[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
*C03B 37/018* (2006.01)
*C03B 8/04* (2006.01)
*G02B 6/00* (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02105065.1

[45] 授权公告日 2007 年 1 月 31 日

[11] 授权公告号 CN 1297501C

[22] 申请日 2002.2.19 [21] 申请号 02105065.1

[30] 优先权

[32] 2001. 2.19 [33] JP [31] 41420/2001

[73] 专利权人 住友电气工业株式会社

地址 日本大阪

[72] 发明人 榎本正 大贺裕一 赤池畅哉 相川晴彦

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 王 杰

[56] 参考文献

JP10194769A 1998.7.28 C03B37/018

CN1195110A 1998.10.7 G02B1/00

CN86103651A 1987.12.9 C03B37/012

JP63248734A 1988.10.17 C03B37/018

CN1061203A 1992.5.20 C03B37/016

审查员 何 瑜

权利要求书 1 页 说明书 10 页 附图 3 页

[54] 发明名称

# 形成粉灰预制体的方法

[57] 摘要

一种形成粉灰预制体的方法，包括：由一级燃烧器在玻璃棒的外周边上形成一次粉灰预制体；和由二级燃烧器在一次粉灰预制体的外周边上形成二次粉灰预制体，其中，一次粉灰预制体的直径设定为玻璃棒直径的 2－5 倍，二次粉灰预制体的厚度设定为一次粉灰预制体厚度的 1.5－7 倍。 因此，相对于原料气体的引入，沉积速率明显增大。 另外它可以使沉积一次粉灰预制体的性能最大化。

1. 一种在玻璃棒的外周边上形成粉灰预制体的方法，包括:

由一级燃烧器在玻璃棒的外周边形成一次粉灰预制体；和

由二级燃烧器在一次粉灰预制体的外周边形成二次粉灰预制体，

其中，一次粉灰预制体的直径设定为玻璃棒直径的 2 - 5 倍，并且二次粉灰预制体的厚度设定为一次粉灰预制体厚度的 1.5 - 7 倍。

2. 根据权利要求 1 的形成粉灰预制体的方法，其中，二次粉灰预制体的厚度设定为一次粉灰预制体厚度的 2 - 5 倍。

3. 根据权利要求 1 的形成粉灰预制体的方法，其中，二级燃烧器开口端的直径大于一级燃烧器开口端的直径。

4. 根据权利要求 3 的形成粉灰预制体的方法，其中，二级燃烧器开口端的直径设定为一级燃烧器的 2 - 5 倍。

5. 根据权利要求 1 的形成粉灰预制体的方法，其中，在一级燃烧器与玻璃棒之间的角度在 45 - 75 度范围内，并且在二级燃烧器与玻璃棒之间的角度在 45 - 75 度范围内。

6. 根据权利要求 1 的形成粉灰预制体的方法，其中，在由一级燃烧器形成的玻璃粒子的扩展的中心点与由二级燃烧器形成的玻璃粒子的扩展的中心点之间的距离为由一级和二级燃烧器形成的粉灰预制体直径的三分之一或者更大。

7. 根据权利要求 1 的形成粉灰预制体的方法，还包括:

在停止向二级燃烧器提供原料气体之前，在粉灰预制体的结束端，停止向一级燃烧器供给原料气体。

# 形成粉灰预制体的方法

## 发明领域

本发明涉及一种使用 VAD 法(汽相轴向沉积法)在初始棒上高产率高沉积速率地形成纯二氧化硅粉灰预制体（soot preform）的改进的方法，从而生产一种光纤预制体。

## 现有技术的描述

为了避免其中混入金属杂质，通过所谓汽相合成法生产高纯度石英玻璃，特别是用于光纤预制体的玻璃制品。即把液体玻璃原料如 $SiCl_4$ 和 $SiHCl_3$ 蒸发并气化。把气化的玻璃原料引入到用高纯度氢气或烃作为燃料气，用高纯度氧气作为载气形成的火焰中，从而通过火焰水解反应和氧化反应形成玻璃粒子。然后，玻璃粒子沉积在作为靶的初始棒上，形成粉灰预制体。把该粉灰预制体在高温炉中玻化，从而生成石英玻璃。作为汽相合成法，一般使用 VAD 法或 OVD 法(外部汽相沉积法)。此后下文，由 VAD 法或 OVD 法得到的用于生产石英玻璃的粉灰预制体由初始棒和在该初始棒上的沉积玻璃粒子构成。

一般使用同轴多管燃烧器作为合成火焰的燃烧器。粉灰预制体的沉积速率由单位时间粉灰预制体的重量增量决定。为了提供粉灰预制体的沉积速率，使用一种所谓同轴多重火焰燃烧器。多重火焰燃烧器产生第一个火焰和第二个火焰。用于合成玻璃粒子的第一种火焰包含玻璃的原料气体、燃料气体和载气。一个或多个火焰分布在第一种火焰的外周边上，以便加热发生沉积的光纤预制体的表面。

通常在燃烧器末端提供用于调节火焰扩展（expanse）并防止第一种和第二种火焰由于干扰而产生的抖动的防护管。

在这种情况下，例如，已经提出通过在合成管末端提供防护管来控制火焰的扩展，用于根据在开始沉积粉灰预制体处产生的堆积密度差而减

小裂纹产生。该防护管具有调节直径的开口端(日本专利申请公开 Hei. 5-345621)。

对在 VAD 法中玻璃棒外周边厚厚地形成的有一个芯的粉灰预制体,进行脱水和玻璃化,在粉灰预制体的界面上产生许多细小的孔隙。为了避免产生孔隙,已经提出一种使用一级燃烧器和二级燃烧器来形成粉灰预制体的方法。使用一级燃烧器在高纯度玻璃棒的外周形成粉灰预制体的第一层。该第一层的直径为玻璃棒直径的两倍或者更小。然后,使用二级燃烧器,在第一层的表面上形成该第一层外周上的第二层,同时玻璃棒和第一层之间的界面温度设定在 900 - 1,000℃(日本专利未审公开 Sho. 63-248734)。

在 VAD 法中,在靶玻璃棒外周上沉积玻璃粒子,其中该玻璃棒由一个芯或一个芯和一个覆盖层组成,同时拉起该玻璃棒。

在该方法中,在粉灰预制体的堆积密度恒定的条件下,粉灰预制体的直径 c 相对于玻璃棒(包括芯和覆盖层)的直径 b 的比值必须恒定,从而使得芯直径对最终形成的粉灰预制体的直径是恒定的,因为芯直径 a 与玻璃棒的覆盖层直径 b 的比值 b/a 一般恒定。

附带地,如果粉灰预制体直径变大,玻璃粒子对粉灰预制体的沉积速率就会改善。取决于粉灰预制体的直径的增量,玻璃粒子的沉积效率得以提高。然而,在增大粉灰预制体外径的情况下,因为对燃烧器火焰扩展的限制,玻璃粒子对玻璃棒与粉灰预制体之间界面的结合性(下文称为“粉灰预制体的界面”)及粉灰预制体界面的加热变得不足。因此,在使玻璃预制体密实化时产生孔隙,因而不能获得良好的透明石英玻璃体。

另外,提供了增大原料气体量来提高沉积速率的另一种方法。如果原料气体量增大,形成的玻璃粒子增加,因此粉灰预制体也厚。然而,由于加热粉灰预制体的沉积表面的火焰保持不变,所以,产生了火焰扩展的缺乏。所以,在形成粉灰预制体的早期阶段可能产生开裂,从而导致粉灰预制体的外层部分堆积密度降低,从而粉灰预制体变脆弱。如果粉灰预制体界面的堆积密度降低,在经密实化的光纤预制体中在粉灰预制体界面上产生许多孔隙(下文中称为“界面孔隙”)。

为了防止界面孔隙，通过在生产粉灰预制体的步骤中扩大燃烧器直径或防护管开口端的直径来增大火焰量是一种有效的方法。即使燃烧器的尺寸和/或燃烧器开口端的直径在上述情况下增大，但是粉灰预制体的沉积面积仍然保持不变。所以，原料气体的产率是恒定的，但是玻璃粒子的绝对浪费量增大。而且，对加热粉灰预制体无贡献的氧气和氢气增加，从而总体上变得无效。

附带地，为了增大粉灰预制体尺寸而不产生界面孔隙，引入小尺寸的燃烧器作为在玻璃棒上沉积玻璃粒子的一级燃烧器是有效的。

然而，这种燃烧器不能提高沉积速率。若玻璃粒子仅在玻璃棒附近沉积，所述沉积速率相反更小。例如，在小尺寸燃烧器作为一级燃烧器的情况下，由该小尺寸燃烧器形成的粉灰预制体的直径是玻璃棒直径的 2 倍，由小尺寸燃烧器沉积的玻璃粒子的沉积量相对于总沉积量是非常小的。在这种情况下的沉积速率基本等于仅使用一个二级燃烧器的情况下的沉积速率，或者略有提高。

所以，与仅使用一个二级燃烧器的情况相比，通过加上小尺寸燃烧器，增大了原料气体量、燃烧气体和载气的量。因此，原料气体的产率变得更小。

本发明概述

本发明的一个目的是提供一种形成粉灰预制体的方法，使得通过在某些条件下使用两个燃烧器，以高产率、高沉积速率形成粉灰预制体。

通过本发明的两个燃烧器法可以实现上述目的。

在本发明的第一个方面，形成粉灰预制体的方法包括:

通过一级燃烧器在玻璃棒外周上形成一次粉灰预制体；和

通过二级燃烧器在一次粉灰预制体外周上形成二次粉灰预制体，

其中，一次粉灰预制体的直径设定在玻璃棒直径的 2 - 5 倍，并且二次粉灰预制体的厚度设定在一次粉灰预制体厚度的 1.5 - 7 倍。

根据本发明的第一方面，有可能使一级燃烧器相对于全部燃烧器的性能最大化。

当一次粉灰预制体相对于初始棒的直径比例小于2倍时，一级燃烧器的贡献相对于总的沉积物来说是更小的。当一次粉灰预制体的直径大于初始棒直径的 7 倍时，一级燃烧器火焰与二级燃烧器火焰的界面可能是湍流的。因此，原料气的沉积效率或产率明显降低。

优选设定一次粉灰预制体厚度与二次粉灰预制体的厚度之比例在一次粉灰预制体厚度的 2 - 5 倍，从而特别地改善了沉积速率。

当二级燃烧器的开口端直径大于一级燃烧器的开口端直径时，由二级燃烧器加热的粉灰预制体的表面大于由一次燃烧器所加热的。因此，一次预制体和二次预制体的沉积速率分别得以改善。

在此，燃烧器的直径确定为两种情况，即燃烧器端部（tip）的直径，或在燃烧器连有风挡（windsheild）或防护管的情况下，为在其端部的风挡的直径或保护管或所述管的直径。

当二级燃烧器开口端直径设定在一级燃烧器的 2 - 5 倍时，可以最有效地加热粉灰预制体沉积表面。

当燃烧器的各轴与玻璃棒的轴成之间的角度设定为 45 - 75 度时，由 VAD 法形成的粉灰预制体的将是最稳定的并且可高效率地进行玻璃粒子的沉积。

当由一级和二级燃烧器形成的玻璃粒子沉积区的中心点之间的距离为粉灰预制体直径的三分之一或更大，用 VAD 法可以高效地进行沉积。当一级和二级燃烧器之间的距离短于上述距离时，由各个燃烧器形成的火焰相互干扰。因此，玻璃粒子和粉灰预制体的沉积不是有效的。

优选由一级和二级燃烧器形成的玻璃粒子沉积区的中心点之间的距离为粉灰预制体直径的三倍或更小。

当在粉灰预制体的结束端处停止向二级燃烧器供给原料气体之前，停止向一级燃烧器供给原料气体时，减少了由一级燃烧器沉积的玻璃粒子的多余部分。

在停止向一级燃烧器供给后，二级燃烧器将玻璃粒子向下沉积至一级燃烧器停止沉积玻璃粒子的终止线。

所以，更有效率地进行玻璃粒子的沉积而不浪费原料，因此降低了生

产成本。

附图简述

图 1A 是表示根据本发明其中使用两个燃烧器来沉积玻璃粒子的示意垂直截面图;

图 1B 是根据本发明的燃烧器指向的并且发生沉积的粉灰（soot）表面的部分放大图;

图 2A 是表示根据现有技术其中使用一个燃烧器来沉积玻璃粒子的示意垂直截面图，图 2B 是根据现有技术的燃烧器指向的并且发生沉积的粉灰表面的部分放大图。

图 3 是表示在现有技术中调节玻璃材料量(以圆表示)和沉积表面(以梯形表面)的方法的例证性图;

图 4 是在现有技术中使用两个燃烧器来沉积玻璃粒子时，按时间顺序表示玻璃材料量的变化(以圆表示)和沉积表面(以梯形形式表示)的例证性图。

优选的实施方案的描述

在预加工步骤，制造在玻璃粒子通过 VAD 法沉积在玻璃棒上时使用的玻璃棒，以使其有一个芯，但玻璃棒不总是有覆盖层。

然后，由 VAD 法在玻璃棒上沉积玻璃粒子。然后使粉灰预制体密实化。然后确定芯直径与经密实化的预制体外径的比值。经密实化的预制体的直径与玻璃棒直径的比值一般设定在 2 - 7 范围内。

换言之，整个玻璃粒子的 75 - 95%在沉积粉灰预制体的步骤中沉积。所以，由于粉灰预制体的生产率，沉积步骤是重要的。玻璃粒子的沉积速率取决于玻璃粒子在沉积表面上的沉积量和沉积效率。

虽然石英玻璃的密度设定为 2.2g/cm$^3$，但是粉灰预制体的堆积密度设定在 0.2g/cm$^3$ - 0.7g/cm$^3$ 范围内，优选的是 0.2g/cm$^3$ - 0.4g/cm$^3$。这是因为粉灰预制体在低堆积密度时变得非常容易开裂，而该粉灰预制体在高堆积密度时不能有效地脱水。

在沉积玻璃粒子时，由于堆积密度，粉灰预制体的外径通常设定为大于玻璃棒直径的 3.2 - 23 倍，优选的是 4.1 - 23 倍。

根据常规 VAD 技术，使用一个燃烧器已经沉积了玻璃粒子。在这种情况下，通过增大(i)要沉积的玻璃粒子量，和(ii)在玻璃棒或粉灰预制体的沉积表面上的沉积效率，以便提高该粉灰预制体的沉积速率。

图 2A 是表示在现有技术中其中使用一个燃烧器沉积玻璃粒子的条件的示意截面图。参见图 2A，通过使用燃烧器 203 在玻璃棒 201 外周上合成粉灰预制体 202。

图 2B 是燃烧器指向的放大的沉积部位的部分放大图。图 2B 表示从燃烧器方向观察的粉灰预制体的沉积表面 204，圆 205 对应于在玻璃棒的沉积表面上通过燃烧器喷出的原料气体的反应形成的玻璃粒子的扩展。

图 3 表示对于按时间顺序的条件调整（初始条件→A→B→C），对应于整个圆形部分的玻璃粒子的量的变化。图 3 还展示以梯形表示的沉积表面的变化的改变。当原料气体的输入量如 A 所示从初始条件增大，以便增大要沉积的玻璃粒子量时，粉灰预制体的直径变粗。如条件 B 和 C 所示，调节燃烧器对粉灰预制体的相对位置，以便使粉灰预制体的直径恒定，因为粉灰预制体的直径与芯直径的比例必须设定为恒定比例。因此，虽然粉灰预制体的沉积速率确实增大，但是，对沉积量有贡献部分与玻璃粒子合成量的扩展的比例变小。对沉积量有贡献的部分是在图 3 中用圆重叠于梯形的部分。并且在图 3 中对应于原料气体输入量的玻璃粒子合成量的扩展是整个圆部分。所以，在粉灰预制体的产率方面，它不是优选的。

另一方面，通过扩大沉积表面，来增大沉积效率。通过燃烧器的设置（laying down）扩大沉积表面。在图 1 中，根据燃烧器的设置增大角度 $\theta_1$ 和 $\theta_2$。图 4 表示与图 3 所示的条件类似的条件。在条件 A，通过设置燃烧器来扩大沉积表面。在条件 B，增大原料气的输入量，同时沉积表面保持与条件 A 时一样大。

因此，提高了粉灰预制体的沉积速率。但是，由于扩大了玻璃棒的沉积表面，与初始条件相比，用于加热粉灰预制体的界面的火焰难以到达

该界面，并且粉灰预制体界面的温度降低，从而降低粉灰预制体的堆积密度。所以，当粉灰预制体脱水并变透明时，在玻璃棒的界面产生孔隙。由于产生孔隙，这种方法不是优选的。

为了抑制在粉灰预制体的界面中产生孔隙，日本专利未审公开 Sho. 63-248734 提到“用于形成直径为高纯度玻璃棒外径的两倍或者更小的多孔玻璃层的一级燃烧器的使用”（见该参考文献图 4(C)）。

但是，虽然通过这种方法解决了粉灰预制体的界面上产生的细孔隙的问题，但是与密实化后的全部玻璃粒子的量相比，由一级燃烧器沉积的粉灰预制体量要小得多。

所以，当根据上述现有技术使用一级燃烧器时，一级燃烧器对改善粉灰预制体的沉积速率不能直接产生贡献。当我们考虑由一次燃烧器产生的原料气体的输入量增大时，沉积玻璃粒子的量对于原料气体的总量的比例几乎不增大。所以，该方法在提高原料气体产率方面是不足的。

考虑下述的条件：一次粉灰预制体的截面积与整个截面积的比值为 2.6%。一次粉灰预制体的量相对于全部合成粉灰预制体的量的比值为 2.7%。

沉积至玻璃棒周边的玻璃粒子的堆积密度：0.3g/$cm^3$，

密实化后预制体直径与玻璃棒直径之比：4 倍，和

一次粉灰预制体与玻璃棒的直径比为 2 倍。

如上所述，一级燃烧器对改善沉积速率几乎没有观察到有贡献。

另一方面，本发明作为一种用于实现高原料产率同时解决了上述问题的方法是有效的。

本发明的方法通过以下条件实现：

(i) $2\times R1<R2\leq 5\times R1$

(ii) $1.5\leq (R3-R2)/(R2-R1)\leq 7$

其中，玻璃棒的直径为 R1，由通过一级燃烧器沉积的玻璃粒子组成的一次粉灰预制体的直径为 R2，由通过二级燃烧器沉积的玻璃粒子组成的二次粉灰预制体的直径为 R3，由二级燃烧器沉积的粉灰预制体的厚度是“(R3-R2)/2”，由一级燃烧器沉积的粉灰预制体的厚度为“(R2-R1)/2”。

在图 1A 中,通过使用二级燃烧器 103 和一级燃烧器 104 在玻璃棒 101 周边形成粉灰预制体 102。上述条件中，优选二次粉灰预制体的厚度设定为一次粉灰预制体厚度的 2.5 - 5 倍。

参见图 1B，大圓 106 表示由二级燃烧器形成的玻璃粒子的扩展，换言之二级燃烧器的沉积区。小圓 107 表示由一级燃烧器形成的玻璃粒子量的扩展，换言之，一级燃烧器的沉积区。梯形部分 108 表示在图 1B 中粉灰预制体的沉积表面。实际对由一级和二级燃烧器形成的玻璃粒子的沉积量有贡献的部分是用梯形部分 108 覆盖大圓 106 和小圓 107 的部分。不使大圓 106 和小圓 107 与梯形部分 108 重叠的部分 105 对应于玻璃粒子的浪费量。距离 T 描述在大圓 106 和小圓 107 的中心点之间的距离。参见图 1A，一级燃烧器的轴线 104a 与玻璃棒的轴线 101a 之间的角度$\theta_1$优选设定在 45 - 75 度范围内。二级燃烧器的轴线 103a 与玻璃棒的轴线 101a 之间的角度$\theta_2$优选设定在 45 - 75 度范围内。

下面详细描述本发明的实施方案，然而，本文的描述不限制本发明的范围。

(实施例 1)

使用原料气体($SiCl_4$)、$H_2$ 和 $O_2$，在下列沉积玻璃粒子的条件下，沉积玻璃粒子。

燃烧器：两个同轴多管燃烧器(开口端的直径比(二级燃烧器/一级燃烧器)为 3.3)

玻璃棒直径：30 mm。

一次粉灰预制体的直径：100 mm。

由一级和二级燃烧器形成的整个粉灰预制体的直径：260 mm。

由一级和二级燃烧器分别沉积的玻璃粒子的扩展的中心点之间的距离 T：200 mm。

结果表示如下:

由一级和二级燃烧器形成的粉灰预制体的沉积速率：31 克/分钟。

由一级和二级燃烧器形成的粉灰预制体的生长速度：95 毫米/分钟。

原料气体的产率：55%。

(对比实施例 1)

除了采用下列条件以外，在与实施例 1 相同的条件下沉积粉灰预制体。

燃烧器：一个同轴多管燃烧器(在玻璃棒与燃烧器之间形成的燃烧器角度为 60°)。

粉灰预制体的直径：260 mm。

结果表示如下：

形成粉灰预制体的沉积速率：22.0 克/分钟。

形成粉灰预制体的生长速度：85 毫米/分钟。

原料气体的产率：50%。

在形成粉灰预制体的结束端，“非有效部分”的长度在实施例 1 中比在对比实施例 1 中大 1.3 倍。“非有效部分”是指粉灰预制体的直径不断下降的渐细的部分。

(对比实施例 2)

除了采用下列条件以外，在与实施例 1 相同的条件下沉积玻璃粒子。

燃烧器：两个同轴多管状燃烧器(开口端直径比(二级燃烧器/一级燃烧器)为 5.0)。

一次粉灰预制体直径：50 mm。

结果表示如下：

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的沉积物度：22.3 克/分钟。

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的生长速度：85 毫米/分钟。

原料气体的产率：42%。

(对比实施例 3)

除了采用下列条件以外，在与实施例 1 相同的条件下沉积玻璃粒子。

燃烧器：两个同心多管燃烧器(开口端直径比(二级燃烧器/一级燃烧

器)为 2.0)。

一次粉灰预制体直径: 150 mm。

结果表示如下:

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的沉积物度: 30 克/分钟。

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的生长速度: 90 毫米/分钟。

原料气体的产率: 44%。

(实施例 2)

除了采用下列条件以外, 在与实施例 1 相同的条件下沉积玻璃粒子。

燃烧器: 两个同轴多管燃烧器(开口端直径比(二级燃烧器/一级燃烧器)为 3.3)。

在由一级和二级燃烧器沉积玻璃粒子的中心点之间的距离: 80 mm。

结果表示如下:

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的沉积速率: 30 克/分钟。

由一级和二级燃烧器沉积的粉灰预制体的生长速度: 90 毫米/分钟。

原料气体的产率: 50%。

(实施例 3)

除了在结束粉灰预制体形成的预计时间之前 30 分钟停止供应到一级燃烧器的原料气体的引入以外, 在与实施例 1 相同的条件下沉积玻璃粒子。

结果, 虽然有效部分的“沉积速率”保持不变, 但是, 在结束端处的非有效部分的长度可以降低到与对比实施例 1 相同的长度。在此, “有效部分”是指粉灰预制体的直径恒定的部分。

在通过两个燃烧器法形成粉灰预制体方法中, 通过本发明可以实现原料气体的高产率和粉灰预制体的高沉积速率。

图1A

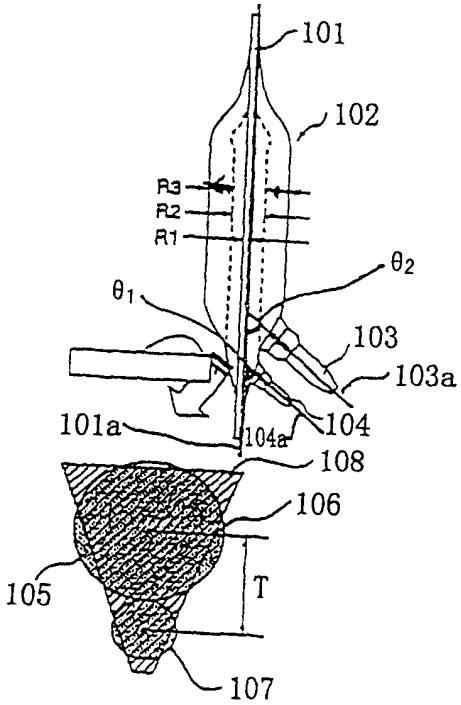



图1B

图2A

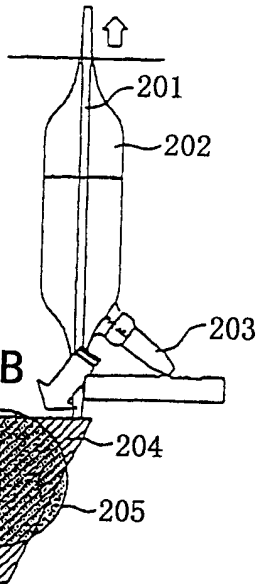



图2B

图3

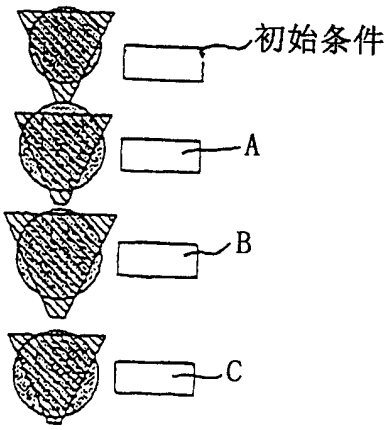


图4

