



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1989077 B

(45) 授权公告日 2011.06.08

(21) 申请号 200580024821.8

代理人 崔幼平

(22) 申请日 2005.07.19

(51) Int. Cl.

(30) 优先权数据

C03B 19/14 (2006.01)

102004035086.8 2004.07.20 DE

(85) PCT申请进入国家阶段日

(56) 对比文件

2007.01.22

US 5609666 A, 1997.03.11, 全文.

JP 特开平 11-139836 A, 1999.05.25, 全文.

(86) PCT申请的申请数据

US 5665132 A, 1997.09.09, 附图 1, 说明书

PCT/EP2005/007864 2005.07.19

第 7 栏和第 10 栏.

(87) PCT申请的公布数据

审查员 张华山

W02006/008139 DE 2006.01.26

(73) 专利权人 赫罗伊斯石英玻璃股份有限两合公司

地址 德国哈瑙

(72) 发明人 M. 胡纳曼

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
72001

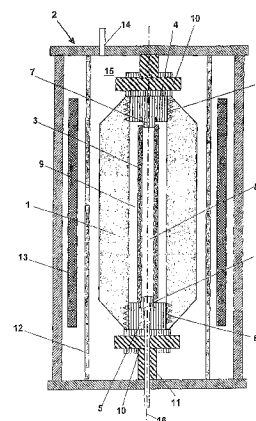
权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 3 页

### (54) 发明名称

用于生产空心石英玻璃圆筒的方法和装置

### (57) 摘要

在已知的用于通过烟炆法生产空心石英玻璃圆筒的方法中,通过将  $\text{SiO}_2$  粒子沉积在绕其纵向轴线旋转的支承件的外表面上来生产具有中心内孔的多孔烟炆管。然后将烟炆管在炉子中加热和烧结。管子用固定装置夹持,所述固定装置包括伸入内孔中的细长成形元件。烟炆管收缩到上述成形元件上,因此形成空心圆筒。本发明的目的是研究上述过程以便提供经济的方法,该方法可用来得到具有较窄内孔的空心石英玻璃圆筒。为了达到这一目的,在烧结过程期间,在较低的内部压力和较高的外部压力之间至少暂时产生和保持压差,上述较低的内部压力主要是在烟炆管的内孔中,而上述较高的压力在内孔的外部存在。本发明还涉及适合于实施上述方法的装置。



1. 一种方法,用于生产空心石英玻璃圆筒,该方法通过将  $\text{SiO}_2$  粒子沉积在绕其纵向轴线旋转的支持件的外表面上产生具有中心内孔的多孔烟炆管,并且通过在炉子中加热和烧结烟炆管,因而烟炆管利用夹持装置支承,夹持装置包括细长的成形元件,所述细长的成形元件伸入到内孔中并具有可透气的壁,并且随着空心圆筒的形成使烟炆管收缩到上述细长的成形元件上,其特征在于,在烧结期间,在较低的内部压力和较高的外部压力之间,至少暂时产生并保持压差,上述较低的内部压力在烟炆管 (1) 的内孔 (9) 中占优势,而上述较高的外部压力施加在内孔 (9) 的外部。

2. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,成形元件配置成内管 (3) 伸入到内孔 (9) 中,内孔 (9) 中较低的内部压力通过在可透气的内管壁的上方吸气来保持。

3. 按照权利要求 2 所述的方法,其特征在于,内管壁具有渗透系数按照 DIN 51935 测定至少为  $10^{-2}\text{cm}^2/\text{s}$ 。

4. 按照权利要求 2 所述的方法,其特征在于,使用包括多孔可透气材料的内管 (3)。

5. 按照权利要求 4 所述的方法,其特征在于,材料是石墨或 CFC。

6. 按照权利要求 4 或 5 所述的方法,其特征在于,内管 (3) 具有在 3mm 和 15mm 之间范围内的壁厚和在 10% 和 25% 之间范围内的开口孔隙度。

7. 按照权利要求 2-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,烟炆管 (1) 具有一初始流阻,因而内管 (3) 使用比烟炆管 (1) 的初始流阻小的流阻。

8. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,烟炆管 (1) 通过等温加热进行烧结,其中在烟炆管 (1) 的长度上产生均匀的温度场。

9. 按照权利要求 8 所述的方法,其特征在于,在其中烟炆管 (1) 具有较高透气性的第一烧结阶段期间,保持较低的外部压力,而在其中烟炆管 (1) 具有较低透气性的第二烧结阶段期间,外部压力增加。

10. 按照权利要求 9 所述的方法,其特征在于,外部压力通过在内孔外部将氮气加入炉子 (2) 中升高。

11. 按照权利要求 9 或 10 所述的方法,其特征在于,烟炆管 (1) 在第一烧结阶段中暴露于掺杂或纯化的气体中,而在第二烧结阶段中暴露于与掺杂或纯化气体不同的压力气体中。

12. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其中烟炆管 (1) 通过将烟炆管 (1) 从一端起连续地送到设置在炉子 (2) 中的加热区 (33) 和通过在其中逐区段烧结烟炆管进行烧结。

13. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,烟炆管 (1) 用其一端固定到第一夹持元件 (4) 上,而用其另一端固定到第二夹持元件 (5) 上,在烧结期间第一和第二夹持元件 (4,5) 之间的夹持元件距离可调。

14. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,内孔 (9) 用插塞 (4,5) 密封。

15. 按照权利要求 13 所述的方法,其特征在于,插塞 (4,5) 在两侧处固定到烟炆管 (1) 上,并用作夹持元件。

16. 按照权利要求 13 所述的方法,其特征在于,夹持元件的距离在烧结期间变动。

17. 按照权利要求 13 所述的方法,其特征在于,夹持元件的距离在烧结期间保持恒定

不变。

18. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,在内孔 (9) 的外部产生含纯化剂或掺杂剂的气氛。

19. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,将内压力设定到 1mbar 或更小,并保持该内压力。

20. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,将内压力和外压力之间的压差设定在 1mbar-200mbar 的范围内。

21. 按照权利要求 1-5 其中任一个所述的方法,其特征在于,获得的空心圆筒具有范围在 20mm 和 45mm 之间的内径。

22. 一种用于实施按照权利要求 1 所述的方法的装置,包括:炉子,所述炉子用于烧结包括内孔的多孔烟炱管 (1);加热装置 (13 ;33),所述加热装置 (13 ;33) 用于加热和烧结烟炱管 (1);夹持装置,所述夹持装置用于在炉子 (2) 中以垂直取向夹持烟炱管 (1);及细长的内管 (3),所述细长的内管 (3) 伸到内孔 (9) 中,并具有可透气的壁,且随着石英玻璃空心圆筒体的形成烟炱管 (1) 收缩到上述内管 (3) 上,其特征在于,内管 (3) 可闭合并连接到真空管道 (11) 上,及设置插塞 (4 ;5) 用于在两侧处闭合烟炱管 (1) 的内孔 (8)。

23. 按照权利要求 22 所述的装置,其特征在于,各插塞紧密连接到烟炱管 (1) 上,并用作上面夹持元件和用作下面夹持元件,用于支承在炉子 (2) 中的烟炱管 (1)。

24. 按照权利要求 23 所述的方法,其特征在于,设置移动装置 (32 ;36),通过所述移动装置 (32 ;36) 至少上面夹持元件可在烟炱管的纵向轴线 (16) 的方向上活动。

25. 按照权利要求 23 所述的方法,其特征在于,上面插塞 (4) 包括一孔,在所述孔中,可移位式在烟炱管的纵向轴线 (16) 的方向上导引内管 (3)。

26. 按照权利要求 25 所述的装置,其特征在于,该孔成形为通孔,烟炱管 (1) 的上端 (37) 穿过上述通孔伸入室 (38) 中,所述室 (38) 将通孔密封到外部。

27. 按照权利要求 22-26 其中任一个所述的装置,其特征在于,内管壁具有渗透系数按照 DIN 51935 测定至少为  $10^{-2}\text{cm}^2/\text{s}$ 。

28. 按照权利要求 22-26 其中任一个所述的装置,其特征在于,内管 (3) 包括多孔可透气的材料。

29. 按照权利要求 28 所述的装置,其特征在于,材料是石墨或 CFC。

30. 按照权利要求 22-26 其中任一个所述的装置,其特征在于,内管 (3) 具有在 3mm 和 15mm 之间范围内的壁厚和在 10% 和 25% 之间范围内的开口孔隙度。

31. 按照权利要求 22-26 其中任一个所述的装置,其特征在于,内管 (3) 具有比烟炱管 (1) 的初始流阻小的流阻。

## 用于生产空心石英玻璃圆筒的方法和装置

[0001] 本发明涉及一种用于生产空心石英玻璃圆筒的方法,所述方法通过将  $\text{SiO}_2$  粒子沉积在绕其纵向轴线旋转的支持件的外表面上生产具有中心内孔的多孔烟炱管 (soot tube),及通过在炉子中加热和烧结烟炱管,因而用夹持装置支承烟炱管,夹持装置包括细长的成形元件,所述细长的成形元件伸入到内孔中,并且烟炱管随着空心圆筒的形成而收缩到上述成形元件上。

[0002] 另外,本发明涉及一种装置,所述装置包括炉子、加热装置、夹持装置、和细长的内管,上述炉子用于烧结包括内孔的多孔烟炱管,上述加热装置用于加热和烧结烟炱管,上述夹持装置用于在炉子中以垂直取向夹持烟炱管,而上述细长的内管伸入到内孔中,并具有可透气的壁,烟炱管随着石英玻璃的空心圆筒形成而收缩到上述内管上。

[0003] 空心合成石英玻璃的圆筒用作制造光纤用预型坯的中间产品。在所谓的“烟炱法”中,它们的制造包括沉积过程和烧结过程,上述沉积过程同时形成  $\text{SiO}_2$  粒子的多孔坯料(此处叫做“烟炱体”或“烟炱管”),而上述烧结过程用于使烟炱体玻璃化。

[0004] DE19736949C1 公开了一种用于按照“OVD 法”(管外气相沉积)生产管状烟炱体的方法。在上述方法中,细的  $\text{SiO}_2$  粒子用火焰水解燃烧器通过  $\text{SiCl}_4$  的火焰水解形成,并分层沉积在支承杆的外表面上,上述支承杆用车床中的两端夹紧,并绕其纵向轴线旋转。沉积过程的结果是烟炱管其内孔代表支承杆的外形。支承杆包括例如氧化铝、石墨或石英玻璃。

[0005] 常常希望空心圆筒具有尽可能大的外径与内径的比值。在最简单的情况下,这可以通过具有尽可能小的内孔和尽可能大的外径的烟炱管完成。然而,已证明支承杆的机械载荷能力和热阻及还有沉积效率是限制因素。一方面,支承杆应具有尽可能小的外径,以便留下小的内孔。然而在沉积过程开始时支承杆的外径越小,沉积效率越低。另一方面,支承杆必须承载可能很容易超过数百千克的烟炱管的重量,并且在沉积过程期间它必须承受高热负载几小时。这就是为什么相应的机械上稳定的亦即通常是厚的支承杆是制造重的烟炱管不可缺少的原因,以便防止破损或偏转并达到足够的沉积效率。

[0006] 用于烟炱体的烧结操作(也叫做“玻璃化作用”)比如在 EP701975A1 中已有介绍,上述专利还公开了上述类型的装置。在已从内孔中取出支承杆之后,将烟炱管加入玻璃化炉中,并用夹持装置以垂直取向保持在炉中。上述装置包括夹持杆,所述夹持杆从上面贯穿烟炱管的内孔,并连接到夹持底板上,烟炱管用它的下端直立在上述底板上。夹持杆包括碳纤维强化石墨(CFC;碳纤维强化碳),并且通过纯石墨的可透气包层管将夹持杆包封在烟炱管的内孔的区域中。在玻璃化作用期间,烟炱管收缩到石墨的包层管上,并且夹带的气体在这里可以穿过可透气的包层管跑到内部。经过玻璃化的具有不同内径的空心圆筒可以通过改变包层管的厚度生产,而与夹持杆的外径无关。

[0007] 在烟炱管收缩期间,包层管和烟炱管的内壁之间的间隙的宽度证明是关键。宽的间隙防止烟炱管收缩到包层管上,同时在烧结之后在空心圆筒中产生任何不确定的内径。此外,可能产生不可控制的塑性变形。这可以通过形成裂纹完成,所述裂纹整个地损害内孔和经过玻璃化的空心圆筒的质量,并且还促使降低了这个方法步骤的重现性。这就是为什么通常用包层管尽可能多地充填烟炱管的内管的原因。所产生的空心圆筒的内径不能小于

包层管的外径。

[0008] 因此,没有已知方法能经济而可重现的生产具有小内径或者大的外径与内径的比值的空心圆筒。

[0009] 因此,本发明的目的是表明一种经济的方法,通过所述经济方法可以得到具有用烟灸法产生的窄内孔的空心石英玻璃圆筒。本发明的另一个目的是提供适于实施该方法的装置。

[0010] 关于方法,从上述方法开始,按照本发明达到这个目的,其中在烧结期间,在较低的内部压力和较高的外部压力之间,至少暂时产生并保持一压差,上述较低的内部压力主要是在烟灸管的内孔中,而上述较高的外部压力在内孔的外部施加。

[0011] 在按照本发明所述的方法中,在烧结仍是多孔的烟灸管期间,在主要是在内孔中的内部压力和外部压力之间产生一压差。这里必须记住的是,多孔的烟灸管的透气性促进内部压力和外部压力之间的永久压力补偿,所述压力补偿必须通过连续地吸出内孔中的气体进行平衡。因此,压差的产生和维持要求密封内孔的敞开的端面和连续的或间歇式给内孔抽气。此外,也可以从外部将增加的压力施加到待烧结的烟灸管上。

[0012] 另外发现,在内孔收缩期间产生和维持压差使变形过程稳定,并减少或防止了不确定的塑性变形。内孔中的负压有助于改善重现性,因为它在收缩期间产生外加的向内作用的力,因此补偿了另一些参数中的意外变化,所述这些意外变化可能导致不确定的收缩过程。在烟灸管收缩期间,烟灸管的内壁和成形元件之间的宽间隙因此也可以在不形成裂纹的情况下,用可重现的方式闭合。

[0013] 在烧结期间,烟灸管收缩到伸入内孔中的成形元件上,以便上述成形元件限定经过玻璃化的空心圆筒的内部外形和孔直径。尤其是,由于成形元件和烟灸管的内壁之间的宽间隙,并因此在内孔收缩期间必定很强的塑性变形,所以成形元件是形成预定小孔直径必不可少的。

[0014] 因此,按照本发明所述的方法能调节经过玻璃化的空心圆筒的外径而基本上与烟灸管的外径无关,和尤其是还能这样生产其内径比支承件的外径小得多的空心圆筒。

[0015] 本发明的方法的有利副作用是经过玻璃化的空心圆筒可以由具有不同外径的烟灸管标准生产,这样减少了另外要求的支承件类型的可变性,并简化了储存。

[0016]  $\text{SiO}_2$  烟灸管在氦气或真空中的玻璃化作用或收缩一般已知。作为对照,按照本发明,为了生产具有小内径的空心石英玻璃圆筒,在内部压力和外部压力之间产生和保持一压差,上述小内径由安装在内孔中的成形元件的外形预定。

[0017] 有利的是,将成形元件构形成一内孔,上述内孔伸入到内管中,并具有可透气的壁,内孔中的较低的内部压力借助通过可透气的内管壁吸气来保持。

[0018] 内管不仅用作限定经过玻璃化的空心圆筒内径的成形元件,而且还形成内孔吸气操作的部分。为了产生和保持压差,将气体通过内管壁从内孔中吸出,并从那儿通过内管的孔吸出。当烟灸管已在许多地点收缩到内管上时,内管壁的透气性甚至能对内孔的整个长度上的吸气作用产生影响。这防止了可能导致所谓“气囊”的夹带气体。

[0019] 在这方面,当内管壁具有渗透系数按照 DIN51935 测定为至少  $10^{-2} \text{cm}^2/\text{s}$  时,证明它是有用的。

[0020] 渗透系数是一层气态物质由于在壁的两侧处的压力梯度所产生的透气性的测量。

关于上述系数的测定,已知有各种方法。上述下限从按照 DIN51935 所述的测定方法得到。具有低于上述  $10^{-2}\text{cm}^2/\text{s}$  下限的渗透系数的内管制造更困难,因为为了在内孔中产生和保持足够低的内压,尤其是当在上述地方由于烧结而放出外加气体时,内管具有高的气体流阻。内管的透气系数向上由必要的机械强度限定。

[0021] 当使用包括不透气的材料的内管时,内管必需的透气性可以通过在内管壁中形成开口设定。在其中使用多孔透气材料的内管的优选操作手续中,避免了在内管壁中形成开口的这种制造工作。

[0022] 石墨和 CFC 已证明是用于这个目的的合适材料。

[0023] 这些材料在标准烧结温度下是热稳定的,并且对石英玻璃不起作用。石墨或 CFC 管可得到高纯度和具有不同的孔隙度。

[0024] 现已证明,当内管具有壁厚是在 3mm 和 15mm 之间范围内和开口孔隙度是在 10% 和 25% 之间的范围内时是有利的。

[0025] 薄壁和高孔隙度产生内孔的特别高的透气性,所述特别高的透气性可能导致明显的气体流到最低内压的地方。这种气流可能不利于在烧结期间设定所希望的温度分布,尤其是当希望温度分布在烟管的长度上的均匀时更是如此,如在等温烧结的情况中那样。厚壁和低孔隙度可能导致吸气不足,并在内管的周围形成气垫,上述情况可能使烟管均匀收缩到内管上变得更困难。

[0026] 尤其是由于这个原因,优选的是利用其流阻小于烟管的初始流阻的内管。

[0027] 烟管的流阻随着烧结过程中透气性降低而增加。因此,在烧结过程开始时的初始流阻对应于预期的烟管的最小流阻。通过利用具有甚至更小流阻的内管,可以用可靠的方式防止在烟管和内管之间形成气垫。

[0028] 在方法的第一优选变体方案中,烟管通过在烟管的长度上产生基本上均匀的温度场等温加热来进行烧结。

[0029] 在这个过程中,玻璃化作用在整个烟管长度上从外部朝内部向前行进,这样导致短的烧结过程。

[0030] 当在第一烧结阶段中保持较低的外部压力时和当在第二烧结阶段中升高外部压力时,完成进一步加速烧结过程,在上述第一烧结阶段中烟管显示较高的透气性,而在上述第二烧结阶段中烟管显示较低的透气性。

[0031] 在第一烧结阶段期间,烟管暴露于尽可能低的气体压力之下,以防在玻璃化材料中加入气体并形成气泡。这就是为什么多孔的烟管优选的是在低压(真空)下与气相接触或者是与含有快速扩散到石英玻璃中的气体如氮气的气相接触的原因。转变到第二烧结阶段可以通过测量内部压力确定,因为随着烟管壁的透气性由于在内孔中连续吸气而下降,设定一较低的压力。在第二烧结阶段期间,烟管的已经固化的外壁暴露于较高的外部压力下,同时产生与外部压力更大的压差,所述更大的压差加速收缩过程,而不必担心由于这点而引起增加的气体进入壁中。

[0032] 特别优选的是,在这个烧结阶段中,通过在内孔外部将氮气加到炉中,来使外部压力升高。

[0033] 在石英玻璃中用于氮气扩散的扩散系数比较小,因此充满氮气的气泡在玻璃熔体中仅是很慢地破裂。因此,必须尽可能地避免氮气进入软化的石英玻璃中。然而,由于在这

个烧结阶段中烟管的内壁部分的较低透气性,所以没有任何氮气大量向内扩散的危险。仍然是多孔并象在这方面这样有危险的烟管的内壁受保护,免于因为内孔闭合而与氮气接触。利用氮气代替氩所具有的优点是它的较低热导率,所述氮气抵消了加热区段外部的炉子区域的不希望有的加热,并且它的价格较低。

[0034] 在第一烧结阶段中使烟管暴露于掺杂或纯化的气体下,及在第二烧结阶段中暴露于与掺杂或纯化的气体不同的压力气体下,已证明是有用的。

[0035] 掺杂或纯化的气体用来调节或改变  $\text{SiO}_2$  烟管的材料性能。在多孔烟管的情况下,这些措施在第一烧结阶段中尤其有效。例如,使用含氯或含氟的气体作为掺杂或纯化的气体。压力气体用来实施或支持将烟管形成到所希望的空心石英玻璃圆筒中。因为仅是在第二烧结阶段中在烟管至少在外壁上玻璃化的情况下采取这些措施,所以可能不再期望通过气体气氛进行的掺杂或纯化作用。因此,这些气体特别适合比掺杂或纯化气体价格便宜且毒性较小的压力气体。惰性气体或氮气特别适用于这一目的。

[0036] 在方法的另一有利的变体方案中,烟管通过将烟管从一端开始连续地送到设置在炉子中的加热区上,来进行逐区段烧结。

[0037] 逐区段烧结有助于烟管中所含的气体向外扩散,因为烟管的表面仅是由于玻璃化而逐渐地以不漏气方式闭合。此外,在轴向方向上均匀前进的前面熔体防止夹带未玻璃化的区域。

[0038] 尤其是在经过玻璃化的空心圆筒的预定长度的高重现性方面,已证明一种操作程序特别有用,在所述操作程序中,烟管用其一端固定到第一夹持元件上,而用其另一端固定到第二夹持元件上,同时第一和第二夹持元件之间的距离在烧结期间可调。

[0039] 各夹持元件是固定到烟管两端上的结构部件。它们同时可以用来密封内孔。重要的是,烟管的两端由夹持元件支承。第一和第二夹持元件之间的距离在烧结期间保持恒定不变,或者将上述距离改变。在恒定不变的距离下,防止了在烧结期间用别的方法开始的烟管的长度收缩。此外,通过逐渐缩短距离压缩空心圆筒,或者通过连续地增加距离而拉长,二者都是可行的。在方法的这些变体方案中,经过玻璃化的圆筒的外径或内径与壁厚的比值可能受选择方式的影响。在上述逐区段烧结的变体方案中,当距离改变与烟管送到加热区段中的速率成线性关系时,达到在空心圆筒的长度上特别均匀的变形。

[0040] 上述在两侧处的夹持操作的另一个作用是内管解除了收缩的烟管的重量,这样只需要很少的机械稳定性。因此,内管可以很细和/或包括多孔材料,用于在烧结期间通过下面支承的夹持元件接收位于加热区段下方的烟管体的质量,和将位于加热区段上方的质量悬挂在上面夹持元件上。在烧结期间,两个夹持元件都加负载。根据加热区段的位置,增加的重量或是作用在上面夹持元件上,或是作用在下面夹持元件上。烟管可以同时保持悬挂在上面夹持元件上,并且也可以由下面夹持元件支承。在这方面,各夹持元件在烧结期间承载烟管的一部分重量,或者承载整个重量。结果,安装在烟管的内孔中的成形元件没有或者解除了这个任务,这样使它的变形能成为比较脆弱的细和/或多孔的内管。这种卸载还消除了在烧结期间内管在烟管的重量下由于空心石英玻璃圆筒中弯曲的内孔而变形的危险,如在已知方法中所观察到的。

[0041] 利用插塞密封内孔已证明是有利的。

[0042] 插塞使它更容易观察内部压力和外部压力之间的压差。插塞包括尽可能纯的耐高

温材料。插塞可以由适合于这种用途的含石墨材料用很少的制造工作制成。

[0043] 有利的是,插塞是在两侧处固定到烟炆管上,和同时用作夹持元件。

[0044] 这里插塞可以例如通过设置有拧到多孔烟炆管壁上的螺纹,用摩擦接合或贴身的方式插到内孔中。插塞本身或其一部分也可以在沉积过程期间埋置在烟炆管的两端处。除了它们密封内孔的功能外,它们也用来夹持烟炆管,因为在烧结期间上述插塞用夹持装置通过另外的部件直接或间接地支承。因此将烟炆管在两侧处以插塞形式连接到夹持元件上,烟炆管在烧结期间通过插塞以垂直取向夹持,如上面更详细说明的。分开的支承插塞之间的距离在烧结期间可以保证恒定不变,或者可以变动。

[0045] 另外,在内孔外部产生含纯化剂或掺杂剂的气氛已证明是有利的。

[0046] 纯化剂或掺杂剂通过在内孔中穿过烟炆管壁起作用的吸气抽出,同时产生具有小梯度的比较均匀的浓度分布,导致在烟炆管壁上均匀的纯化作用或均匀的掺杂剂分布。氯气和含氯化物适合作为纯化剂,而氟或含氟化合物适合作为掺杂剂。

[0047] 有利的是,内部压力设定到 1mbar 或更低,并保持该压力。

[0048] 在烟炆管的内壁的区域中,多孔烟炆材料在烧结过程结束之前都存在,多孔烟炆材料损害气体的加入,如上面已经另外说明的。这就是为什么在烧结期间气体压力在与上述烟炆管的区域接触时应该设定尽可能低的原因。

[0049] 优选的是,烟炆管的外壁的多孔烟炆材料也暴露于尽可能低的气体压力下。气体压力越低,扩散到烟炆管中的气体量就越少。此外,在炉室中的传热随着气体量增加而增加,这样导致炉子上的温度负荷增加和导致更高的能耗。这就是为什么将内部压力和外部压力之间的压差保持尽可能小和设定在 1mbar 和 200mbar 之间范围内的原因。

[0050] 因为在通过烟炆管的等温加热的烧结期间,玻璃化过程是在外壁的区域中开始,所以这个操作程序提供在第二烧结阶段期间增加的可能性(如上所述),而没有外加气体的危险。

[0051] 按照本发明所述的方法能制造具有小内孔的空心圆筒。现已证明方法特别适合于制造具有内径是在 20mm 和 45mm 之间的空心圆筒。

[0052] 关于装置,从起初表明的装置开始,按照本发明达到了上述目的,在本发明中内管可以闭合和连接到真空管道上,及提供插塞用于在两侧处闭合烟炆管的内孔。

[0053] 按照本发明所述的装置即使在烟炆管的内壁和安装在内孔中的内管之间的间隙宽的情况下,也能可重现式将烟炆管收缩到内管上。为此,内管可闭合,并可通过真空管道抽真空。在抽真空期间,由于内管壁的透气性,所以也将气体吸出内孔,并因此在内孔中产生和保持比作用在烟炆管的外套上的压力负的压力。当烟炆管已经在某些地方收缩到内管上时,内管壁的透气性甚至能影响在烟炆管的内穿管的整个长度上的吸气作用,因此避免了夹带气体,所述夹带气体可以导致所谓的“气囊”。为了设定内孔中的负压,如有可能,还需要防止通过内孔的开口端穿过进气口的任何压力补偿。为此,提供插塞用于闭合内孔。尽管在理想情况下插塞封闭是绝对不透气,但由于内管孔的吸气作用,所以并不需要这样。

[0054] 在烧结期间,烟炆收缩到内管上,因此其外部尺寸和外部外形限定了经过玻璃化的空心圆筒的内部尺寸和内部外形。尤其是在内管和烟炆管的内壁之间的间隙宽及在内孔的收缩期间伴随的塑性形变必定强的情况下,内管的成形效应是形成预定小孔直径必不可少的。

[0055] 在内孔的收缩期间压差的产生和维持此外使变形过程稳定,因此减少或防止了不确定的塑性变形。即使烟炱管的内壁和内管之间的间隙宽也可以在烟炱管收缩期间以可重现的方式闭合,同时不形成裂纹。此外参照上述有关本发明的方法的说明。

[0056] 按照本发明所述装置的有利发展从一些子权利要求变得显而易见。在如子权利要求中所述的装置的发展遵循在有关本发明的方法的子权利要求中所表明的操作程序的情况下,参见有关用于补充说明的相应方法权利要求的上述意见。如在其余子权利要求中所述的本发明的装置的配置在附图中更详细说明。

[0057] 由于烟炱管和插塞之间的连接,可以通过把插塞配置成上面夹持元件和下面夹持元件,插塞可以同时用来在炉子中夹持和支承烟炱管。

[0058] 优选的是,按照本发明所述的装置包括移动装置,通过所述移动装置至少上面夹持元件可在炱烟管的纵向轴线的方向上活动。

[0059] 因此,在烧结期间两个夹持元件之间的距离可以变动,因此能压缩或延长烟炱管和最终的空心石英玻璃圆筒。

[0060] 为了延长或扩展烟炱管,必须内管比烟炱管长。尤其是,对于这个问题的解决,已证明当上面插塞包括一个孔时是有利的,内管在烟炱管的纵向轴线的方向上可移位式引入上述孔中。

[0061] 上面插塞和内管彼此相对地滑动式安装能将内管逐渐“进一步推动”到烟炱管的内孔中。这里必须尽可能多地避免气体进入内管孔。孔以不透气方式闭合并朝内管的外套管方向具有密封表面适合于这种用途。作为可供选择的方案,将孔成形为通孔,且内管伸出孔的上端不透气(密封),因此防止气体通过内管壁进入上述区域。然而,优选的是,问题在这点上解决,即将孔成形为通孔,烟炱管的上端穿过通孔进入将通孔密封到外侧的室。

[0062] 借助上述室,将通孔和内管的上端二者密封到外侧,因此既不需要密封内管的上端,也不需要插塞直孔的紧密设计。

[0063] 现在将参照实施例和详细示出的附图,更详细地说明按照本发明所述的方法,其中:

[0064] 图 1 用示意图示出第一实施例中按照本发明所述的方法和按照本发明所述的装置,同时多孔的烟炱管用玻璃化炉中的夹持装置固定;

[0065] 图 2 用于说明通过按照本发明所述的方法生产空心石英玻璃圆筒的操作程序的流程图;和

[0066] 图 3 用示意图示出按照本发明所述的方法和按照本发明所述的装置的另一个实施例。

#### [0067] 例 1

[0068] 图 1 示出多孔  $\text{SiO}_2$  烟炱管 1,所述多孔  $\text{SiO}_2$  烟炱管 1 对烧结场合来说是在玻璃化炉 2 中用夹持装置保持。烟炱管 1 长度为 3m,外径为 300mm 和有一内径为 50mm 的内孔。

[0069] 多孔石墨的内管 3 在烟炱管 1 的内孔中延伸。内管 3 具有外径为 30mm,壁厚为 10mm,及长度比烟炱管 1 的长度稍短。内管 3 的渗透系数如按照 DIN51935 所测定的为  $10^{-1}\text{cm}^2/\text{s}$ ,并且它具有开口孔隙率为 16%。

[0070] 在烟炱管的内壁和内管 3 之间保持一环形间隙 9,所述环形间隙 9 具有间隙宽度为 10mm。

[0071] 夹持装置包括两个石墨插塞 4,5 及作用于其上的相应夹具 10,通过所述夹具 10 固定式支承石墨插塞 4,5。每个石墨插塞 4,5 都具有螺纹 6 和闭合锥 7。石墨插塞 4,5 变成烟炱管 1 的两个端面,并将环形间隙 9 密封在内管 3 的外面和还密封内管 3 的孔 8,闭合锥 7 在两侧处伸入到上述内管的孔 8 中。有某种作用是在中心轴线 15 方向上用来补偿由于内管 3 的热膨胀而引起的长度变化。穿过下面的石墨插塞 5 引入真空管道 11,所述真空管道 11 收尾于孔 8,并连接到真空泵上。

[0072] 烟炱管 1 用石墨制的马弗式管 12 与环形加热元件 13 隔离,所述环形加热元件 13 遍布烟炱管 1 的整个长度。用于气体入口和用于给马弗式管 12 抽真空的管道 14 收尾于马弗式管内部 15 中。

[0073] 现在将参照图 2 的流程图更详细说明用图 1 所示的装置 1 生产合成空心石英玻璃圆筒的按照本发明所述的方法的实施例。

[0074]  $\text{SiO}_2$  烟炱粒子在沉积燃烧器的燃烧器火焰中通过  $\text{SiCl}_4$  的火焰水解形成,并且这些粒子层叠式沉积在绕纵向轴线旋转的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  支承杆上,同时形成多孔  $\text{SiO}_2$  的烟炱体。在沉积过程完成之后,将支承杆取出,所述支承杆具有稍呈锥形的外部形状,平均直径为约 50mm。所产生的  $\text{SiO}_2$  烟炱管 1 的密度约为石英玻璃密度的 25%。透明石英玻璃管用  $\text{SiO}_2$  烟炱管借助于现在当作例子说明的方法生产。

[0075] 多孔内管 3 插入烟炱管 1 的内孔中,并利用在两侧处拧于其上的石墨插塞 4,5 在上述内孔中固定和定心。将烟炱管 1 插入玻璃化炉 2 中,并利用夹持装置垂直取向的夹具 10 保持在玻璃化炉 2 中。

[0076] 烧结过程包括第一烧结阶段 21 和第二烧结阶段 22,在上述第一烧结阶段 21 中烟炱管壁仍然可透气,而在上述第二烧结阶段 22 中从外部前移到内部的熔体实现逐渐的玻璃化作用,且这样使烟炱管壁固化。

[0077] 在第一烧结阶段 21 之前是在  $900^\circ\text{C}$  的温度下加热处理持续 16 小时和脱水处理步骤 20,烟炱管 1 经受上述脱水处理用于除去由于制造过程所引入的羟基。在脱水处理步骤 20 中,整个马弗管内部 15 首先通过真空管道 11 和进气管道 14 吸气来完全抽真空,随后将烟炱管 1 于含氢和氯的气氛中在约  $900^\circ\text{C}$  的温度下进行处理。为此,通过连续吸气在孔 8 中产生并保持绝对压力为约 1mbar。在环形间隙(内压)中,由于内管 3 的透气性,所以也观察到绝对压力。同时,含氯气体通过进气管道 14 加入马弗管内部 15 中,导致在烟炱管 1 外部的压力(外部压力:约 50mbar)比环形间隙 9 中的压力高。由于外部压力和内部压力之间的压力梯度,所以将含氯气体通过仍完全是多孔的烟炱管壁从外部吸到内部。这样产生特别有效而均匀的脱水作用。这种处理在约 8 小时后完成。

[0078] 在第一烧结阶段 21 开始时,氯和氢的气体混合物仍通过进气管道 14 加入马弗管 15 的内部,亦即在给内孔 8 并因此给环形间隙 9 连续抽真空时的进气量在外部压力和内部压力之间产生压差为 100mbar。由于压差,气体混合物通过烟炱管壁从外部扩散到内部。

[0079] 同时,在这个压差的作用下,将烟炱管 1 加热到约  $1450^\circ\text{C}$  的温度,以便烟炱管 1 被由其外壁向前进的熔体从外向内逐渐玻璃化。

[0080] 一旦在烟炱管 1 的整个长度上形成了完全玻璃化的外层,所述玻璃化的外层停止穿过烟炱管壁进一步输送气体,因此玻璃层的目标压差 100mbar 突然升高,因而表示第二烧结阶段 22 开始。在上述阶段 22 中继续给孔 8 和环形间隙 9 抽真空,但终止供应含氯和

氮的气体混合物,而代之以通过进气管道 14 以这样的量将氮气引入马弗管内部 15 中,以使外部压力和内部压力之间形成约 100mbar 的压差。氮气的热导率比氦低,所以减少了进一步加热位于加热元件 13 外部的玻璃化炉 2 的部件。

[0081] 由于压差在第二烧结阶段 22 中增加,所以逐渐玻璃化的烟炱管 1 的内孔以比较均匀的方式收缩到内管 3 上。这种管由于分开安装烟炱管 1 而没有支承功能,因此它能形成包括多孔石墨的特别脆弱和薄壁式管。

[0082] 在石墨插塞 4,5 上两侧处支承烟炱管 1 防止在烟炱管 1 的烧结期间另外观察到的长度收缩,因此得到具有精确预定长度的石英玻璃管。此外,内管 3 由于烟炱管 1 支承在石墨插塞 4,5 上而完全解除负载,因此不偏移。

[0083] 在完成烧结过程之后,将内管 3 取出。得到的石英玻璃管 23 具有外径为 150mm 和高质量的内孔,所述高质量的内孔尤其是以比较小的 30mm 内径为特色。

[0084] 内孔的内表面是笔直、均匀而光滑。通过研磨石英玻璃管 23 进行少量机械精加工处理后,适合用作生产光纤预型坯的套管。

#### [0085] 例 2

[0086] 在可供选择的操作程序中,石英玻璃管是从如上面例 1 所述的烟炱管 1 开始,通过将烟炱管 1 逐区段软化,并在这个过程中玻璃化和收缩到内管 3 上来进行生产。

[0087] 用于这个目的的玻璃化炉在图 3 中示意示出。因为图 3 采用与图 1 相同的标号,所以这些标号将代表按照本发明所述的装置的构造上相同或等效的结构部件和元件,如上参照关于图 1 的描述更详细阐明的。

[0088] 图 3 所示的玻璃化炉与图 1 所示的玻璃化炉显著不同处在于,环形加热元件 33 仅遍布烟炱管 1 的一部分长度,及此外设置移动装置用于连续地移动烟炱管穿过加热元件 33。移动装置包括上面可移位装置 31 和下面可移位装置 32,上述上面可移位装置 31 作用在上面石墨插塞 4 上(或在夹具 10 上),而下面可移位装置 32 作用在下面石墨插塞 5 上。可移位装置 31,32 可相互独立地上下移动,因而能在烧结期间压缩或伸长烟炱管 1。

[0089] 按照图 3 所述的实施例示意示出在烧结期间所实施的伸长操作。为此,使下面可移位装置 32 连续地向下移动,以便沿着加热元件 33 导引整个烟炱管 1,并在这个过程中逐区段加热和烧结。上面移位装置 31 可上下移动。在该实施例中,在逐区段烧结期间它也连续地向下移动,以便用于拉长烟炱管 1 的目的,但速度比下面移位装置 32 的速度稍低,因此在烧结期间移位装置 31,32 之间的距离,及石墨插塞 4,5 之间的距离连续地增加,如下面另外更详细说明的。

[0090] 为了实施在烧结期间伸长或压缩,上面石墨插塞 4 可沿着内管 3 移动。如图 3 所示,烟炱管 1 的伸长要求内管 3 比烟炱管 1 的初始长度更长。为此石墨插塞 4 具有通孔,贯穿所述通孔的内孔 3 向上延伸。内管 3 的上端 37 伸入室 38,所述室 38 由夹具 10 和盖 35 形成,并包围石墨插塞 4 的通孔。借助于室 38,将通孔和内管 3 的上端 37 密封到外部,以便防止气体通过内管 3 的多孔壁渗入孔 8 或通过通孔渗入环形间隙 9。此外,内管 3 的上端 37 用另一个插塞 34 密封。盖 35 被拉杆 36 接合,所述拉杆 36 通过耐压的通道引出炉室 15。

[0091] 内管 3 和上面石墨插塞 4 相互有关的可移位支承件能在烧结期间通过将内管 3 连续地“进一步推动”到内孔 9 中,连续扩展上面和下面石墨插塞之间的距离。

[0092] 参见图 3,现在将更详细说明按照例 2 所述的操作程序:

[0093] 烧结过程本身之前是脱水处理,所述脱水处理与上面参照例 1 所述的脱水处理不同。随后将氯/氦气体混合物通过进气管道 14 加入马弗管内部 15 中,亦即加入量是在给孔 8 并因此给环形间隙 9 连续抽真空时,外部压力和内部压力之间所形成的压差为 50mbar。

[0094] 烧结过程开始时将烟炆管 1 从它的下端起连续地从上面供应到设定温度约为 1500℃的加热元件 33 中,并在其中逐区段加热和玻璃化。在烟炆管 1 烧结和收缩时,熔体在烟炆管 1 由同时从外部朝内部和从底部朝顶部向前前进。在玻璃化作用期间,通过连续抽真空使孔 8 内部的内压保持在 0.5mbar 下。在玻璃化作用期间,烟炆管 1 逐区段收缩到内管 3 上。在这个过程中跑出的气体通过烟炆管 1 的仍是开口孔的地方和通过可透气的内管 3 排出,因此防止形成气泡。

[0095] 这个操作手续的另一个特有的特点是,在逐区段烧结期间,各夹具 10 通过移位装置 31,32 以 2mm/min 的速率连续地移动分开。为此,把下面移位装置 32 的下降速度设定到 7mm/min,而通过上面移位装置 31 把烟炆管 1 到加热区段 33 的供应速度设定到 5mm/min。在烧结过程期间,这将使距离比初始距离增加 40%。

[0096] 在这个操作程序中,由于内部压力和外部压力之间的压差,所以逐区段玻璃化的烟炆管 1 的内孔特别均匀地收缩到内管 3 上,同时产生具有高质量和笔直内孔的石英玻璃管,上述石英玻璃管尤其是以特别小的 30mm 内径为特色。内管 3 一点也没有支承功能,这样使它能用薄壁而多孔的石墨管的形式形成。

[0097] 这样生产具有长度为约 4.20m、外径为 127mm、和内径为 30mm 的石英玻璃管。

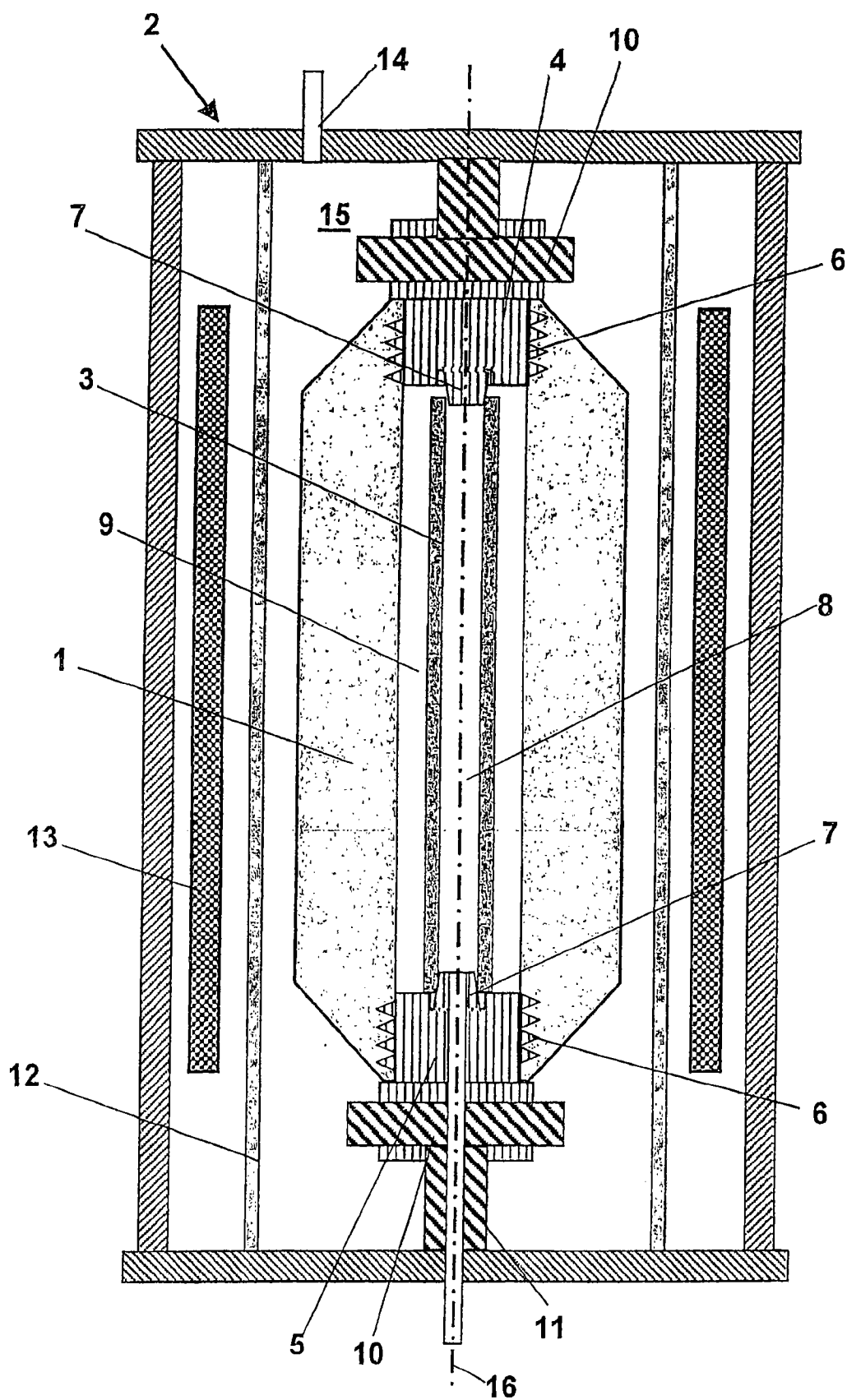


图 1

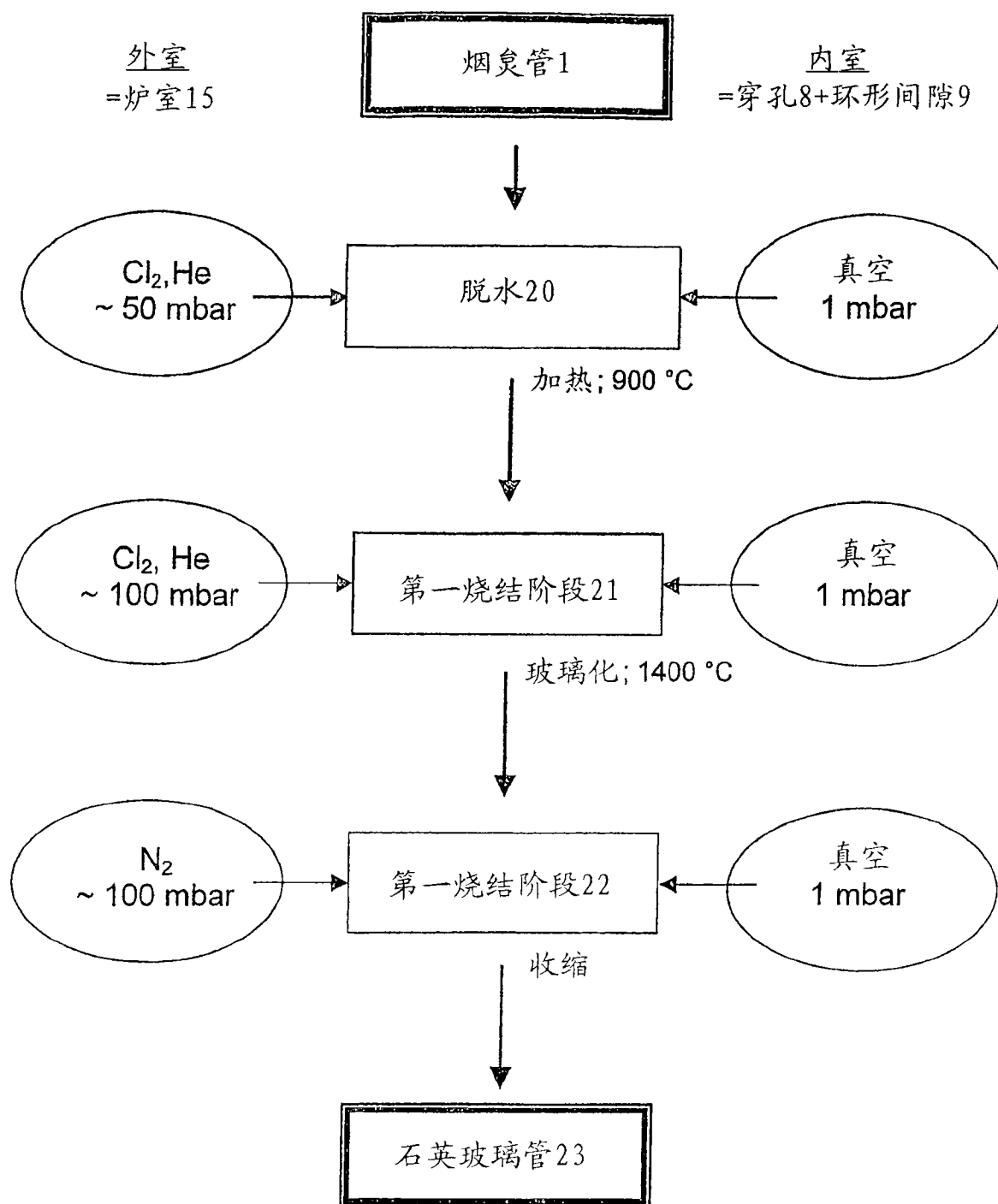


图 2

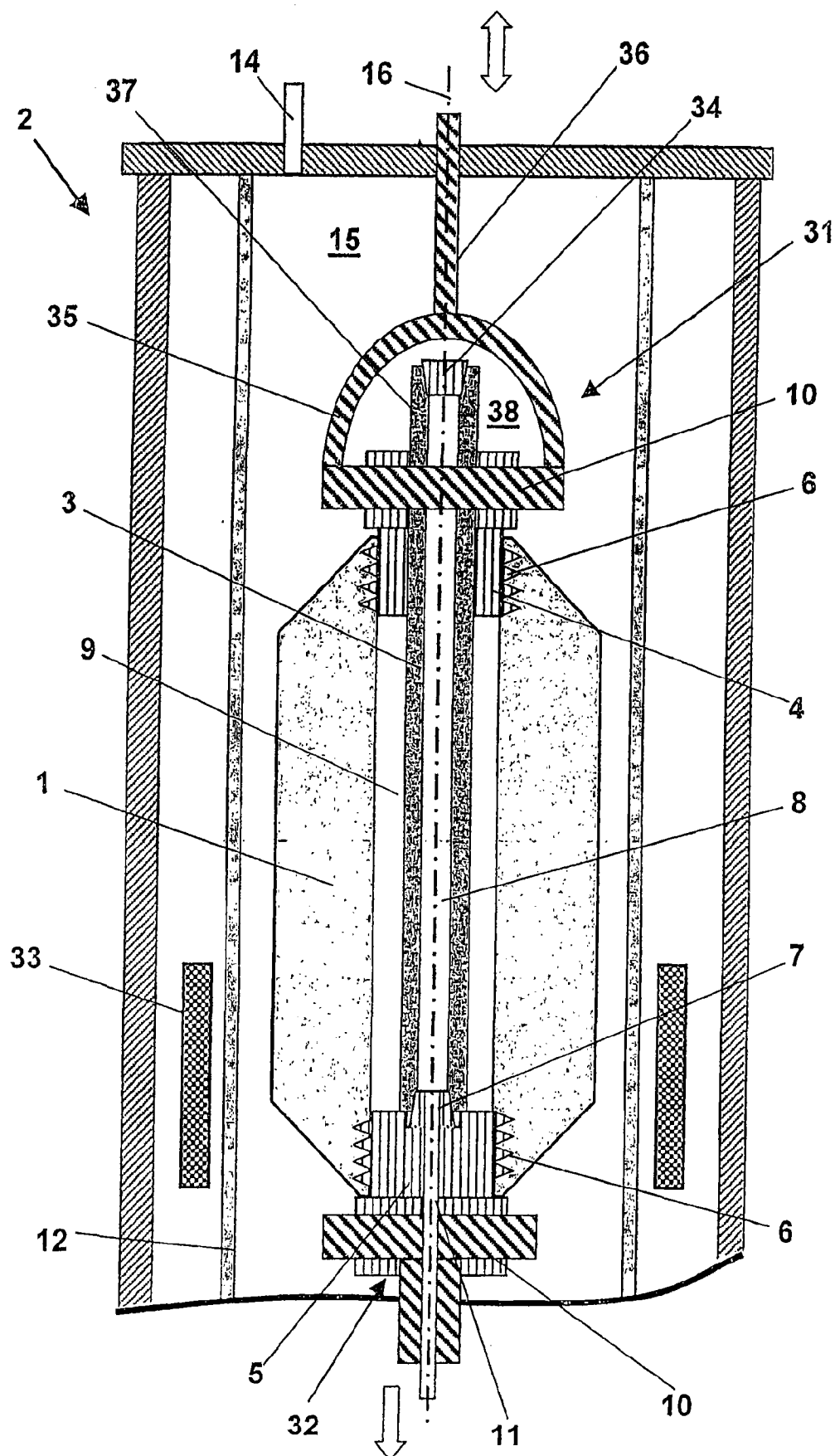


图 3