

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

H01L 33/00

H01L 23/26

B01J 20/18 B01J 20/28

[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 95118103.3

[45]授权公告日 2001 年 10 月 3 日

[11]授权公告号 CN 1072401C

[22]申请日 1995.10.11

[21]申请号 95118103.3

[30]优先权

[32]1994.10.11 [33]US [31]08/320,549

[73]专利权人 康宁股份有限公司

地址 美国纽约

[72]发明人 R·F·巴托洛缪 M·K·费伯

J·A·夏普斯 K·E·曹

审查员 晏 杰

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

代理人 林蕴和

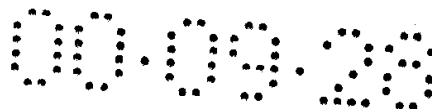
权利要求书 3 页 说明书 11 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 激光器罩壳中的杂质吸附剂及其制造方法和应用

[57]摘要

一种吸附作为大功率激光器罩壳内杂质存在的水和/或有机分子的吸附剂。该吸附剂由特选的其孔隙或通道大小适于吸附水和/或大至 40 微米的有机分子的沸石组合物制成。用一种粘合剂使吸附剂具有足够的强度,以便让该吸附剂 可用于远程通信用途的激光器罩壳内。该粘合剂也产生了一种基本上无粉尘的 吸附剂物体,以保持激光器罩壳内部的清洁。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4



权 利 要 求 书

1. 一种用于吸附大功率激光器罩壳内的水和有机分子的吸附剂，其特征在于它包括含无机粘合剂、W 组分和 O 组分的固结多孔体；

其中 W 组分选自 3A、4A、5A 型沸石、Linde M 型沸石、方沸石、菱沸石、硅铝钾沸石 (offretite)、钙十字石、镁碱沸石 (ferrierite)、上述任何一种与至少一种选自碱金属、碱土金属、周期表中 VA、VIA、VIIA、VIII、IB 或 IIB 族中过渡金属的元素进行离子交换的沸石，以及这些化合物的混合物；

其中 O 组分选自多孔二氧化硅、多孔 Vycor™、活性炭、多孔炭、活性氧化铝、多孔氧化铝、丝光沸石、cloverite、MCM-22、MCM-41、ZSM-5、X、Y、10A 型沸石和 β -沸石、上述任何一种与至少一种选自碱金属、碱土金属、周期表中 VA、VIA、VIIA、VIII、IB 或 IIB 族中过渡金属中的金属进行离子交换的沸石、以及这些化合物的混合物。

2. 如权利要求 1 所述的吸附剂，其特征在于上述无机粘合剂选自高岭土族和蒙脱土族矿物、由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅、熔融二氧化硅、氧化铝、堇青石、富铝红柱石和熔点低于 600℃ 的玻璃料，其中除由一种前体制成的粘合剂以外，上述无机粘合剂的颗粒大小在 1-75 微米之间。

3. 如权利要求 2 所述的吸附剂，其特征在于上述无机粘合剂的颗粒大小在 20-50 微米之间。

4. 如权利要求 1 所述的吸附剂，其特征在于上述 W 和 O 组分的重量百分比分别至少为 10% 且不大于 80%。

5. 如权利要求 1 所述的吸附剂，其特征在于 W 组分是：

(a) 25-45% (重量) 4A 型沸石，且所述 O 组份是 25-45% (重量) ZSM-5 型沸石，和 15-25% (重量) 多孔二氧化硅，所述无机粘合剂是 5-15% (重

量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅;或

(b) 20-40%(重量) 4A 型沸石;且所述 O 组份是 20-45%(重量) ZMS-5 型沸石,所述无机粘合剂是 5-15%(重量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅,和 20-40%(重量)熔点低于 600℃玻璃料;或

(c) 25-45%(重量) 4A 型沸石,所述 O 组份是 25-45%(重量) ZMS-5 型沸石和 10-30%(重量)多孔 Vycor™ 的混合物,所述无机粘合剂是 5-15%(重量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅。

6. 如权利要求 1-5 中任何一项所述的吸附剂,其特征在于上述吸附剂具有的强度和耐磨性可使得在所述激光器罩壳的制作、安装和运行中基本上不从吸附剂中产生粉尘颗粒。

7. 如权利要求 1-6 中任何一项所述的吸附剂在封装的大功率激光器中的应用,其特征在于该封装的激光器包括:

一个大功率激光器;

所述用于吸附有机杂质和水的吸附剂;以及

包含上述激光器和上述吸附剂的密封容器,在上述容器中充入气体介质,上述气体介质中含至少 100ppm 的氧气。

8. 如权利要求 1-6 中任一项所述的吸附剂在泵激光纤放大器的装置中的应用,其特征在于所述泵激装置包括:

一个大功率激光器;

光耦合到上述大功率激光器上的光导纤维;

所述用于吸附有机杂质和水的吸附剂;以及

包括上述激光器和上述吸附剂的封闭容器,充有含至少 100ppm 氧气的气体介质。

9. 制造如上述权利要求 1-6 中任一项所述的用于大功率激光器封闭罩壳内的吸附剂的方法,其特征在于它包括下列步骤:

混合 W 组分、O 组分、无机粘合剂和有机粘合剂,

其中 W 组分和 O 组分的重量百分数分别为 10-80%，而

其中上述无机粘合剂的重量百分数为 5-40%；其中上述有机粘合剂是重量百分数为 3-10%的添加物，或

其中上述有机粘合剂是重量百分数为 3-10%的添加物；或

加入有机溶剂和水以便形成可塑混合物，其中上述有机溶液是重量百分数为 10-20%的添加物，上述水是重量百分数为 20-45%的添加物；

将上述可塑混合物成形为生料坯；

用干燥装置硬化上述生料坯；

将上述生料坯在有含氧气氛的炉中于 500-700℃之间的温度煅烧 4-12 小时，以制成吸附剂。

10. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于上述成形步骤选自挤塑、压制和造粒。

11. 如权利要求 9 或 10 所述的方法，其特征在于上述有机粘合剂选自甲基纤维素、乙基纤维素、羟丁基纤维素、羟丁基甲基纤维素、羟乙基纤维素、羟甲基纤维素、羟丙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、羟乙基甲基纤维素、羧甲基纤维素钠和这些化合物的混合物。

12. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于它还包括如下步骤：

将上述吸附剂浸在高岭土族或蒙脱土族矿物的溶液或悬浮液中；
以及

按上述煅烧步骤所述的方法再煅烧上述吸附剂。

13. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于将所述生料坯在 500-700℃煅烧 6-10 小时；且

所述煅烧步骤在不与上述生料坯或煅烧物体发生反应的惰性气氛中进行。

说明书

激光器罩壳中的杂质吸附剂及其制造方法和应用

本发明涉及用于包含电子线路和至少一个大功率激光器的封闭罩壳中的吸附剂材料。这里所用的大功率是指每单位面积的光强度，亦即每单位面积的光子通量。大功率激光器是一个光子通量密度为约 0.1 兆瓦/cm² 或更高的激光器。

在远程通信系统中引入光放大器导致使用大功率泵激激光器。另外，对中继站间隔长的高速数据伟输系统的需求导致使用大功率信号激光器。现已发现：为保证可接受的激光器寿命，在标准工业实践中必须改进这种大功率激光器的封装。

在标准封装中缩短激光器寿命的可能原因是固体材料或液体材料在诸如激光束中激光器前镜、透镜或光纤透镜和窗口之类的受到强烈照射表面上的积聚。表面积聚的发生可能由于如下原因：助焊剂、清洁溶剂、装配环境中污染物中的游离性烃存在于密封激光器罩壳中。当烃遇到激光光子流时，可能发生光反应。光反应产物可能形成受强烈照射表面上的沉积物。由于这些沉积物会反射或吸收激光光线，激光器性能将会降低。如果沉积物吸收光子，就可能发热，这样会引起有源或无源表面的熔融。对于激光二极管，发热可能会引起在结或结附近的掺杂剂的迅速扩散，由此毁坏使结或结的效率降低。

还发现，在罩壳的密闭气氛中引入一定数量的氧气会延长激光器寿命。氧气的作用可能是与烃污染物或烃在光反应后的产物化合，从而防止或除去激光器罩壳中有源或无源元件上的积聚物。

然而，当罩壳中的氧与罩壳气氛中存在的氢化合时，就可能生成水。氢气可能是充入罩壳中的气体中的污染物，或可能是当罩壳温度

升高时,从罩壳的金属壁中放出。众所周知:水可能引起罩壳中的电路的短路、腐蚀或电迁移。

因此,需要一种能与可能存在于激光器罩壳气氛中的杂质烃或水化合,吸收并因而将其固定的吸附剂材料。

这种吸附剂应该:

—能够固定各种烃,因为烃类杂质的种类一般是未知的;

—能够固定大小差别很大的各种分子,因为水分子最大尺寸为约 $3\text{\AA}$,而罩壳中的有机物的最大尺寸可能为约 $40\text{\AA}$;

—在激光器罩壳的工作温度范围内是惰性的,

—当被激光器发出的光照射时是惰性的;

—尺寸要小,因为罩壳体积是小的,一般约为 1 至 10cm^3 ;

—因为它的尺寸小,所以吸收有机分子或水分子的效率必须是非常高的;

—不含有机材料或仅含在激光器罩壳中的条件下不能离开吸附剂的有机材料;

用于激光器罩壳中的有效吸附剂一般应能固定约 $2.5\text{\AA}$ 至约 $40\text{\AA}$ 大小范围内的分子,且能固定至少等于吸附剂质量的 1% 的水或有机物。

本发明满足了对能固定水和各种分子大小不同的有机物的小型高效吸附剂的需求。

本发明的第一个方面在于提供一种用于固定大功率激光器罩壳中的水和有机分子的固结的多孔体,这里称为吸附剂,吸附剂包括无机粘合剂以及选自 W 组和 O 组的化合物。

一般地说, W 组包括其孔隙或通路大小适于固定水的材料, O 组有适于固定较大有机分子的孔隙或通路大小。

W 组包括 3A、4A、5A 型沸石、Linde M 型沸石、方沸石、菱沸石、毛沸石、硅铝钾沸石、钙十字石、镁碱沸石,上述任何一种与至少

一种选自碱金属、碱土金属、周期表中 V A、VI A、VII A、VIII A、I B 或 II B 族中过渡金属的元素进行离子交换的沸石,以及这些化合物的混合物。

O 组包括多孔二氧化硅、多孔 VycorTM、活性炭、多孔炭、活性氧化铝、多孔氧化铝、丝光沸石、clovarite、MCM-22、MCM-41、ZSM-5、X、Y、10A 型沸石和 β -沸石、上述任何一种与至少一种选自碱金属、碱土金属、周期表中 V A、VI A、VII A、VIII A、I B 和 II B 族中的过渡金属中的金属进行离子交换的沸石、以及这些化合物的混合物。MCM-22 和 MCM-41 是 the Mobil Research and Development Corporation 的化合物名。MCM-41 是有六角形排列的中孔的硅酸盐/硅铝酸盐分子筛。MCM-41 在 J. Am. Chem. Soc. 1992, 114, 10834-10843 中有详细描述。MCM-22 是最近发现的分子式为 $H_{0.033}Na_{0.043}(Al_{0.005}B_{0.071}Si_{0.924})O_2$ 的分子筛商品名。MCM-22 在 Science, 264, 1910, 1994 中有论述,并在 C & EN, 4 July 1994 中提及。

粘合剂可以是一种或多种粘土组合物,如高岭土或蒙脱土族中的成员,本发明也考虑到其他对本领域中熟练技术人员熟知的类似粘土。

粘合剂也可包括一种或多种由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅、熔融二氧化硅、氧化铝、堇青石、富铝红柱石、和熔点低于约 600°C 的玻璃料。除由前体制成的粘合剂以外,吸附剂中的无机粘合剂颗粒大小在约 1 至 75 微米之间,较好在约 20 至 50 微米之间。优选的无机粘合剂是由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅,它几乎用于每一种吸附剂中。

吸附剂含有 W 组的化合物和 O 组的化合物,其中每一组的总重量百分数在 10% 至 80% 之间。如果没有另加说明,重量百分数是以构成吸附剂的 W 组化合物、O 组化合物和粘合剂的总重量为基准。

本发明吸附剂的实例包括约 25 至 45%(重量)W 组中的 4A 型沸石,和约 25%至 45%(重量)O 组中的 ZMS 以及约 15%至 25%(重量)O 组中的多孔二氧化硅。无机粘合剂是由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅,其中加入足够的硅氧烷树脂,以使在吸附剂中产生约 5%(重量)的二氧化硅。

本发明吸附剂的另一个实例包括 4A 型沸石和 ZMS-5 型沸石,每一组份的用量都在约 20—40%(重量)。第一种无机粘合剂是约 5—15%(重量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅。第二种无机粘合剂是约 20—40%(重量)熔点不超过约 600℃的玻璃料。

本发明的优选实例包括约 25—45%(重量)4A 型沸石、约 25—45%(重量)ZMS-5 和约 10—30%(重量)VycorTM。粘合剂是约 5—15%(重量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅。

粘合剂化合物用于使吸附剂足够坚固和耐磨,以便在处理吸附剂或安装和使用含吸附剂的密封激光器罩壳过程中防止吸附剂碎裂或产生灰尘。

本发明的第二方面是用在大功率激光器罩壳中吸收有机分子的吸气剂,它包含无机粘合物和 O 组份。粘合剂可以是一种或多种粘土组合物,如高岭土族或蒙脱土族矿物的成员。本发明也考虑其他对本领域中熟练技术人员熟知的类似粘土。

粘合剂也可包括一种或多种由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅、熔融二氧化硅、氧化铝、堇青石、富铝红柱石、和熔点低于约 600℃的玻璃料。除由前体制成的粘合剂以外,吸附剂中的无机粘合剂颗粒大小在约 1 至 75 微米之间,较好在约 20 至 50 微粒之间。

O 组包括多孔二氧化硅、多孔 VycorTM、活性炭、多孔炭、活性氧化铝、多孔氧化铝、丝光沸石、clovarite、MCM-22、MCM-41、ZSM-5、X、Y、10A 型沸石和 β -沸石、上述任何一种与至少一种选自碱金属、碱土金属、周期表中 V A、VI A、VII A、VIII A、I B 和 II B 族中的过渡

金属中的金属进行离子交换的沸石、以及这些化合物的混合物。

本发明的第三方面是包括上述用于无机分子的吸附剂的封装好的大功率激光器。封闭的罩壳中有吸附剂和大功率激光器。

本发明的第四方面是包括上述用于水和无机分子的吸附剂的封装大功率激光器,封闭罩壳中有吸附剂和大功率激光器。罩壳中的气氛含至少包括 100ppm 氧气的气体介质。

本发明的第五方面是用于泵激光光纤放大器的装置,它包括大功率激光器、用于固定有机杂质的吸附剂和用于将激光器耦合到光纤放大器的装置。激光器和吸附剂包括在封闭罩壳中,正如下所述,耦合装置可以全部或部分包括在罩壳中。

本发明的第六方面是泵激光光纤放大器的装置,它包括大功率激光器、用于固定水和有机分子的吸附剂和用于将激光器耦合到光纤放大器上的装置。罩壳中的气氛含包括至少 100ppm 氧气的气体介质。

本发明也是一种制造用于大功率激光器封闭罩壳中的吸附剂的方法,包括如下步骤:

混合 W 组分、O 组分、无机粘合剂和有机粘合剂。

加入有机溶剂和水并进行混合,以便使混合物成为可塑;

将可塑混合物制成生料坯;

用干燥装置如在空气中约 95℃干燥 1—5 天或用高频干燥机干燥几分钟使生坯变硬;

在炉中于约 500—700℃之间煅烧生料坯约 4—12 小时。

本技术领域熟练技术人员熟知各种沸石的湿热稳定性取决于所用煅烧条件,这些条件包括煅烧温度和相对湿度。因此,对用于吸附剂的具体组分的选择(从 W 组和 O 组中)决定了煅烧过程中的湿热条件。如果只有碳用于吸附剂中,合适的温度范围在约 900℃—1100℃,时间范围为约 4—12 小时。除了吸附剂中含碳的情况以外,

炉中的气氛含有氧气。本领域中普通技术人员熟知：影响沸石吸附性质的沸石结构稳定性是受煅烧温度和炉内气氛，特别是受炉内气氛的含水量的影响。作为例子，在基本未加控制工厂环境下操作电炉适用于上述温度范围。

粘合剂和 W 组分如上所述。O 组分如上所述，但不包括含碳的组份。

无机粘合剂选自由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅、熔融二氧化硅、氧化铝、堇青石、富铝红柱石、和熔点低于 600℃ 的玻璃。除由前体制成的粘合剂以外，无机粘合剂的颗粒大小在约 1—75 微米之间。

该方法的成形步骤包括挤塑、压制和造粒。

有机粘合剂选自甲基纤维素、乙基纤维素、羟丁基纤维素、羟丁基甲基纤维素、羟乙基纤维素、羟甲基纤维素、羟丙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、羟乙基甲基纤维素、羧甲基纤维素钠和这些化合物的混合物。

当吸附剂中包括含碳化合物时，该方法的煅烧在含有与生料胚或煅烧物体不反应的惰性氧气的炉中进行。炉子可以被抽真空或充入惰性气体。

当将如高岭土或蒙脱土族之类的粘土用作粘合剂时，它可能以二种方法之一加入。粘土粘合剂可以与批料混合并完全分散在吸附剂中。另一种方法是：煅烧步骤后的吸附剂坯体可以浸在粘土溶液或悬浮液中或者以其它方法用粘土涂覆。然后，涂覆有粘土的吸附剂坯体再用炉温在约 500—700℃ 之间炉子煅烧约 4—12 小时。

图 1 是含吸附剂的局部剖示侧视图。

图 2 是表示大功率激光器典型部件的分解侧视图。

某些化合物固定有机和无机分子的能力是众所周知的。关于与这种固定化合物的沸石种类有关的信息参见“The Handbook of

Molecular Sieves”, Rosemarie Szostak, Van Nostrand Reinhold, New York, 1992.

本发明涉及适用于大功率激光器封闭罩壳中的分子收集剂或吸附剂的配制。这种吸附剂用于固定预选种类和大小的分子。该吸附剂解决了一个在大功率激光器封装中发现的问题。一般在工业上公认的封装方式是在激光器罩壳中含惰性气体。当使用标准工业封装时,发现大功率激光器的寿命大大缩短。正如在 1993 年 7 月 14 日提出的,申请号为 S. N. 08/091,657 的专利申请有讨论的那样,解决激光器寿命问题的技术方案涉及在罩壳内的气体介质中加入氧气,以防止罩壳中有机杂质与激光光子流发生光反应。现已认识到罩壳中氧气的存在可能会导致罩壳中水的形成,因此造成与激光器装置相连的电路功能变劣。在 1993 年 12 月 17 日提出的,申请号为 S. N. 08/091,657 专利申请中续展申请(C-I-P)S. N. 08/168,125 中提出了这个问题。在该申请中,将吸附剂引入罩壳中以吸收水。

现已对吸附剂的配方作了进一步的研究并在这里提出了用于大功率激光器罩壳中的新颖吸附剂。

可用作吸附剂组分的 W 组化合物具有适于固定大小约为 2.6 Å,即水分子的大小的孔隙或通道尺寸。O 组化合物具有适于固定大小约 10 Å 的较大有机分子,如助焊剂或环氧化物中产生的分子的孔隙或通道尺寸。因此,包括 W 组和 O 组中化合物的配方制成了用于固定大小约在 2.5—40 Å 的分子的吸附剂。这个范围基本上覆盖了从运行激光器的构造中产生的作为罩壳中杂质出现的所有分子。如果需要,这个尺寸范围可以扩大以容纳尺寸更大或更小的杂质。

在固结的多孔吸附剂中的无机粘合剂的作用在于防止在激光器罩壳的安装和激光器的安装和运行过程中吸附剂的碎裂。另外,吸附剂的粘合剂不会成为干扰激光器和相连透镜和反射镜正常工作的灰尘颗粒的源。

远程通从工业的可靠性要求是严格的。远程通信设备规定需在温度和湿度范围宽、会受振动和冲击的环境中长期运行。本发明的吸附剂中的无机粘合剂选择得可满足苛刻的工业标准。

完全分散于吸附剂中的无机粘合剂和仅涂在吸附剂表面的粘合剂都设想到了。一种优选的分散粘合剂是上列实施例中讨论的由硅氧烷树脂前体制成的二氧化硅。一种有效的表面粘合剂可以是在烘烤或煅烧步骤前或后在吸附剂表面生成的粘土层。然而，粘土也可用作完全分散于吸附剂中的粘合剂。

如蒙脱土族或高岭土族矿物之类的粘土矿物或它们的混合物可以作为粘合剂加入吸附剂批料中。当煅烧吸附剂时，这种粘土矿物合增强吸附剂，并增加吸附剂颗粒的粘合力，从而减少灰尘。另一方法，可以不加粘土粘合剂把吸附剂成形和煅烧。煅烧后，粘土矿物或矿物混合物可以例如从粘土矿物溶液涂在吸附剂颗粒间的孔隙。这种涂布步骤后，必须干燥和煅烧吸附剂，以除去过量水。这样处理的吸附剂很坚固，且基本上无粉尘。

上述关于涂布粘土矿物的步骤也可应用于一组特选的沸石，这种沸石可用来代替粘土而制备坚固、粘合力强且基本无粉尘的吸附剂。

将有机粘合剂和无机粘合剂以及水加入构成吸附剂批料的材料混合物中，以产生有利于通过挤塑、造粒或压制成形的批料可塑稠度。激光器罩壳的形状和大小一般使得优选的吸附剂形状为 1mm 厚的薄片。挤塑是优选的成形方法，因为用这种方法制造大量有均一大小和密度的吸附剂生料坯时成本较低。

然而，也设想了其它成形方法，包括把吸附剂悬浮液用粉浆浇注法或修补基面涂复法沉积在多孔陶瓷基质如二氧化硅或硅铝酸盐上，随后在 500—700℃ 的温度煅烧约 4—12 小时。选择足够高的煅烧温度，以使生坯固结并清除挥发物质。然而，温度不能太高，以致降

低沸石的吸附能力。对于每一种吸附剂配方,可能需进行几次煅烧试验,以确定在上述范围内的最佳煅烧温度。

这种成形方法产生用于激光器罩中的足够坚固和无粉尘的吸附剂。

图 1 是位于大功率激光器罩 10 中的吸附剂的局部剖视侧视图。大功率激光器 6 固定在基板 2 上。与激光器相连的且一般包括在罩中的电子装置和电路没有示出。将激光耦合到接收装置或波导纤维的装置标作波导纤维 4。其他的耦合装置如透镜或集成的波导器件可用作耦合器。激光可以耦合到罩壳内的接受装置或波导上。另一种方法,耦合装置可以让激光通过一个封闭的孔穿出罩壳。本发明吸附剂 8 标作贴在封闭罩壳顶部内表面上的薄片。吸附剂 8 可以粘贴、金属化和焊接、或状在一个可渗透的容器中。吸附剂物体也可以固定在罩壳任一个或全部内表面上。因为罩壳的内部体积一般较小,所以固定在内表面的单个吸附剂物体应能有效地吸附可能存在的水和有机杂质。

图 1 所示的装置可以是大功率信号激光器或用于光纤放大器的大功率抽运激光器。对于抽运激光器,典型做法是用使光通过罩壳壁上封闭孔的耦合装置将激光耦合到光纤放大器上。波导纤维是典型的耦合装置。

图 2 是大功率激光器各个部件的示意图。产生激光的物体 12 有一个前面 14。前面和后面的部分反光镜 20 和 18 分别保持激光作用。通过前镜的光子通量一般比通过后镜的光子通量高 10 倍。可能造成在罩壳中镜 20 或其他光学部件上发生沉积的光反应发生在始于镜 20 的光子流通路中。吸附剂就是要将这些光反应消除或将其数量限制到不影响激光器性能。

实施例 1

干混包含 35%(重量)ZSM-5 沸石、35%(重量)4A 沸石和 20%

(重量)粉状熔融二氧化硅的批料。加入 19%(重量)Dow Corning 硅氧烷树脂 Q6-2230 并将其干混入批料中。这个量足以在制成的吸附剂中产生约 10%(重量)的二氧化硅。将添加的约 6%(重量)Dow Corning 甲基纤维素也干混入该批料中,以 W 组分、O 组分和无机粘合剂的总重量作为计算百分数的基量。计算添加物的重量百分比时以该基量为基准,添加物本身的重量不包括在基准重量内。将有机溶剂(异丙醇或 Dupont 二价酸酯)以及水加入干混合物中,以产生可挤塑的批料粘稠体。将可塑的批料挤塑成厚度不超过约 1mm 的薄片。薄片生坯在空气中于约 90℃干燥 1—5 天。另一种干燥方法是使用高频干燥器,它可将干燥时间减少到几分钟。将干燥后的薄片在空气中于约 600℃煅烧约 10 小时。制得的吸附剂片既坚固又基本上无粉尘。

实施例 2

用实施例 1 相同的混合、增塑和挤塑步骤制备组成为 30%(重量)的 4A 沸石、30%(重量)ZSM-5 沸石、10%(重量)由硅氧烷树脂制得的二氧化硅以及 30%(重量)的熔点低于 500℃的玻璃料的吸附剂。吸附剂生坯按实施例 1 的方法进行煅烧,最后得到坚固且基本无粉尘的吸附剂。

实施例 3

本发明最优选的实例是用基本与实施例 1 相同方法制成的,组成为约 35%(重量)4A 沸石、约 35%(重量)ZMS-5.沸石、约 20%(重量)多孔 Nycor^{TN}和约 10%(重量)由硅氧烷树脂前体制得的二氧化硅的配合物。按实施例 1 的方法将批料进行增塑、挤塑并加以煅烧。制得的吸附剂具有出人意料的强度性质且基本上无粉尘。

从薄片上要下吸附剂,并将其装入大功率激光器罩壳中。然后在罩壳中充入含约 20%(重量)氧气的气体介质并进行密封。另外,按上述方法制备气体介质不含氧气的密封容器。连续监视背面光功率,

这是重要的激光器表面是否有沉积物的敏感指示器。激光器工作1000小时以上后没有观察到失效的征象。

应该注意到：某些吸附剂的实例设计成既吸附水又吸附有机物。然而，也考虑了主要吸附有机分子的吸附剂实例。后一种吸附剂实例可用于如下情况，即在制造罩壳时水受到控制且因为吸附剂的效率高而不需要氧气的情况。显而易见，设计成仅吸附剂水的吸附剂也在本发明的保护范围中。

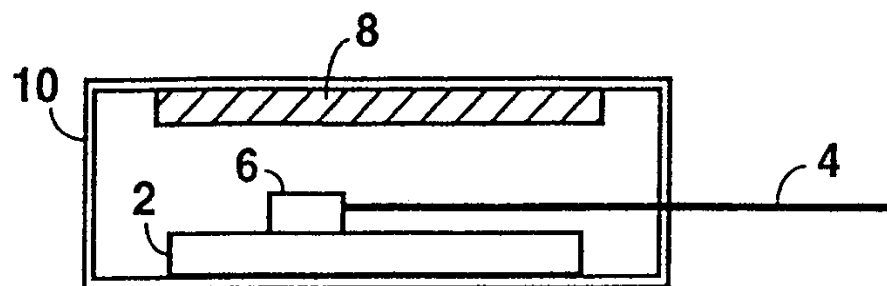


图 1

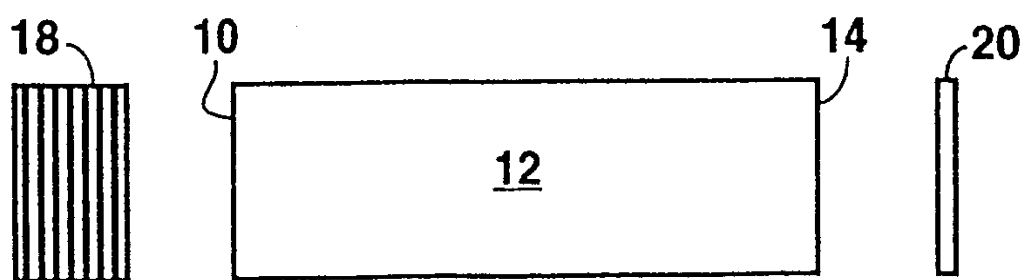


图 2