蓓蓓 倪先元

(74) 专利代理机构 武汉开元知识产权代理有限  
公司 42104

代理人 马辉

(51) Int. Cl.

C03B 37/018(2006. 01)

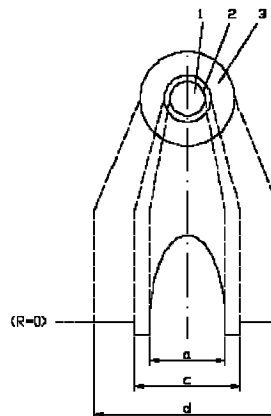
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

一种制备光纤预制棒的方法

## (57) 摘要

本发明涉及一种制备光纤预制棒的方法,该方法包括用外部气相沉积法以硅烷或硅氧烷为原料直接在芯棒的外表面包覆均匀的石英疏松体,形成疏松体预制棒,再将疏松体预制棒缓慢高温加热进行脱水和烧结成透明的光纤预制棒。本发明采用清洁的硅烷或硅氧烷作为形成包层石英的原料,而不会产生大量有害的氯化氢,克服了含氯原料在包层中引入阻断原子键的单键的缺点,提高了预制棒材料的纯度和强度,可改善光纤的机械强度。



1. 一种制备光纤预制棒的方法,它是用外部气相沉积法以硅烷或硅氧烷为原料直接在芯棒的外表面包覆均匀的石英疏松体,形成疏松体预制棒,再将疏松体预制棒缓慢高温加热,进行脱水烧结成透明的光纤预制棒。

2. 如权利要求1所述的一种制备光纤预制棒的方法,所述的硅烷的通式为 $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$ , $n$ 为1-10的整数;硅氧烷是含硅氧键的链状、环状或网状的高分子化合物。

3. 如权利要求1或2所述的一种制备光纤预制棒的方法,其中所述的硅烷是甲基硅烷、二甲基硅烷或三甲基硅烷。

4. 如权利要求1或2所述的一种制备光纤预制棒的方法,其中所述的硅氧烷是八甲基环四硅氧烷或者是甲基三甲氧基硅烷。

5. 如权利要求1所述的一种制备光纤预制棒的方法,其中所述的芯棒为等离子体管内化学气相沉积法制备,且衬管为高纯度、低羟基石英玻璃衬管,其相对折射率为0至-0.3%,其羟基含量小于等于1000ppb。

6. 如权利要求1所述的一种制备光纤预制棒的方法,其中所述的预制棒的光纤参数满足以下条件: $1.2 \leq c/a \leq 4.35$ ,且 $2.1 \leq d/c \leq 3.4$ 。

7. 如权利要求1所述的一种制备光纤预制棒的方法,它是将疏松体预制棒在 $800^\circ\text{C} \sim 1200^\circ\text{C}$ 的温度条件下,在氧气、氯气和氩气的混合气氛下进行脱水,逐步驱除疏松体中的有机物、水分和金属杂质,然后在 $1400 \sim 1600^\circ\text{C}$ 的温度条件下于氧气、氩气和氯气为混合气氛下高温加热烧结成无气泡透明的大型光纤预制棒。

## 一种制备光纤预制棒的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备光纤预制棒的方法,该方法包括用外部气相沉积法以硅烷或硅氧烷为原料直接在芯棒的外表面包覆均匀的石英疏松体,形成疏松体预制棒,再将疏松体预制棒缓慢高温加热进行脱水和烧结成透明的光纤预制棒。

### 背景技术

[0002] 30 多年来,光纤制造工艺一直在不断发展。光纤预制棒制造技术是光纤产业的核心技术。目前商用预制棒的生产一般采用“两步法”的制造工艺,即第一步,芯棒的制造;第二步,外包部分的制造和成棒。其中芯棒的制造工艺典型的有管内法气相沉积工艺,如 MCVD(modified chemical vapor deposition) 改进化学气相沉积工艺和等离子体化学气相沉积(plasma chemical vapor deposition) 等离子体激发化学气相沉积法,以及管外法气相沉积工艺如 OVD(outside vapor deposition) 外部气相沉积工艺和 VAD(vapor axial deposition) 外部轴向沉积工艺。外包技术目前典型的工艺包括 RIT(rod in tube) 和 RIC(rod in cylinder) 套管法、Soot 直接外包法、APVD 等离子体喷涂法和溶胶-凝胶法。其中套管法和 Soot 直接外包法主要采用类似芯棒外部气相沉积工艺特点的实现包层材料的制备,主要区别在于相对芯棒制造工艺,套管法采用的是离线制备方式,Soot 直接外包法采用的是在线制备方式。在生产芯棒时,为了确保光纤的光学质量,不仅制造芯棒也必需制造部分的包层。随后可以把芯棒拉细成很多小芯棒,也可以不拉细,这取决于芯棒的大小。接下来,在芯棒上附加外包层(俗称外包技术 overcladding),制成预制棒。拉丝之前,可以把预制棒拉伸缩小直径,也可以不拉伸,这取决于预制棒和拉丝炉的大小。光纤预制棒的光学特性主要取决于芯棒制造技术;光纤预制棒的成本主要取决于外包技术,因此芯棒制造技术和外包技术成为光纤预制棒制造领域的核心技术。

[0003] 现有的最接近的光纤预制棒的方法为套管法,如 US005837334A、US007089765B2。目前套管法是先制造出芯棒,再将该芯棒插入尺寸匹配的石英玻璃管,经高温加热使芯棒与套管同步熔化融合延长成为光导纤维。套管法是用于常规生产的与本发明最接近的技术之一。但是这种套管法存在以下不足之处:大尺寸的套管要求的几何精度高,制造工艺复杂,套管加工过程中的材料损失导致成本增加。芯棒与套管的界面增加了光纤拉丝工艺的复杂程度,界面的清洗和干燥变得更加严格,而且界面增加了光纤机械强度薄弱环节产生的几率,增加了单位长度光纤断裂的可能性,界面也对光纤水峰(光纤传输中由于羟基在 1360nm~1460nm 范围内吸收峰称为水峰)产生不利影响,避免界面附加的工艺流程增加了预制棒的生产成本。

[0004] 管外法+Soot 直接外包法是目前被行业认为是制造低成本大型预制棒首选的工艺路线,如 US005917109A。尤其随着 VAD 和 OVD 向多灯结构多组震荡沉积工艺的技术发展,Soot 直接外包法显著降低了光纤预制棒的制造成本。由于外部气相沉积法 VAD 和 OVD 特点是沉积速率高、原材料容易获得,目前管外法+Soot 直接外包技术提供了大部分的商用预制棒,典型的两步法工艺路线为 VAD+OVD、OVD+OVD、VAD+VAD。但是为制备低水峰大型预制

棒,管外法+Soot 直接外包法的技术路线也存在如下不足:众所周知,管外法由于存在 Soot 制备和玻璃化的分离流程,在实现复杂折射率剖面 and Ge/F 共掺工艺等方面相对管内法明显不足,因此,工艺稳定性方面面临巨大挑战。

[0005] 另一种与本发明接近的技术是等离子体化学气相沉积+APVD 技术。该技术是以管内化学气相沉积法制成的芯棒为靶棒,在其外采用 APVD 工艺将石英粉喷涂到石英靶上而制成廉价的复合外包层。合成石英靶棒确保了光纤的质量,外喷技术石英粉具有较高的沉积效率,是一种已经用于常规生产的低成本的技术。但是这种技术有以下问题,由于 APVD 的沉积效率高且采用廉价的石英粉,这种石英粉的纯度和一致性受原材料影响而波动较大,其中含有的某些杂质对光纤的拉丝强度有不利影响,这种原材料不可提纯和不可再生限制了其生产大尺寸预制棒技术的推广。此外,该技术路线制备的大型预制棒由于材质的一致性显著影响光纤机械性能,拉丝工艺过程中典型断点率是 Soot 外包工艺制备大型预制棒的两倍以上。

[0006] 等离子体化学气相沉积工艺的特点是沉积层的厚度很薄,可通过进料的精确控制,使光纤的波导结构设计和材料组成及结构设计达到和谐的统一。在材料组成和结构设计方面,引入功能梯度材料的设计,即通过设定适当的配方,使芯棒或光纤横截面的径向上具有连续的组成和结构梯度变化,并因此使材料的性质渐变,使预制棒中无明显的界面。在使各层粘度匹配的同时,热应力得到缓和,从而在光纤制造的后续工艺中,光纤中就不会残余热应力和产生断键,从而降低了光纤的衰减、优化了 PMD、翘曲、熔接和抗氢老化等特性。等离子体化学气相沉积工艺芯层和光学包层都掺  $\text{GeO}_2$  和 F,利用二者对粘度影响的差异可很容易实现芯层和包层在粘度上的匹配,从而等离子体化学气相沉积光纤即使不用  $\text{D}_2$  处理也具有良好的抗氢损性能。等离子体化学气相沉积工艺引入 F 除了起降低折射率的作用外,还可显著降低高温状态下羟基向芯区的扩散速率,达到降低水峰的效果。另外,适量的 F 还可有效降低光纤中的缺陷。在拉丝过程中,光纤易形成  $\text{Si}\cdot$ 、 $\text{Ge}\cdot$ 、 $\text{SiO}\cdot$  和  $\text{GeO}\cdot$  等缺陷,这些缺陷不仅会引起强的紫外吸收,其拖尾影响直至 1550nm 的衰减,同时这些缺陷极易与 H 结合,形成强的吸收峰。氟可与这些缺陷结合,对缺陷起到一个很好的愈合作用,不仅仅使光纤具有低的衰减,还确保了光纤优良的抗氢损特性。等离子体化学气相沉积工艺采用离子体作用沉积石英玻璃,氟具有较高的沉积效率,而对于 OVD 和 VAD 工艺,沉积过程中氟的沉积效率极低,大多数掺 F 是在烧结过程中进行的(如通入  $\text{SiF}_4$ )。但受沉积层厚度的限制,需要采用多次沉积-烧结的方法,因而在掺氟方面,等离子体化学气相沉积工艺具有明显优势。等离子体化学气相沉积以其折射率剖面控制精准的优势尤其适合制造 G652D、G. 657、G. 655、DCF 等类型光纤。

[0007] 现有技术中的气相沉积法都是以  $\text{SiCl}_4$  为原料, $\text{SiCl}_4$  气相沉积法会产生强烈腐蚀性和毒性的氯气和氯化氢,净化处理代价高昂,且未参与反应的残余  $\text{SiCl}_4$  难以氢化回收,一旦进入环境将产生恶劣影响,被污染土地会变成不毛之地。

[0008] 以  $\text{SiCl}_4$  为原料沉积石英玻璃,会在石英玻璃材料中引入 Si-Cl 键,破坏了原有的 Si-O 空间网络结构,造成 Si-O 原子链的断裂,宏观上表现为降低了石英熔体的粘度和光纤的机械强度,使得光纤断裂几率增大。上述技术缺陷一直是本领域的技术人员亟待解决的技术问题。

[0009] 本发明的一些术语的定义为:

[0010] 衬管：管内气相沉积用的高纯石英玻璃管，反应物在管内反应后沉积在玻璃管的内壁形成薄层玻璃。

[0011] 芯棒：含有芯层和部分沉积包层的实心预制件。

[0012] 硅烷：包括通式  $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$  的一类的氢化物和该氢化物上的氢原子被一种或几种其它基团取代的衍生物， $n$  为大于或等于 1 的整数。

[0013] 硅氧烷：是含硅氧键的链状、环状或网状的高分子化合物。

[0014] 折射率剖面：预制棒 / 芯棒 / 光纤玻璃折射率与其半径之间的关系曲线。

[0015]  $a$  值：光纤中芯层的直径。

[0016]  $c$  值：定义为管内法制备的芯棒折算为光纤中的直径。

[0017]  $d$  值：定义为预制棒折算为光纤中的直径。

[0018] 相对折射率差  $\Delta i\%$ ：

[0019] 相对折射率  $\Delta i\%$ ：
$$\Delta i\% = \frac{n_i^2 - n_0^2}{n_0^2} \times 100\%$$
，其中  $n_i$  为第  $i$  层光纤材料的折

射率， $n_0$  为纯石英玻璃的折射率。

[0020] 疏松体预制棒：是包含 PCVD 芯棒和 Soot 外包的疏松体预制棒。

## 发明内容

[0021] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术存在的不足而提供一种光纤预制棒的制备方法。本发明的主要优点在于采用清洁的硅烷或硅氧烷作为形成包层石英的原料，而不会产生大量有害的氯化氢，克服了含氯原料在包层中引入阻断原子键的单键的缺点，提高了预制棒包层材料的一致性和强度。

[0022] 本发明的目的是由下述方法来实现的：它是用外部气相沉积法以硅烷或硅氧烷为原料直接在芯棒的外表面包覆均匀的石英疏松体，形成疏松体预制棒，根据芯棒的波导结构计算出需要的外包层沉积材料的质量，用外部法在该芯棒表面上沉积外包层材料。或者先将该芯棒进行拉伸延长后，再作为靶棒沉积外包层材料。再将疏松体预制棒缓慢高温加热，进行脱水烧结成透明的光纤预制棒。

[0023] 所述的硅烷的通式为  $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$ ， $n$  为 1-10 的整数，可以是氢化物或该氢化物上的氢原子被一种或几种其它基团取代的衍生物以及环硅烷；硅氧烷是含硅氧键的链状、环状或网状的高分子化合物。所述的硅烷优选甲基硅烷。所述的硅氧烷优选八甲基环四硅氧烷或甲基三甲氧基硅烷。

[0024] 本发明较好的技术方案是：所述的芯棒为等离子体管内化学气相沉积法制备，且衬管为高纯度、低羟基石英玻璃衬管，其相对折射率为 0 至 -0.3%，其羟基含量小于等于 1000ppb，一般为 100ppb，优选小于 10ppb。所述的预制棒的光纤参数满足以下条件： $1.2 \leq c/a \leq 4.35$ ，且  $2.1 \leq d/c \leq 3.4$ 。

[0025] 本发明更好的技术方案是：将疏松体预制棒在  $800^\circ\text{C} \sim 1200^\circ\text{C}$  的温度条件下，在氧气、氯气和氩气的混合气氛下进行脱水，逐步驱除疏松体中的有机物、水分和金属杂质，然后在  $1400 \sim 1600^\circ\text{C}$  的温度条件下于氧气、氩气和氯气为混合气氛下高温加热烧成无气泡透明的大型光纤预制棒。该预制棒可以直接用于拉丝或将预制棒拉伸整形等后续光纤制

备工艺。

[0026] 本发明更具体的技术方案是：将熔缩或拉伸后的芯棒安装在外沉积车床上绕芯棒轴线旋转，将硅烷或硅氧烷等原料气体和燃料气体用不同的管路通往喷灯，使喷灯的火焰喷向该靶棒。芯棒与火焰发生相对的平行于轴线的平移，使得喷灯火焰中生成的玻璃微粒一层层地沉积在靶棒上，形成了具有足够的包层玻璃微粒材料的疏松体预制棒。沉积工艺需要根据粉尘密度，控制粉尘棒的外径，使之满足最终光纤的几何要求。为实现大尺寸预制棒和降低光纤制造成本，优选单棒组灯等效沉积速率不小于 60g/min 的直接外包工艺，也可以采用多排组灯同步沉积的工艺方式。可以对等离子体化学气相沉积直接沉积或二次熔缩的芯棒进行预拉伸，在优化工艺流程的同时也使得等离子体化学气相沉积芯棒一次沉积单根长度得以突破 1200mm。

[0027] 相对于以  $\text{SiCl}_4$  为原料的气相沉积法，本发明所述方法具有沉积效率高，尾气洁净环境负荷小的优势。硅烷和硅氧烷容易提纯，含硅量高（其中甲硅烷高达 87.5%），分解速度快，分解温度较低，分解率高，外部法硅烷或硅氧烷的沉积效率比  $\text{SiCl}_4$  高 10%~20%。 $\text{SiCl}_4$  气相沉积法会产生强烈腐蚀性和毒性的氯气和氯化氢，净化处理代价高昂，且未参与反应的残余  $\text{SiCl}_4$  难以回收，一旦进入环境将产生恶劣影响，被污染土地会变成不毛之地。而硅烷和硅氧烷氧化后产物为无毒无害的二氧化硅、水、二氧化碳等，对环境无影响。

[0028] 本发明的特点和产生的积极效果为：

[0029] 1、用硅烷或硅氧烷为主要原料制备预制棒疏松体具有沉积效率高和转化率高的优点，且产物洁净，无环境污染。

[0030] 2、本发明选用的工艺路线包含预制棒疏松体的脱水 / 烧结炉中进行脱水和熔缩的过程，去除了化学杂质和预制棒内部的细微结构缺陷，克服了含氯原料在包层中引入单键从而阻断硅氧四面体网络的缺点，提高了预制棒材料的纯度和强度，可改善光纤的机械强度。

[0031] 3、本发明相对于套管法，直接在芯棒上沉积外包层，省去了制造套管所必需的研磨、抛光、拉伸等一系列工序，降低了制造成本。当前国内的大型预制棒套管依赖进口，不但价格高昂，而且在材规格上受制于人。将芯棒制造和外部法制备包层材料两种工艺结合起来，综合了两种工艺的优势，既优化了光纤芯棒的组成结构保证了光纤产品的光纤性能，又结合了沉积效率高、便于大型化的外部气相沉积法降低了预制棒的成本，符合高性能、低成本的产业化趋势。

[0032] 4、本发明所述方法既可获得高精度的光波导结构，又获得了高的生产效率，适合制造高质量的大型光纤预制棒。该方法制备的预制棒直径达 200mm，可连续拉制的光纤达 3000 公里，可以减少多根预制棒的头尾损耗，减少工艺运输和安装等非必要生产工时，增加连续生产时间，提高原材料利用率。

## 附图说明

[0033] 图 1 是本发明实施例 1 光纤预制棒及其拉制的光纤剖面示意图。

[0034] 图 2 是本发明实施例 2 光纤预制棒及其拉制的光纤剖面示意图。

[0035] 图 3 是本发明实施例 3 光纤预制棒及其拉制的光纤剖面示意图。

[0036] 图中：1 表示预制棒沉积的对应光纤纤芯的部分，2 表示预制棒芯棒部分，3 表示用

外部法沉积在芯棒表面的石英玻璃部分,  $R = 0$  表示相对折射率差等于 0 的部分。

### 具体实施方式

[0037] 实施例 1:

[0038] 用等离子体管内化学气相沉积法在高纯度、低羟基石英玻璃衬管内沉积 Ge/F 共掺的芯层和部分内包层材料, 衬管的羟基含量要求小于等于 1000ppb, 进一步的要求小于 100ppb, 更进一步的要求小于 10ppb。采用外径 36mm 的衬管, 从其一端向管内通入比例按程序变化的四氯化硅蒸气、四氯化锗蒸气和高纯氧气的混合气流, 用低压等离子体引发化学反应在衬管内壁形成数千层厚度为微米级的石英玻璃薄层。将上述含有沉积层的衬管置于 1900°C -2200°C 下的高温下熔缩成实心的玻璃棒, 即为芯棒。沉积层构成了预制棒中对应的纤芯部分和掺氟包层, 甚至还构成了一部分包层部分, 该芯棒具有光纤传输所必需的芯/包层结构。芯棒直径是 28mm。熔缩时采用的加热方式可以是氢-氧焰、石墨炉、高频等离子炬等。熔缩完毕后用 2100°C -2200°C 的高温氢氧火焰对固体芯棒进行表面抛光。

[0039] 再将该芯棒作为靶棒安装在外沉积车床上, 将甲基硅烷和氧气通过不同的管路输入喷灯, 并在喷灯的喷嘴处发生混合燃烧形成二氧化硅粉附着在靶棒上形成预制棒疏松体。该预制棒疏松体的密度为石英玻璃密度的 50%~55%, 将预制棒该疏松体垂直置入脱水/烧结炉中, 炉内通入氧气 1500sccm 和氯气 150sccm, 以 5°C/min 的升温速率使炉温上升到 1150°C, 并在此条件下恒温 90min, 去除水分和其他杂质, 然后, 将脱水/烧结炉上部局部升温到 1650°C -1700°C, 同时绕预制棒轴线旋转疏松体, 用 5mm/min 的速度向上提升预制棒, 使整根预制棒疏松体烧结为均匀透明的光纤预制棒。经测试, 该预制棒  $c/a = 1.2$  且  $d/c = 2.1$ 。利用等离子体化学气相沉积工艺易于深掺杂、复合掺杂、精确控制芯棒折射率剖面结构的优越性, 制备氟掺杂芯层和包层从而获得低衰减。

[0040] 实施例 2:

[0041] 用气相沉积法在相对折射率为 -0.30% 外径为 50mm 的掺氟石英管内部沉积石英玻璃。其中芯层氟掺杂折射率贡献量为 -0.08%, 管内法制备的下陷包层 F 掺杂折射率贡献量为 -0.15%。为提高芯棒产能, 优选大尺寸衬管和高速率沉积工艺, 芯棒长度 1200mm。衬管的羟基含量小于 100ppb。从衬管的一端向管内通入比例按程序变化的四氯化硅蒸气、四氯化锗蒸气和高纯氧气的混合气流, 在衬管内壁形成数千层厚度为微米级的石英玻璃薄层。将上述含有沉积层的衬管置于 2000°C -2200°C 下的高温下熔缩成实心的玻璃棒, 得到直径 46mm 的芯棒。采用高频等离子炬将芯棒熔缩完毕后, 沉积层构成了预制棒中对应的纤芯部分和掺氟包层, 衬管构成了一部分掺氟包层部分, 该芯棒具有光纤传输所必需的芯/包层结构。

[0042] 再将该芯棒作为靶棒安装在外沉积车床上, 将八甲基环四硅氧烷和氧气通过不同的管路输入喷灯, 并在喷灯的喷嘴处发生混合燃烧形成二氧化硅粉附着在靶棒上形成预制棒疏松体。该预制棒疏松体的密度为石英玻璃密度的 50%~55%, 将预制棒该疏松体垂直置入脱水/烧结炉中, 炉内通入氧气 1500sccm 和氯气 200sccm, 以 4°C/min 的升温速率使炉温上升到 1150°C, 并在此条件下恒温 100min, 去除水分和其他杂质, 然后, 将脱水/烧结炉上部局部升温到 1650°C -1700°C, 同时绕预制棒轴线旋转疏松体, 用 5mm/min 的速度向上提升预制棒, 使整根预制棒疏松体烧结为均匀透明的光纤预制棒。经测试, 该预制棒  $c/a =$

4.35 且  $d/c = 3.4$ 。该预制棒直径达 200mm,可连续拉制 G.657 光纤 3000 公里,可以减少多根预制棒的头尾损耗,减少工艺运输和安装等非必要生产工时,增加连续生产时间,提高原材料利用率。

[0043] 实施例 3:

[0044] 用气相沉积法在相对折射率为  $-0.30\%$  外径为 50mm 的掺氟石英管内部沉积石英玻璃。其中芯层氟掺杂折射率贡献量为  $-0.10\%$ ,管内法制备的内包层 F 掺杂折射率贡献量为  $-0.11\%$ 。为提高芯棒产能,优选大尺寸衬管和高速率沉积工艺,芯棒长度 1200mm。衬管的羟基含量小于 100ppb。从衬管的一端向管内通入比例按程序变化的四氯化硅蒸气、四氯化锗蒸气和高纯氧气的混合气流,在衬管内壁形成数千层厚度为微米级的石英玻璃薄层。将上述含有沉积层的衬管置于  $2000^{\circ}\text{C} - 2200^{\circ}\text{C}$  下的高温下熔缩成实心的玻璃棒,得到直径 46mm 的芯棒。采用高频等离子炬将芯棒熔缩完毕后,沉积层构成了预制棒中对应的纤芯部分和掺氟包层,衬管构成了一部分掺氟包层部分,该芯棒具有光纤传输所必需的芯/包层结构。

[0045] 再将该芯棒作为靶棒安装在外沉积车床上,将甲基三甲氧基硅烷和氧气通过不同的管路输入喷灯,并在喷灯的喷嘴处发生混合燃烧形成二氧化硅粉附着在靶棒上形成预制棒疏松体。该预制棒疏松体的密度为石英玻璃密度的  $50\% \sim 55\%$ ,将预制棒该疏松体垂直置入脱水/烧结炉中,炉内通入氧气 1500sccm 和氯气 200sccm,以  $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温速率使炉温上升到  $1150^{\circ}\text{C}$ ,并在此条件下恒温 100min,去除水分和其他杂质,然后,将脱水/烧结炉上部局部升温到  $1650^{\circ}\text{C} - 1700^{\circ}\text{C}$ ,同时绕预制棒轴线旋转疏松体,用  $5\text{mm}/\text{min}$  的速度向上提升预制棒,使整根预制棒疏松体烧结为均匀透明的光纤预制棒。经测试,该预制棒  $c/a = 4.35$  且  $d/c = 3.4$ 。该预制棒直径达 200mm,可连续拉制 G.652 光纤 3000 公里,可以减少多根预制棒的头尾损耗,减少工艺运输和安装等非必要生产工时,增加连续生产时间,提高原材料利用率。

[0046] 实施例 4:

[0047] 本发明是用外部气相沉积法以三甲基硅烷为原料直接在芯棒的外表面包覆均匀的石英疏松体,形成疏松体预制棒,根据芯棒的波导结构计算出需要的外包层沉积材料的质量,用外部法在该芯棒表面上沉积外包层材料。或者先将该芯棒进行拉伸延长后,再作为靶棒沉积外包层材料。再将疏松体预制棒缓慢高温加热,进行脱水烧结成透明的光纤预制棒。所述的芯棒为等离子体管内化学气相沉积法制备,且衬管为高纯度、低羟基石英玻璃衬管,其相对折射率为  $-0.1\%$ ,其羟基含量小于等于一般为 100ppb。所述的预制棒的光纤参数满足以下条件: $c/a = 2.35$  且  $d/c = 2.6$ 。

[0048] 具体的技术方案是:将熔缩或拉伸后的芯棒安装在外沉积车床上绕芯棒轴线旋转,将硅烷或硅氧烷等原料气体和燃料气体用不同的管路通往喷灯,使喷灯的火焰喷向该靶棒。芯棒与火焰发生相对的平行于轴线的平移,使得喷灯火焰中生成的玻璃微粒一层层地沉积在靶棒上,形成了具有足够的包层玻璃微粒材料的疏松体预制棒。将疏松体预制棒在  $1000^{\circ}\text{C}$  的温度条件下,在氧气、氯气和氩气的混合气氛下进行脱水,逐步驱除疏松体中的有机物、水分和金属杂质,然后在  $1500^{\circ}\text{C}$  的温度条件下于氧气、氩气和氯气为混合气氛下高温加热烧结成无气泡透明的大型光纤预制棒。为实现大尺寸预制棒和降低光纤制造成本,优选单棒组灯等效沉积速率不小于  $60\text{g}/\text{min}$  的直接外包工艺,也可以采用多排组灯同



步沉积的工艺方式。可以对等离子体化学气相沉积直接沉积或二次熔缩的芯棒进行预拉伸,在优化工艺流程的同时也使得等离子体化学气相沉积芯棒一次沉积单根长度得以突破1200mm。

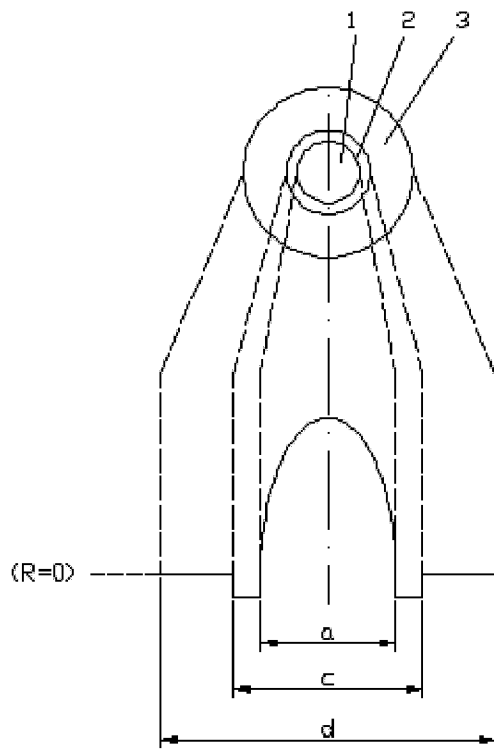


图 1

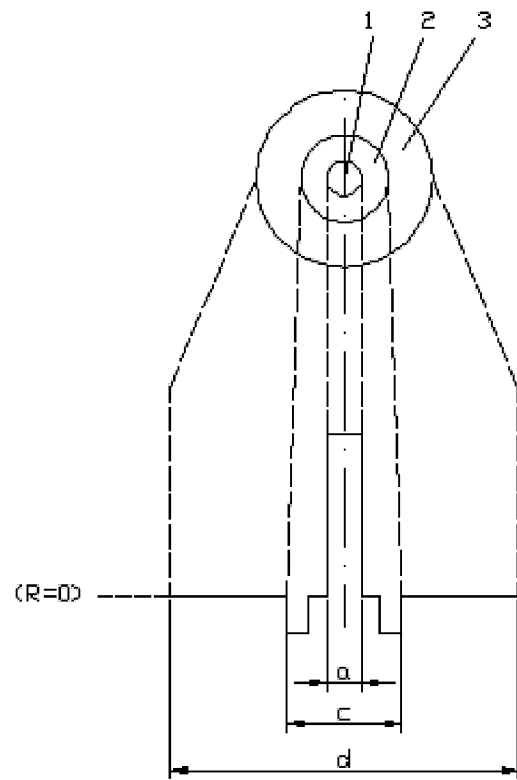


图 2

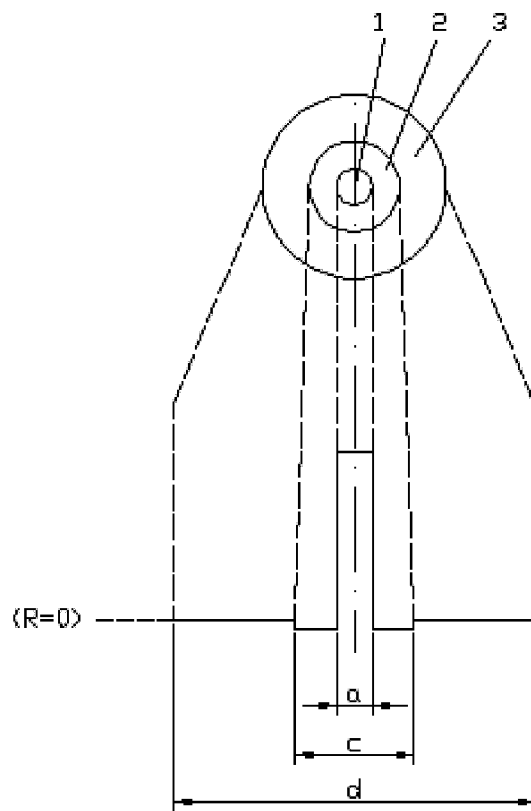


图 3