



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103663958 B

(45)授权公告日 2017.07.18

(21)申请号 201310437888.0

(22)申请日 2013.09.24

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 103663958 A

(43)申请公布日 2014.03.26

(73)专利权人 通鼎互联信息股份有限公司

地址 215233 江苏省苏州市吴江市震泽镇
八都开发区小平大道8号

(72)发明人 沈小平 吴仪温 王强强 范修远
张亮 李震宇 蒋小强

(74)专利代理机构 天津滨海科纬知识产权代理
有限公司 12211

代理人 杨慧玲

(51)Int.Cl.

C03B 37/018(2006.01)

(56)对比文件

CN 102741182 A, 2012.10.17, 说明书0005,
0019-0029, 0038段和附图2-6.

审查员 刘鹏

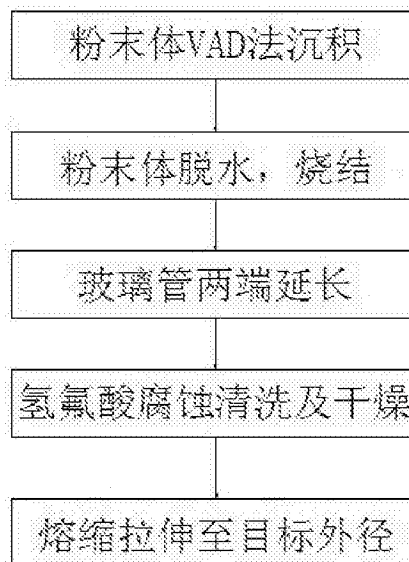
权利要求书2页 说明书9页 附图9页

(54)发明名称

一种制备低水峰光纤预制棒的方法

(57)摘要

本发明涉及了一种制备低水峰光纤预制棒的方法,该方法包含如下步骤:(a)使用气相轴向法(VAD)在靶棒沉积包含 SiO_2 , GeO_2 等的粉末;(b)待粉末体在靶棒上沉积完成后,将靶棒从粉末体中抽离;(c)将管状粉末体一端安装把持机构,另一端安装堵头,通过把持机构将粉末体送入充有脱水气体和导热气体的加热炉中将管状粉末体进行脱水和烧结成管状玻璃体;(d)在烧结后的管状玻璃体两端焊接延长管,将其置于含氢氟酸的液体内进行腐蚀,对其中心孔区域和外表面进行清洗处理,将其置于洁净环境中干燥;(e)将干燥后的管状玻璃体转移至含有氧气和含氟气体的电热炉中进行融缩;(f)将拉伸后的玻璃棒外包包层或直接拉丝成光纤。



1. 一种制备低水峰光纤预制棒的方法,该方法包含如下步骤:

(a) 使用气相轴向法(VAD)在靶棒(31)上沉积包含 SiO_2 和 GeO_2 的粉末,通过设定工艺参数包括靶棒(31)提升速度和不同喷灯的给料速度,给料气体种类和给料气体含量,来保证掺杂和几何比例及均匀性;

(b) 待粉末体(12)在靶棒(31)上沉积完成后,将靶棒(31)从粉末体(12)中抽离,在粉末体(12)的中心形成沿轴线(11)的中心孔(10);

(c) 将管状粉末体(12)一端安装把持机构,另一端安装羟基含量小于10ppm的堵头(33),然后通过把持机构将粉末体送入充有脱水气体和导热气体的加热炉(50)中将管状粉末体(12)进行脱水和烧结成管状玻璃体(19);

(d) 在烧结后的管状玻璃体(19)两端焊接延长管(32),将该管状玻璃体(19)置于含氢氟酸的液体内进行腐蚀,中心孔(10)内管状玻璃体(19)被腐蚀厚度不小于 $50\mu\text{m}$,然后对管状玻璃体(19)中心孔(10)区域和外表面进行清洗处理,再将清洗后的管状玻璃体(19)置于洁净环境中干燥;

(e) 将干燥后的管状玻璃体(19)转移至含有羟基质量含量要求小于1ppm的氧气和 C_2F_6 气体的电热炉中进行融缩,融缩时需要在管状玻璃体的一端抽真空,使气体在管状玻璃体(19)缩合后的中心区域内定向流动,在融缩过程中,管状玻璃体(19)保持沿轴线(11)旋转,在融缩过程中同时对管状玻璃体(19)进行拉伸;缩合前,在加热环境下对中心区域的气体氛围以及中心孔(10)区域玻璃采用 C_2F_6 和 O_2 的混合气进行化学腐蚀、脱水;

(f) 将拉伸后的玻璃棒外包包层或直接拉丝成光纤,所述光纤在1383nm波长衰耗低于0.35dB/km。

2. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤f的光纤在1383nm波长的衰耗进一步低于0.31dB/km。

3. 如权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤e中管状玻璃体(19)中心区域的羟基质量含量小于1ppb。

4. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤a中的预制棒气相轴向法采用至少两个沉积喷灯。

5. 根据权利要求4所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:沉积时第一喷灯(13)在靶棒上沉积,第二喷灯(14)在第一喷灯(13)沉积粉末上沉积,第三喷灯在第二喷灯沉积粉末上沉积,如此类推。

6. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述气相轴向法中的用于沉积粉末层的最里层沉积在预装在轴线(11)方向的旋转的靶棒(31)上,所述靶棒(31)为玻璃或者陶瓷材料。

7. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤c中堵头(33)为羟基质量含量小于10ppm的柱状玻璃材料。

8. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤c中管状粉末体(12)的脱水在含有氯气、氮气和氧气的一种或多种的混合气体的氛围在加热炉内进行的。

9. 根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤d包含保持原有沉积起始端的延长管(32),切除沉积结束端的含堵头(33)的玻璃,在切除沉积结

束端的含堵头(33)的玻璃处焊接延长管(32)。

10.根据权利要求1中所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述管状玻璃体(19)腐蚀厚度不小于500 μm 。

11.根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述步骤d中的管状玻璃体(19)利用去离子水清洗。

12.根据权利要求1所述的制备低水峰光纤预制棒的方法,其特征在于:所述的步骤e中的加热炉的温度为1600到2200度,加热炉移动速度为10~80mm/min,管内压力为-100pa到+100pa。

一种制备低水峰光纤预制棒的方法

技术领域

[0001] 本发明属于光纤通信领域,涉及一种光纤预制棒的制造方法,具体地说是一种气相轴向沉积法(VAD)制备大尺寸低水峰光纤预制棒的制造方法。

背景技术

[0002] 光纤预制棒制造一般采用两步法工艺,即先制造芯棒,然后在芯棒外采用不同的技术制造外包层。典型的芯棒制造方法有以下四种:改进的化学汽相沉积法(MCVD),等离子增强化学汽相沉积法(PCVD)、管外汽相沉积法(OVD)和轴向汽相沉积法(VAD)。外包层制造技术根据外包方式分类有套管法和直接沉积外包,根据包层材料的制备工艺分类有OVD, VAD以及APVD法。外包层的对材料纯度要求相对较低,折射率分布剖面单一,根据其外包方式的不同或者外包材料杂质含量的不同,选择合适芯包配比的芯棒。芯棒的制造决定光纤产品的性能,是制备光纤的关键技术。

[0003] 现就普通VAD方法做简要说明。图12为普通双灯VAD工艺的设备示意图。如图12所示,第一喷灯13和第二喷灯14用于喷射如氢气和氧气但是不限于氢气和氧气等燃料,如氩气但是不限于氩气等保护气以及如四氯化硅,四氯化锗但是不限于二者的用于反应生成二氧化硅和二氧化锗等粉末的反应物质。以四氯化硅和氢氧焰为例,第一和第二喷灯13,14喷射的氢气和氧气燃料燃烧时,在靠近第一和第二喷灯13,14表面的区域,从第一和第二喷灯13,14喷射的化学物质 SiCl_4 的温度急剧升高,当所述的化学物质达到以及超过该化学反应的温度既大约 1300°C 时,开始进行如下所述的氧化和水解反应,从而生成硅的氧化物,颗粒状的 SiO_2 :

[0004] $\text{SiCl}_4 + \text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{Cl}_2$ (氧化)

[0005] $\text{SiCl}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{HCl}$ (水解)

[0006] 所生产的颗粒随着从所述的沉积喷灯喷射的高温气体一起移动,然后通过热泳现象沉积在温度相对较低的预制棒周围的表面上,该圆形预制棒周围的温度梯度引起了这种热泳现象。

[0007] 实际生产过程中,通过控制提供给第一和第二喷灯13,14的不同种类的反应物质使芯棒21的折射率可大于包层22的折射率,例如在沉积芯层21的第一喷灯内加入四氯化锗,从而实现芯层21沉积层折射率大于包层22。

[0008] 在实际生产过程中,通过调整第一喷灯和第二喷灯喷射出的颗粒束的角度以及周围温度分布,使粉末芯层21和包层22同时往轴向和径向生长,通过在芯层端部的激光或者摄影设备41实施跟踪端部的增长情况,反馈控制预制棒的提拉端(未画出)的提拉速度。

[0009] 就低水峰单模光纤制备而言,相对于OVD工艺,传统VAD工艺由于不存在中心靶棒,在烧结和熔缩过程中无需考虑中心孔界面受外界含氢杂质的污染,适合制备低水峰,零水峰光纤,但是由于没有靶棒的支撑,最中心的喷灯在沉积过程中需要同时兼顾粉末径向和轴向的增长速度,大大提高了工艺控制的难度,同样受限于粉末径向和轴向沉积的比例以及收集效率的平衡关系,大大限制了VAD法制备芯棒的沉积速率。具体的以图12为例,粉末

从喷灯13端口喷射出来后,通过粉末流的方向以及周围温度场的调节,形成了芯层21的径向和轴向的增长,芯层21端部呈半球状,无论如何调整角度粉末朝径向和轴向增长均会形成一个平衡点,径向越快轴向也会越快,由于在低水峰光纤预制棒芯棒的实际生产过程中,包层与芯层直径比一般控制在3到7之间,更多情况下在5左右,也就是说芯层21直径达到50mm时,包层21的直径必须达到250mm,直径达到一定尺寸后脱水和烧结都会成为问题,也就是说在实际应用中芯层径向的增长速度是受限制的,所以轴向的增长也会受限,从而限制了预制棒的沉积速率。

[0010] 以如下两篇关于VAD工艺的专利分析为例:

[0011] 中国专利(CN 1952848A)“气相轴向沉积装置和气相轴向沉积方法”报道了一种采用两盏喷灯,喷灯一在与轴线成直线的粉末预制棒的末端上沉积粉末,从而长出芯层;喷灯二在芯层的外周围沉积粉末,从而长出包层。通过温度检测器探测到的粉末预制棒尾端的第一和第二相对最高温度,以及二者之间的相对最低温度,设定三者之间的相对关系,经过分析与设定参数的差异,控制单元通过调节喷灯一,喷灯二的气体流量和组成,喷灯位置以及粉末预制棒提升速度来控制粉末预制棒的整体质量。

[0012] 美国专利(US20120103023A1)“制造光纤预制棒的方法”披露了一种采取两盏喷灯,喷灯一在与轴线成直线的粉末预制棒的末端上沉积粉末,从而长出芯层;喷灯二在芯层的为周围沉积粉末,从而长出包层。通过CCD成像仪检测粉末预制棒的形状。通过图像分析软件分析检测形状与设定形状之间的差异,利用控制系统调节喷灯气体流量和组成,喷灯位置以及粉末预制棒的提升速度来控制粉末预制棒的整体质量。

[0013] 这样的制备方法具有如下问题:

[0014] a) 粉末预制棒的尾端既需要控制温度分布,又需要控制形状,工艺参数控制复杂,连续生产的稳定性不高;

[0015] 根据soot棒外形反馈控制提拉速度和喷灯粉末喷射速度,粉末密度均匀性差,容易因预制棒本身重量和体积不断增加,造成粉末棒开裂,沉积速率受限,生产效率降低。

发明内容

[0016] 针对上述控制复杂,效率低以及存在速度极限的问题,本发明公开了一种新型的VAD沉积方法,在整个沉积过程中提供芯层沉积的靶棒,简化粉末棒生长过程中的密度,几何尺寸控制,提高沉积效率和速率,同时提供一种降低由于脱水和烧结过程中存在于中心孔的含氢杂质的方法,制备可用于低水峰光纤的光纤预制棒制备方法。

[0017] 为达到上述目的,本发明解决其技术问题所采取的方案是:这种制备低水峰光纤预制棒的方法,该方法包含如下步骤:

[0018] (a) 使用气相轴向法(VAD)在靶棒沉积包含 SiO_2 , GeO_2 等的粉末。通过设定工艺参数包括靶棒提升速度和不同喷灯的给料速度,给料气体种类和给料气体含量,来保证掺杂和几何均匀性。

[0019] (b) 待粉末体在靶棒上沉积完成后,将靶棒从粉末体中抽离,在粉末体的中心形成沿轴线的中心孔。

[0020] (c) 将管状粉末体一端安装把持机构,另一端安装堵头,然后通过把持机构将粉末体送入充有脱水气体和导热气体的加热炉中将管状粉末体进行脱水和烧结成管状玻璃体。

[0021] (d)在烧结后的管状玻璃体两端焊接延长管,将该管状玻璃体置于含氢氟酸的液体内进行腐蚀,然后对管状玻璃体中心孔区域和外表面进行清洗处理,再将清洗后的管状玻璃体置于洁净环境中干燥;

[0022] (e)将干燥后的管状玻璃体转移至含有氧气和含氟气体的电热炉中进行融缩,融缩时需要在管状玻璃体的一端抽真空,使气体在管状玻璃体缩合后的中心区域内定向流动。在融缩过程中,管状玻璃体保持沿轴线旋转,在融缩过程中可以同时同时对管状玻璃体进行拉伸。

[0023] (f)将拉伸后的玻璃棒外包包层或直接拉丝成光纤,所述光纤在1383nm 波长衰耗低于0.35dB/km。

[0024] 按上述方案,制备的光纤预制棒所拉制的光纤在1383nm波长的衰耗低于0.31dB/km

[0025] 按上述方案,所述步骤e中管状玻璃体中心区域的OH质量含量小于1ppb;

[0026] 按上述方案,所述步骤a中的预制棒气相轴向法采用至少两个沉积喷灯。

[0027] 按上述方案,所述步骤中的第一喷灯在靶棒上沉积,第二喷灯在第一喷灯沉积粉末上沉积,第三喷灯在第二喷灯沉积粉末上沉积,如此类推。

[0028] 按上述方案,所述气相轴向法中的用于沉积粉末层的最里层沉积在预装在轴线方向的旋转的靶棒上,所述靶棒为玻璃或者陶瓷材料。

[0029] 按上述方案,所述步骤c中堵头为羟基质量含量小于10ppm的柱状玻璃材料。

[0030] 按上述方案,所述步骤c中管状粉末体的脱水在含有氯气、氨气和氧气的一种或多种的混合气体的氛围内在加热炉内进行的。

[0031] 按上述方案,所述步骤d包含保持原有沉积起始端的延长管,切除沉积结束端的含堵头的玻璃,在切除沉积结束端的含堵头的玻璃处焊接延长管。

[0032] 按上述方案,所述步骤e中管状玻璃体置于含氢氟酸的液体内进行腐蚀,中心孔内管状玻璃体被腐蚀的厚度不小于50 μ m。

[0033] 按上述方案,所述管状玻璃体腐蚀厚度不小于500 μ m。

[0034] 按上述方案,所述步骤e中的清洗液体去离子水。

[0035] 按上述方案,所述步骤e中在缩合前,在加热环境下对中心区域的气体氛围以及中心孔区域玻璃采用含氟气体进行化学腐蚀、脱水。

[0036] 按上述方案,所述的化学腐蚀、脱水的步骤中采用的含氟气体为C₂F₆和O₂的混合气。

[0037] 按上述方案,所述混合气的羟基质量含量要求小于1ppm。

[0038] 按上述方案,所述的步骤e中的加热炉的温度为1600到2200度,加热炉移动速度为10~80mm/min,管内压力为-100 pa到+100 pa。

[0039] 与现有技术相比,本发明的有益之处是:这种制备低水峰光纤预制棒的方法合理分配了烧结,脱水,熔缩拉伸的功能,具备高沉积效率,沉积速率,控制简单,适合制备各种芯包比例的大尺寸的低水峰光纤预制棒,大大降低了光纤的制造成本,提供了带中心靶棒的VAD沉积方法,大大降低了芯包沉积几何尺寸配比,几何均匀性,参杂均匀性的难度,适合于多灯多层沉积,制备各种芯包几何和折射率结构的大尺寸预制棒。

[0040] 附图说明:

- [0041] 下面结合附图对本发明进一步说明。
- [0042] 图1为本发明制备低水峰光纤预制棒的方法的工艺流程图；
- [0043] 图2为本发明的轴向气相法(VAD)双喷灯的沉积示意图；
- [0044] 图3为本发明的轴向气相法(VAD)多喷灯的沉积示意图；
- [0045] 图4为本发明中末端不带堵头的粉末体的脱水,烧结示意图；
- [0046] 图5为本发明中末端带堵头的粉末体的脱水,烧结示意图；
- [0047] 图6为本发明中烧结后中心直接缩合的玻璃体剖视图；
- [0048] 图7为本发明中烧结后中心未缩合的玻璃体剖视图；
- [0049] 图8为本发明中烧结后玻璃管的两端切割后再延长的示意图；
- [0050] 图9为本发明中延长并腐蚀氢气干燥后在电热炉中腐蚀示意图；
- [0051] 图10为本发明中延长并腐蚀氢气干燥后在电热炉熔缩拉伸示意图；
- [0052] 图11为本发明中预制棒拉制光纤的衰减谱图；
- [0053] 图12为普通VAD设备的示意图。
- [0054] 图中:10、中心孔；11、轴线；12、粉末体；13、第一喷灯；14、第二喷灯；15、16、喷灯；18、玻璃体；19管状玻璃体；21、芯层；22、23、24、沉积层；31、靶棒；32、延长管；33、堵头；34、输送机构；50、加热炉；51、加热腔体；61、电热炉；63、真空泵。

具体实施方式

- [0055] 下面结合附图及具体实施方式对本发明进行详细描述：
- [0056] 图1所示一种制备低水峰光纤预制棒的方法,该方法包含如下步骤：
- [0057] (a)使用气相轴向法(VAD)在靶棒31沉积包含 SiO_2 、 GeO_2 等的粉末,其中第一喷灯13在靶棒31外周围沉积芯层21,第二喷灯13等喷灯在芯层外围沉积,从而长出包层。通过设定工艺参数如靶棒提升速度和不同喷灯的给料速度,给料气体种类和给料气体含量,来保证掺杂和几何均匀性；
- [0058] (b)待粉末体12在靶棒31上沉积完成后,将靶棒31从粉末体12中抽离,在粉末体12的中心形成沿轴线11的中心孔10；
- [0059] (c)将管状粉末体12一端安装把持机构,另一端安装堵头33,然后通过把持机构将粉末体送入充有脱水气体和导热气体的加热炉50中将管状粉末体12进行脱水和烧结成管状玻璃体19。
- [0060] (d)在烧结后的管状玻璃体19两端焊接延长管32,将该管状玻璃体19置于含氢氟酸的液体内进行腐蚀,然后对管状玻璃体19中心孔区域和外表面进行清洗处理,再将清洗后的管状玻璃体19置于洁净环境中干燥；
- [0061] (e)将干燥后的管状玻璃体19转移至含有氧气和含氟气体的电热炉中进行融缩,融缩时需要在管状玻璃体的一端抽真空,使气体在管状玻璃体19缩合后的中心区域内定向流动。在融缩过程中,管状玻璃体19保持沿轴线11旋转,在融缩过程中可以同时管状玻璃体19进行拉伸；
- [0062] (f)将拉伸后的玻璃棒外包包层或直接拉丝成光纤,所述光纤在1383nm 波长衰减低于0.35dB/km。
- [0063] 不同于普通VAD法沉积工艺,本发明中提供的VAD法沉积工艺中用以沉积芯层的第

一喷灯13的沉积全部在一根旋转的靶棒上31进行,粉末棒由内向外第一层后根据折射率剖面或者沉积速率的需要依次是第二,第三或者更多的喷灯。

[0064] 图2为本发明提供的双灯VAD沉积方法的示意图。如图2所示,第一喷灯13和第二喷灯14用于喷射如氢气和氧气但是不限于氢气和氧气等可燃气体,如氩气但是不限于氩气等保护气以及如四氯化硅,四氯化锗但是不限于二者的用于反应生成二氧化硅和二氧化锗等粉末的含硅和锗的反应物质。反应生成的包含二氧化硅和二氧化锗颗粒的流体沿火焰方向喷射到沿轴线11旋转的靶棒31上,由于靶棒31的存在,粉末在靶棒31上的收集效率大大提高,相对于普通VAD法,粉末的收集效率由20~40%提高至50~70%;如图12普通VAD法通过置于芯层21粉末棒锥部附近的激光或者摄影设备实时测量锥部的几何尺寸的变化或温度传感设备实时测量锥部的温度分布,反馈控制粉末棒的提升速度,从而控制粉末棒的直径均匀性。本发明提供的方法可以取消该反馈控制部件,通过设定相应的工艺参数来保证掺杂和几何均匀性。从第二喷灯14喷射出的含二氧化硅的颗粒的流体以芯层21为靶材进行沉积和生长,由于中心靶棒31的存在,大大提升了芯层21的沉积速率,在实际应用中可以在第一喷灯13外增加第二喷灯14,第三或者更多的喷灯以进一步提高芯棒的整体沉积速率。

[0065] 如图3为本发明中一种多灯的VAD法沉积的示意图,根据设定组份的二氧化硅,二氧化锗等粉末通过第一喷灯13,第二喷灯14,喷灯15和16喷射并沉积成相应的沉积层22、23、24,其中各沉积层22、23、24与中心靶棒31同心,通过增加喷灯的数目或者单个喷灯中的反应物流量,可以提高粉末体12的沉积速率,通过调准各灯中四氯化硅,四氯化锗以及其他掺杂物质的含量可以获得更多折射率剖面的预制棒。

[0066] 待目标尺寸和掺杂的粉末体在靶棒31上沉积完成后,将靶棒31从粉末体12上抽离,如图4所示,移除中心靶棒31的粉末体12的轴心出现了中心孔10,以及用于把持粉末体12的顶部延长管32。将延长管32放置在置于脱水加热炉50上方的可上下移动和转动的输送机构34上。通过输送机构34将粉末体12输送到加热炉50中,将加热炉50升至1000到1200度,同时在加热腔体51中注入用于脱水除杂以及导热的气体,该气体最好是氯气和氦气的混合气,转动和上下移动粉末体12,将其中含氢杂质以及其他杂质在1000到1200度的温度条件下通过化学方法除去,然后将腔体内的温度提升至1500度左右,将粉末多孔疏松体烧结成玻璃体18。

[0067] 如图5在本发明中最好在粉末体12的末端,安装能够与中心孔10相配合的堵头33,所述堵头33最好为羟基含量小于10 ppm的玻璃体,所述中心孔10附近的玻璃区域是光导纤维最中心的部位,大部分光在该区域传播,该区域的纯度对光纤的光学性能影响最为强烈,另一方面,在脱水和烧结的高温处理过程中,如果不在末端安装堵头33,中心孔10内气体流速和流量明显大于安装堵头33的情况,可能造成腔体内的杂质附着,更加严重的是,过高温度和高浓度的氯气环境造成该部位二氧化锗的挥发和氧化,影响折射率剖面分布,增加后续处理的难度。

[0068] 在实际生产应用中,以OVD和PCVD这种沉积后存在中心孔10的工艺为例,主要的含氢杂质是在中心孔10缩合前和缩合过程中环境中的水扩散到该区域的,比如在将含中心孔10的管状玻璃体19转移到缩合炉的过程中,环境中的含有水分的气体扩散到中心孔10区域,所制的预制棒拉制的光纤在1383nm波段具有大的吸收峰,无法制备低水峰光纤。研究表明:当中心孔区域放置于含氢氛围中,比如空气中,物理吸附的水(H_2O)和化学吸附的水(-

OH在中心孔区域迅速键合到玻璃上,水分含量越高,放置时间越长这种吸附更加强烈,而且无论这种放置时间有多短,其扩散的含氢杂质足够造成光纤水峰超标。

[0069] 在本发明中,如图6所示,在具有脱水和烧结功能的炉体内,通过在中心孔10区域提供略微的负压,该微负压最好是小于-100pa,在该氛围内直接将粉末体12烧成中心缩合的玻璃体18。然后根据需要再拉伸成目标几何尺寸,其制备的光纤在1383nm满足低水峰光纤的要求。

[0070] 本发明中优先选择的方案是在烧结炉中,直接烧结成如图7中的管状玻璃体19,该方案兼顾了大尺寸芯棒后续拉伸处理的需求,将熔缩功能放置在该步骤,在不增加工艺流程的前提下,发明了中心孔10区域再处理的方法。如图4提供的方法,解决了中心区间的含羟杂质的问题,但是该区域二氧化锗在大于1000度的脱水和烧结过程中挥发和氧化,使烧结后预制棒的中心线区域折射率降低,形成中心下限,影响光纤的光学性能。本发明中,先烧结成管状玻璃体19,在后续对接清洗过程中增加氢氟酸腐蚀,在拉伸过程中增加含氟气体除水和腐蚀的方法,去除中心孔10以及内界面区域的含水杂质以及该区域锗含量偏低的部分。

[0071] 如图8所示,待粉末体12烧结成管状玻璃体19后,在其末端对接延长管32,所述玻璃管32最好为羟基含量小于10ppm,将两端分别玻璃管的管状玻璃体19放置于含氢氟酸的溶液内对棒体界面进行腐蚀清洗,中心孔10内壁腐蚀厚度大于50um,最优的状态是大于0.5mm,腐蚀后将管状玻璃体19进行清洗,最优状态为用去离子水清洗,然后将清洗后的棒体置于干燥气体的环境内干燥。

[0072] 如图9、10将管状玻璃体19置于电热炉61中,在管状玻璃体19的一端充入含氟气体,该气体最好为氧气和含氟气体的混合气,该含氟气体最好是 C_2F_6 ,将充有气体的管状玻璃体19在电热炉中加热,加热温度大于1500度,使中心孔10内环境中的含水物质以及中心孔10区域内含水部分用氟利昂反应掉,在管状玻璃体19的另外一段为真空泵63,使气体定向的流动,同时将反应产物通过泵63抽离中心孔10。

[0073] 根据设定程序对中心孔10区域除杂和腐蚀后,如图10所示,将电热炉61的温度升至2000度左右,持续在真空泵63端位置小于-100 pa的略微负压,逐步将中心孔10缩合,为了保证中心孔10区域玻璃部分具有较好的轴对称性,整个熔缩过程保持管状玻璃体19沿轴线11旋转。在本发明的熔缩方法中,可以同时对待实心体进行拉伸,拉伸成目标外径的管状玻璃体19。

[0074] 将上述熔缩并拉伸至目标外径的玻璃棒,根据最终玻璃光纤的芯包直径比例再外包相应的包层,所述外包层可以通过套管法也可以是OVD,VAD或者APVD等方法直接沉积外包,将外包后的预制棒拉制成需求外径的玻璃光纤,由于采取了本发明提供的在脱水烧结炉中直接熔缩以及本发明中最优的方案,即在熔缩前和熔缩拉伸的过程中增加除氢工艺,避免了中心孔层含有较高羟基。最终该区域的羟基含量小于1ppb,所拉制的光纤在1383nm波长附近具有小于0.31dB/km的吸收峰。

[0075] 图11为采用本发明提供的方法制备预制棒并拉制成的光纤的衰耗谱图,其中91为采用本发明中提供的VAD沉积方法但是在后续烧结过程中不进行化学方法除氢所制备的光纤的衰耗谱,92为采用发明中提供的先用氢氟酸腐蚀清洗干燥,然后在含氟利昂气流环境中缩合的光纤预制棒拉制成光纤的衰耗谱图,93为采用发明中提供的VAD沉积方法并在脱

水烧结炉中脱水并烧结的光纤预制棒的衰耗谱图。

[0076] 下面通过具体实施例对本发明进行进一步详述;下面四个实施例分别包含了在烧结炉中直接缩合制备G652光纤预制棒,双灯沉积并经过氢氟酸,氟利昂腐蚀然后熔缩拉伸制备G652光纤预制棒,三灯沉积并经过氢氟酸,氟利昂腐蚀然后熔缩拉伸后制备G657光纤预制棒的实施例。

[0077] 实施例1

[0078] 在VAD法沉积中使用直径为8mm陶瓷靶棒,采用两个喷灯分别沉积芯层和包层粉末层直径至55mm和200mm,其中芯层为SiO₂与GeO₂混合物,包层为SiO₂粉末,粉末体平均密度为0.55gram/cm³,粉末体长度为1000mm。沉积结束后从粉末体中移除陶瓷靶棒,在其末端安装外径为8.1mm,长度为90mm的实心玻璃棒,该实心棒为羟基质量含量小于1ppm的高纯石英棒。然后将粉末体转移到脱水烧结炉的输送平台,将预制棒自上而下伸进脱水烧结炉中,为了避免中心二氧化锆掺杂层的挥发引起剖面的中心下陷,悬着芯层沉积直径达55mm的大尺寸设计来稀释下陷的影响,为了避免在中心孔缩合时加热炉温度过高造成烧结炉内的玻璃内胆软化变形,在该烧结炉内不使用玻璃内胆,在热区附近采用石墨内胆。

[0079] 将热区温度升至1100℃,在烧结炉的底部充入40SLPM氦气,5SLPM氯气,粉末体以400mm/min速度自上而下经过烧结炉的热区,完成上述脱水工序后,将烧结炉温度升高至1500℃,维持氯气和氦气气体流量不变,粉末体以7mm/min的速度自下而上进过热区,实现粉末体的烧结,烧结工序结束后在粉末体顶端延长棒提供中心孔100pa的负压,将热区温度升高至1900℃,将氦气流量降低至10SLPM,氯气气体流量降低至2SLPM,将烧结体以5mm/min速度自上而下经过热区,缩合中心孔。将缩合后的实心棒拉伸至外径41mm,采用OVD法外包至150mm实心棒,拉丝光纤结果如表1:

包层直径	1310nm衰耗	1383nm衰耗	1550nm 衰耗
125μm	0.338dB/km	0.291dB/km	0.196dB/km

[0080] 实施例2

[0081] 在VAD法沉积中使用直径为8mm陶瓷靶棒,采用两个喷灯分别沉积芯层和包层粉末层直径至18mm和220mm,其中芯层为SiO₂与GeO₂混合物,包层为SiO₂粉末,粉末体平均密度为0.55gram/cm³,粉末体长度为1000mm。沉积结束后从粉末体中移除陶瓷靶棒,在其末端安装外径为8.1mm,长度为90mm的实心玻璃棒,该实心棒为羟基质量含量小于1ppm的高纯石英棒。然后将粉末体转移到脱水烧结炉的输送平台,将预制棒自上而下伸进腔体内衬为玻璃管的脱水烧结炉中。

[0082] 将热区温度升至1100℃,在烧结炉的底部充入40SLPM氦气,5SLPM氯气,粉末体以400mm/min速度自上而下经过烧结炉的热区,完成上述脱水工序后,将烧结炉温度升高至1500℃,维持氯气和氦气气体流量不变,粉末体以7mm/min的速度自下而上进过热区,实现粉末体的烧结;然后将烧结后的玻璃管末端对接延长管,将对接后的组合体用氢氟酸腐蚀至中心孔孔径增大 1mm,在干燥氮气吹扫的气体内干燥12小时,然后在电热炉中先用1700℃的温度,在中心内控充入1SLPM氧气和0.5SLPM的氟利昂(C₂F₆),炉体以30mm/min的速度轴向经过玻璃体18,腐蚀完成后在一端通过真空泵施加100pa的负压,同时将炉温升至2000度,以15mm/min的移动速度对玻璃管进行缩合。将缩合的预制棒在拉丝炉内拉制成光纤,光纤结果如表2:

包层直径	1310nm衰减	1383nm衰减	1550nm 衰减
125μm	0.333dB/km	0.308dB/km	0.192dB/km

[0083] 实施例3

[0084] 在VAD法沉积中使用直径为8mm陶瓷靶棒,采用三个喷灯分别沉积芯层,第一包层和第二包层粉末层直径至65mm,160mm和280mm,其中芯层为SiO₂与GeO₂混合物,包层为SiO₂粉末,粉末体平均密度为0.55gram/cm³,粉末体长度为800mm。沉积结束后从粉末体中移除陶瓷靶棒,在其末端安装外径为8.1mm,长度为90mm的实心玻璃棒,该实心棒为羟基质量含量小于1ppm的高纯石英棒。然后将粉末体转移到脱水烧结炉的输送平台,将预制棒自上而下伸进腔体内衬为玻璃管的脱水烧结炉中。

[0085] 将热区温度升至1100℃,在烧结炉的底部充入40SLPM氦气,5SLPM氯气,粉末体以400mm/min速度自上而下经过烧结炉的热区,完成上述脱水工序后,将烧结炉温度升高至1500℃,维持氯气和氦气气体流量不变,粉末体以7mm/min的速度自下而上进过热区,实现粉末体的烧结;然后将烧结后的玻璃管末端对接延长管,将对接后的组合体用氢氟酸腐蚀至中心孔孔径增大1mm,在干燥氮气吹扫的腔体内干燥12小时,然后在电热炉中先用1700℃的温度,在中心内控充入1SLPM氧气和0.5SLPM的氟利昂(C₂F₆),炉体以30mm/min的速度沿轴向经过玻璃体18,腐蚀完成后在一端通过真空泵施加100pa的负压,同时将炉温升至2000℃,以12mm/min的移动速度对玻璃管进行缩合并拉伸。将预制棒拉伸外径为43mm,将43mm外径芯棒置于内径为46mm外径为150mm羟基质量含量小于1ppm的套管中,在拉丝塔上直接熔缩拉丝至125um外径。其光纤结果如表3:

[0086]

包层直径	1310nm衰减	1383nm衰减	1550nm 衰减
125μm	0.332dB/km	0.295dB/km	0.189dB/km

[0087] 实施例4

[0088] 该实施例为采用三喷灯的弯曲不敏感光纤预制棒的制备方法。

[0089] 在VAD法沉积中使用直径为8mm陶瓷靶棒,采用三个喷灯分别沉积芯层,第一包层和第二包层粉末层直径至45mm,62mm和180mm,其中芯层为SiO₂与GeO₂混合物,第一包层为SiO₂粉末,第二包层为含氟SiO₂粉末,粉末体平均密度为0.5gram/cm³,粉末体长度为800mm。沉积结束后从粉末体中移除陶瓷靶棒,在其末端安装外径为8.1mm,长度为90mm的实心玻璃棒,该实心棒为羟基质量含量小于1ppm的高纯石英棒。然后将粉末体转移到脱水烧结炉的输送平台,将预制棒自上而下伸进腔体内衬为玻璃管的脱水烧结炉中。

[0090] 将热区温度升至1100℃,在烧结炉的底部充入40SLPM氦气,5SLPM氯气,粉末体以400mm/min速度自上而下经过烧结炉的热区,完成上述脱水工序后,将烧结炉温度升高至1450℃,维持氯气和氦气气体流量不变,粉末体以8mm/min的速度自下而上进过热区,实现粉末体的烧结;然后将烧结后的玻璃管末端对接延长管,将对接后的组合体用氢氟酸腐蚀至中心孔孔径增大1mm,在干燥氮气吹扫的腔体内干燥12小时,然后在电热炉中先用1700℃的温度,在中心内控充入1SLPM氧气和0.5SLPM的氟利昂(C₂F₆),炉体以30mm/min的速度沿轴向经过玻璃体18,腐蚀完成后在一端通过真空泵施加100pa的负压,同时将炉温升至2000℃,以20mm/min的移动速度对玻璃管进行缩合并拉伸。将预制棒拉伸外径至41mm,然后将41mm外径芯棒采用OVD法外包至150mm实心棒,拉丝光纤结果如表4:

[0091]

包层直径	1310nm 衰耗	1383nm 衰耗	1550nm 衰耗	宏弯 1550nm 1*7.5mm 半径 (dB)	宏弯 1625nm 1*7.5mm 半径(dB)
125 μ m	0.338 dB/km	0.291 dB/km	0.196 dB/km	0.08	0.20

[0092] 这种制备低水峰光纤预制棒的方法合理分配了烧结,脱水,熔缩拉伸的功能,具备高沉积效率,沉积速率,控制简单,适合制备各种芯包比例的大尺寸的低水峰光纤预制棒,大大降低了光纤的制造成本,提供了带中心靶棒的VAD沉积方法,大大降低了芯包沉积几何尺寸配比,几何均匀性,参杂均匀性的难度,适合于多灯多层沉积,制备各种芯包几何和折射率结构的大尺寸预制棒。

[0093] 需要强调的是:以上仅是本发明的较佳实施例而已,并非对本发明作任何形式上的限制,凡是依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案的范围。



图1

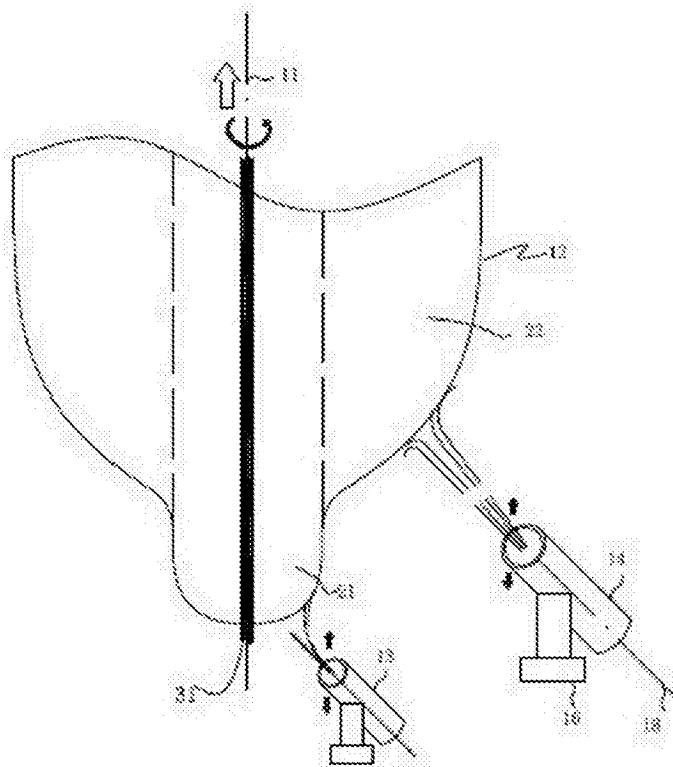


图2

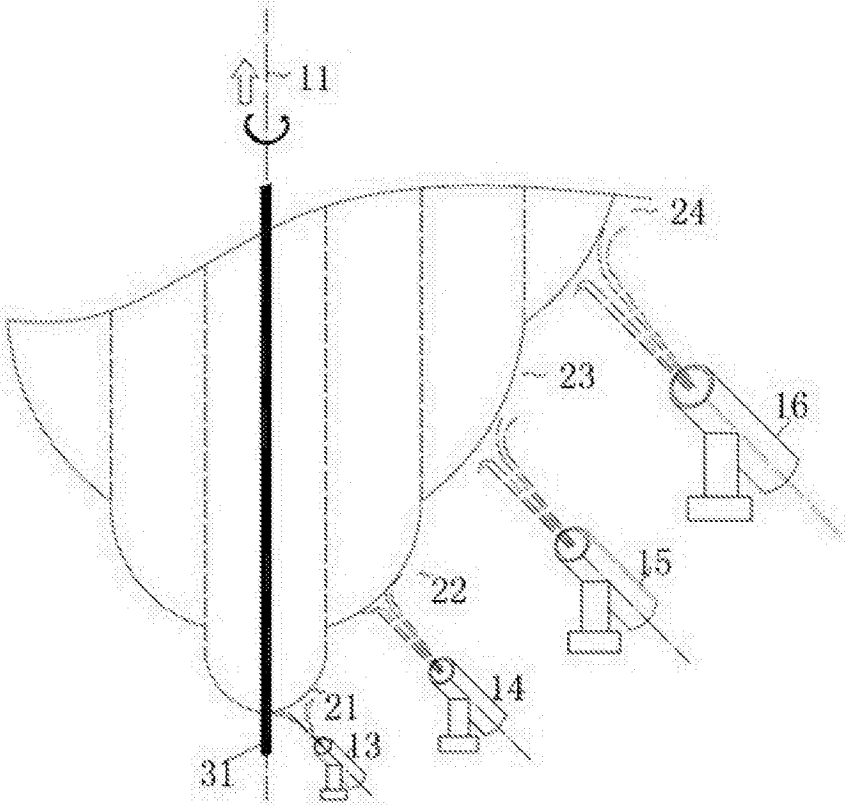


图3

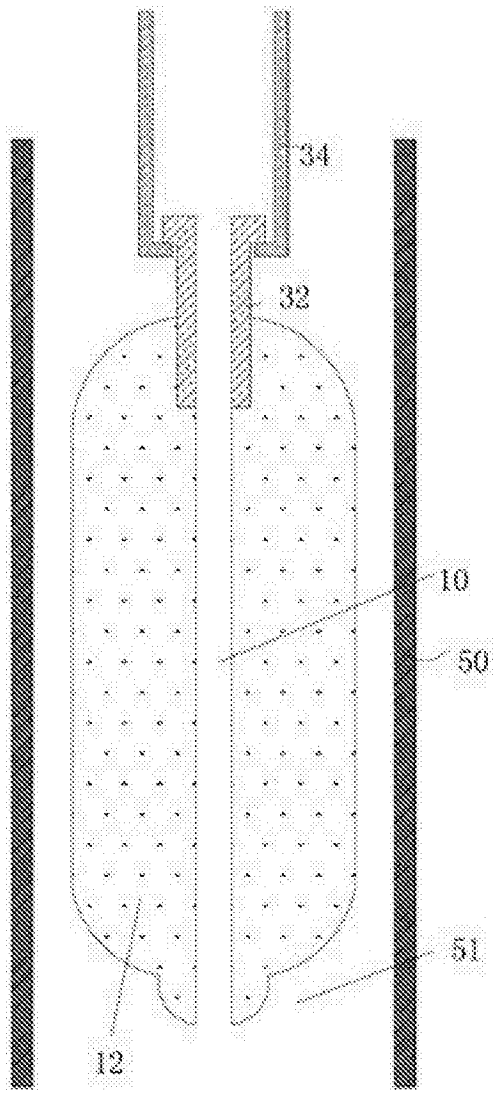


图4

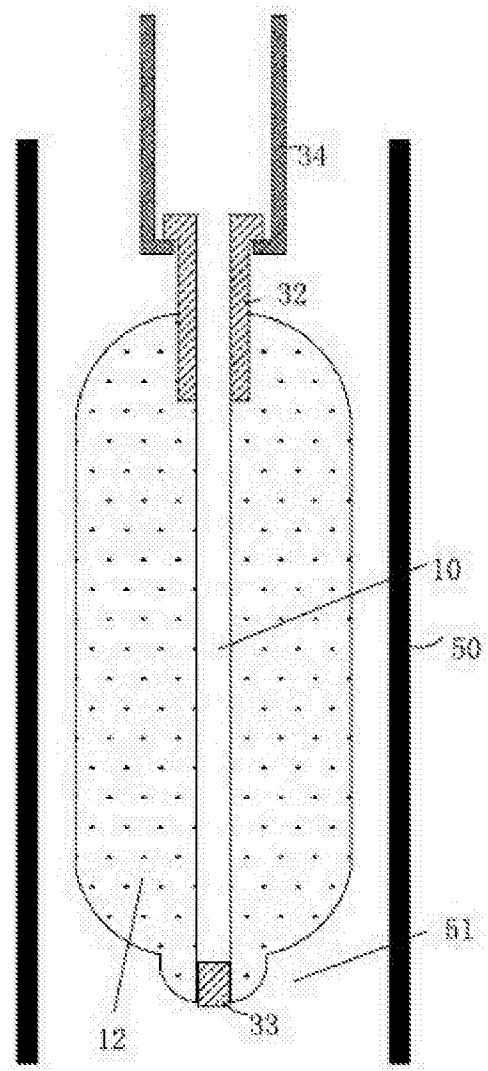


图5

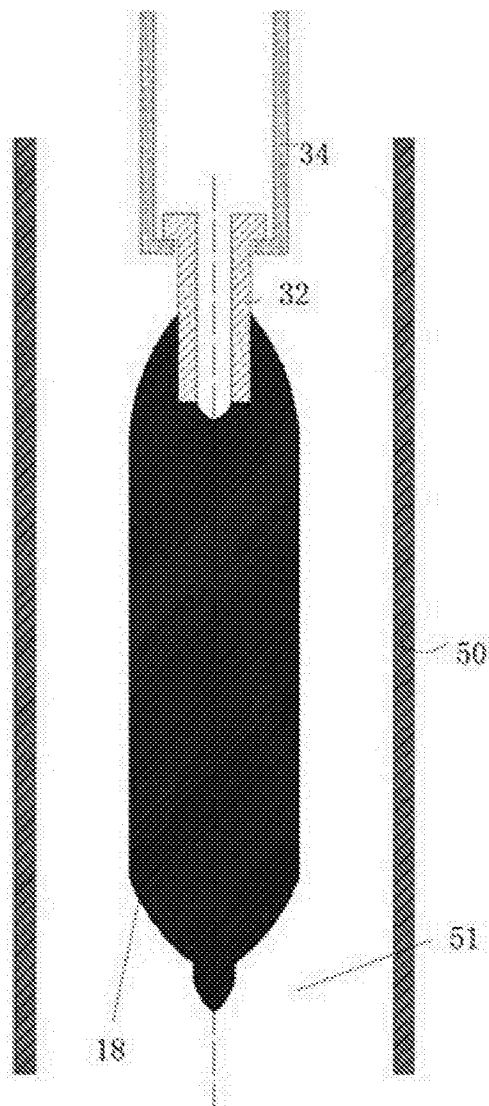


图6

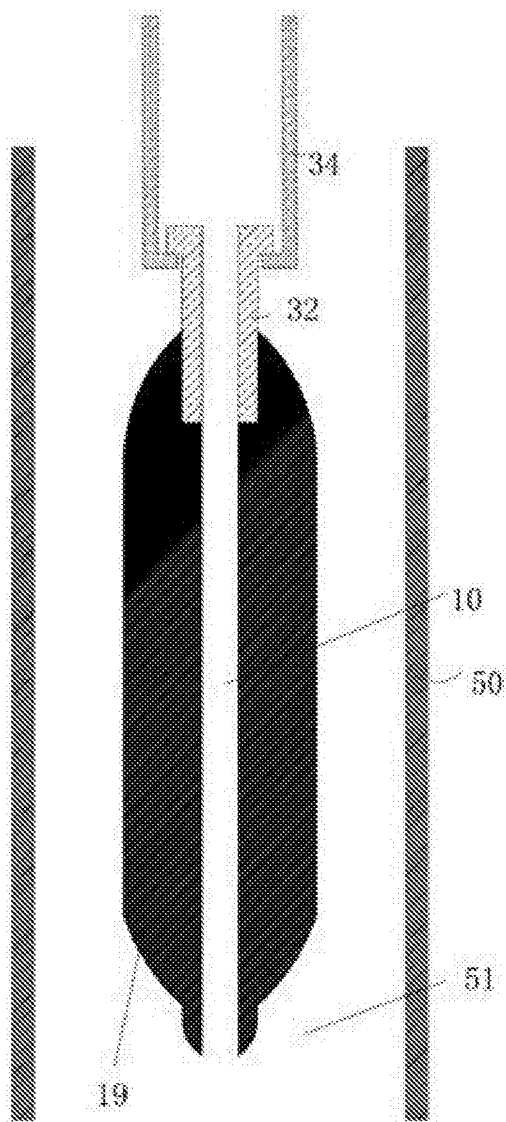


图7

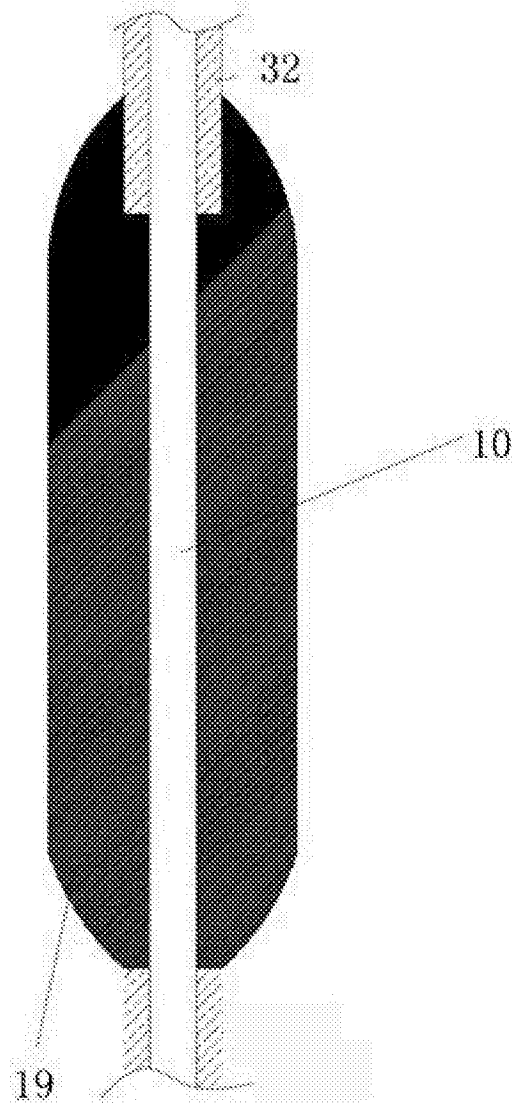


图8

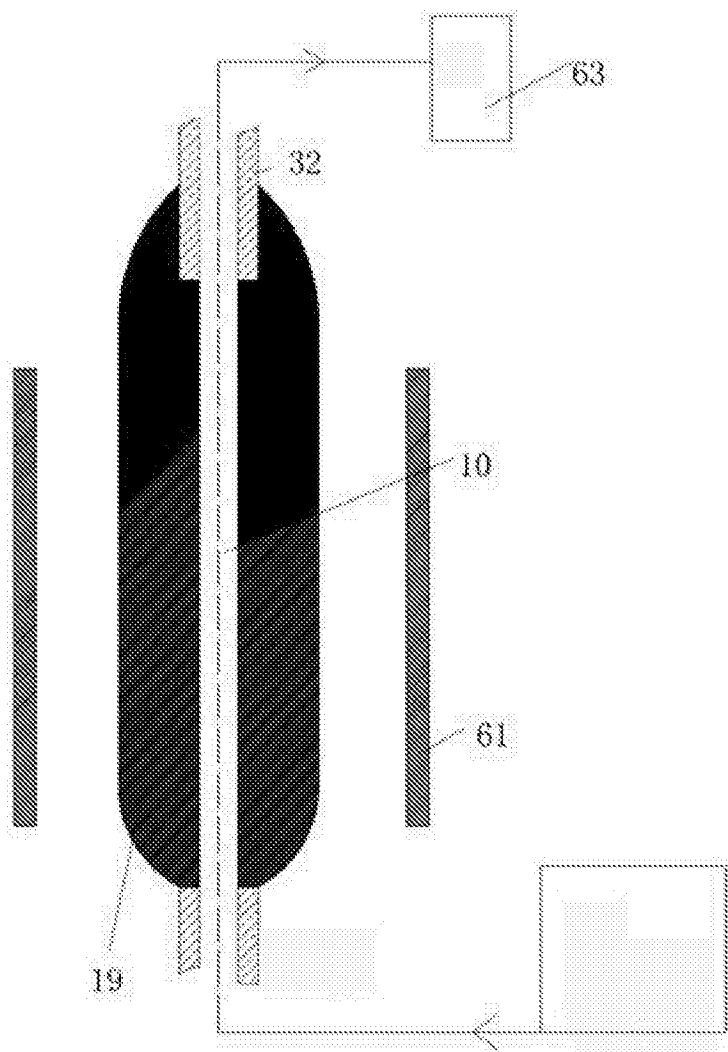


图9

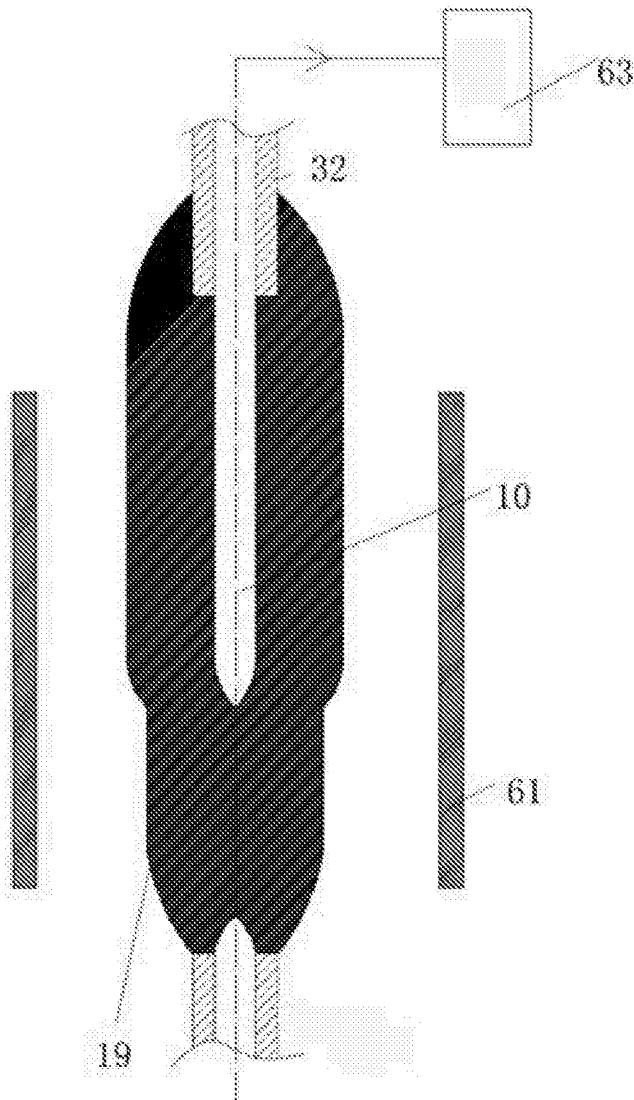


图10

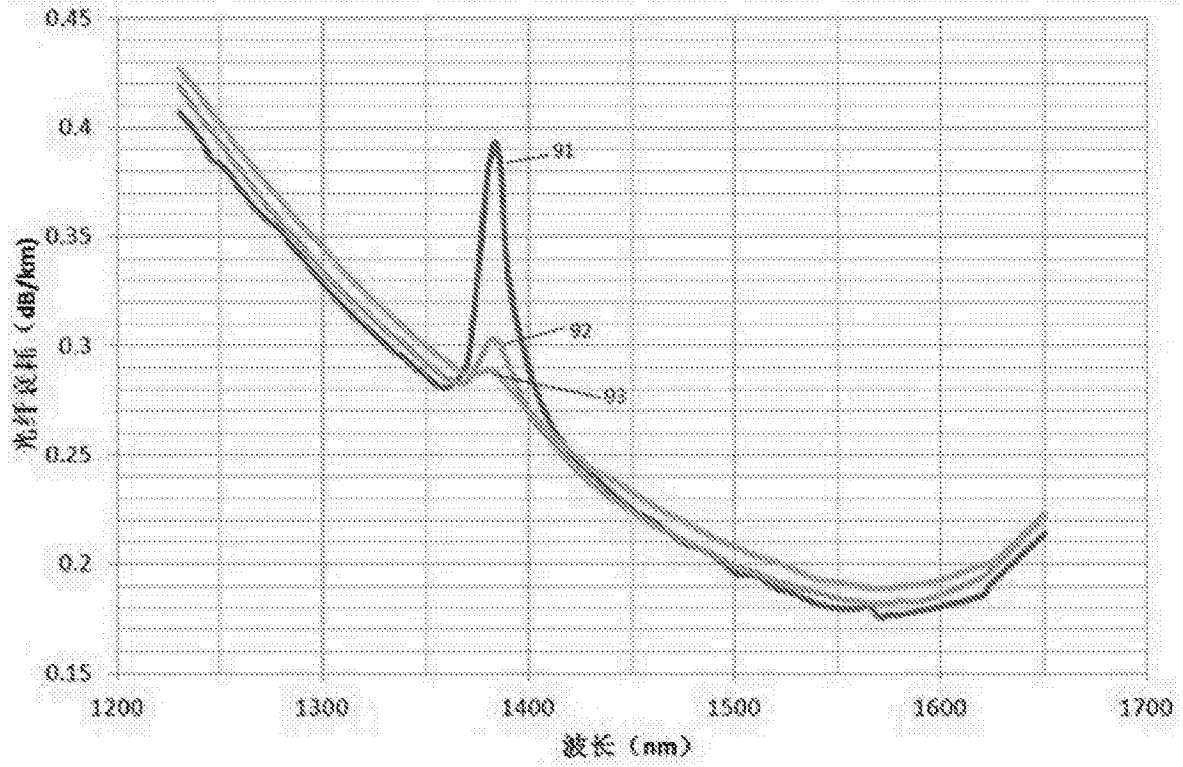


图11

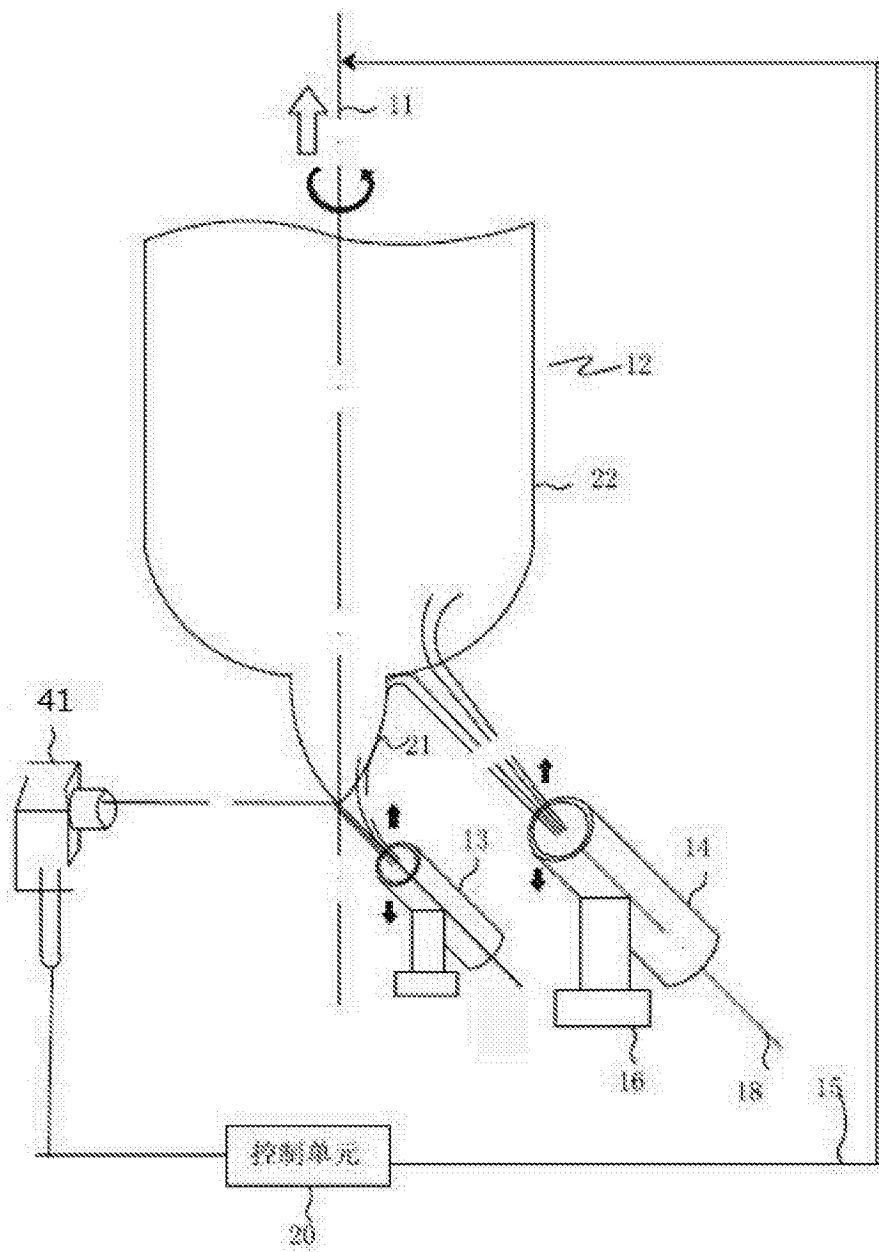


图12