

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C03B 37/014

C03B 19/14

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98805831.6

[43]公开日 2000年7月5日

[11]公开号 CN 1259109A

[22]申请日 1998.6.24 [21]申请号 98805831.6

[30]优先权

[32]1997.7.8 [33]US[31]60/052,737

[86]国际申请 PCT/US98/13401 1998.6.24

[87]国际公布 WO99/02459 英 1999.1.21

[85]进入国家阶段日期 1999.12.6

[71]申请人 康宁股份有限公司

地址 美国纽约州

[72]发明人 J·L·布莱克韦尔

L·A·穆尔

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

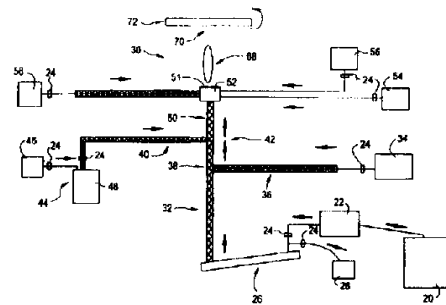
代理人 林蕴和

权利要求书 2 页 说明书 8 页 附图页数 2 页

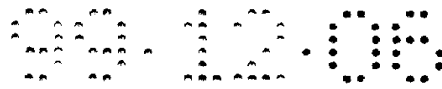
[54]发明名称 用于制备石英玻璃的氯化锆和硅氧烷原料和方法

[57]摘要

本发明揭示一种可拉制成光纤的光波导预制棒和光波导的制造方法。也揭示了包括硅氧烷和氯化锆混合物的形成石英的原料和光波导预制棒的制造装置。其它的揭示包括淀积前的混合以及使用高纯度的硅氧烷和高纯度的氯化锆制备掺锆的石英。用于将原料输送到淀积部位的管道可加热至 175—200℃。



ISSN 1008-4274



## 权 利 要 求 书

---

1. 一种制造光波导预制棒的方法，其特征在于该方法包括如下步骤：
  - (a) 按 1-10 重量份高纯度硅氧烷对 1 重量份高纯度氯化锆的比例将所述的硅氧烷与所述的氯化锆混合成流体原料；
  - 5 (b) 通过温度约为 175-200℃ 的加热供应管道将所述的流体原料输送到转化部位；
  - (c) 将输送来的所述流体原料转化成掺锆的石英烟尘；
  - (d) 将所述的掺锆石英淀积在淀积表面上；和
  - (e) 将所述淀积的掺锆石英制成光波导预制棒。
- 10 2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于该硅氧烷含有至少 95% 重量的八甲基环四硅氧烷。
3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述的氯化锆含有至少 99% 重量的四氯化锆。
4. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于该方法包括将输送来的所述流体原  
15 料通过转化部位燃烧器的中心管喷出的步骤，该中心管被氮气内罩、氧气外罩以及氧气与燃料的外气环环绕。
5. 如权利要求 2 所述的方法，其特征在于所述将八甲基环四硅氧烷和氯化锆混合的步骤还包括在把所述的流体原料输送到所述转化部位之前将八甲基环四硅氧烷蒸汽和氯化锆蒸汽混合的步骤。
- 20 6. 如权利要求 5 所述的方法，其特征在于所述将八甲基环四硅氧烷蒸汽和氯化锆蒸汽混合的步骤还包括将八甲基环四硅氧烷和氯化锆蒸汽与氮气和氧气混合的步骤。
7. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于该方法包括在所述的原料转化成掺锆石英烟尘之前将所述的流体原料保持在约 190-200℃ 温度的步骤。
- 25 8. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述将掺锆石英制成光波导预制棒的步骤还包括用石英覆盖在所述的掺锆石英上的步骤。
9. 如权利要求 8 所述的方法，其特征在于所述用石英覆盖在所述的掺锆石英上的步骤还包括提供含有硅氧烷的流体原料、将所述的流体硅氧烷原料输送到转化部位以及将所述输送来的流体硅氧烷原料转化成 SiO<sub>2</sub> 的步骤。
- 30 10. 一种光波导纤维的制造方法，其特征在于它包括如下步骤：
  - (a) 提供含有八甲基环四硅氧烷和四氯化锆的第一流体原料；



(b) 将所述的第一流体原料通过温度约为 175-200°C 的加热供应导管输送到转化部位；

(c) 将输送来的所述第一流体原料转化成掺 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘；

(d) 将所述的掺 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘淀积在淀积表面上；

5 (e) 提供含有八甲基环四硅氧烷的第二流体原料；

(f) 将所述的第二流体原料通过温度约为 175-200°C 的加热供应导管输送到转化部位；

(g) 将输送来的所述第二流体原料转化成 SiO<sub>2</sub> 烟尘；

(h) 将所述的 SiO<sub>2</sub> 烟尘淀积在所述的掺有 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘上；

10 (i) 将所述的淀积的 SiO<sub>2</sub> 烟尘和淀积的掺有 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘制成光波导预制棒；

(j) 将所述的光波导预制棒拉制成光纤。

11. 一种形成石英的原料流体，其特征在于它含有高纯度的硅氧烷流体和高纯度的氯化锆流体，所述的硅氧烷流体含有至少 95% 重量的八甲基环四硅氧烷。

12. 如权利要求 11 所述的形成石英的原料流体，其特征在于所述的氯化锆流体含有至少 99% 重量的四氯化锆。

13. 如权利要求 11 所述的形成石英的原料流体，其特征在于它含有温度保持在 175-200°C 的八甲基环四硅氧烷和氯化锆的蒸汽混合物。

14. 一种形成石英的原料流体，其特征在于它基本上由硅氧烷和氯化锆组成。

20 15. 如权利要求 14 所述的形成石英的原料流体，其特征在于它基本上由八甲基环四硅氧烷和氯化锆组成。

16. 一种光波导石英原料流体，其特征在于它由八甲基环四硅氧烷和氯化锆组成。

17. 一种光波导预制棒的制造装置，其特征在于该装置包括：

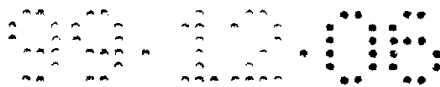
25 转化部位，其中将输送到该转化部位的流体原料转化成掺锆的石英；

提供含有硅氧烷和氯化锆的流体原料的装置；

将所述提供的流体原料输送到所述转化部位的装置；

30 用于提供所述流体原料的所述装置包括在输送到所述转化部位之前混合所述氯化锆和所述硅氧烷的装置，而且用于输送所述供应流体原料的所述装置包括用于加热所述流体原料的装置。

18. 如权利要求 17 所述的装置，其特征在于所述用于加热流体原料的装置包括加热的输送导管。



# 说明书

## 用于制备石英玻璃的氯化锆和硅氧烷原料和方法

### 5 发明领域

本发明涉及石英原料组合物。更具体地说，本发明涉及形成石英的原料以及光波导预制棒的制备方法。

### 发明背景

10 已知许多由各种原料制备金属氧化物的方法。这些方法需要一种原料和催化氧化及燃烧该原料的装置，以把该原料转化成细微的团粒(称为烟尘)。这种烟尘可以进行热处理，形成高纯度的玻璃制品。这种方法通常使用包括火焰发生燃烧器的专用转化部位(conversion site)装置进行。

15 过去，曾将四氯化硅用作可转化为石英的主要含硅原料。四氯化硅用作石英原料提供了高纯度的石英玻璃，且曾是用于光波导产品(特别是光波导纤维及其预制棒)的石英玻璃的优选工业制造方法。

20 有机金属硅氧烷化合物(如八甲基环四硅氧烷)曾用于制备石英玻璃，以避免产生氯化氢副产物。Antos 等的美国专利 5,296,012 揭示，有机金属硅氧烷化合物(如八甲基环四硅氧烷)和氯化物(如  $\text{GeCl}_4$ )在气相中是互不化学相容的，而且如果在氧化前相互混合，可能在蒸汽输送系统中形成微粒，因此需要使蒸汽流相互分离。美国专利 5,296,012 揭示了一种用分离原料蒸汽流制造掺  $\text{CeO}_2$  石英玻璃的复杂多个燃烧器方法。在该方法中，八甲基环四硅氧烷蒸汽输送到第一燃烧器，而四氯化锆蒸汽输送到与之分离的第二燃烧器。另一种现有方法使有机金属化合物蒸汽与掺杂剂卤化物保持在分离和不同的输送导管(如带有管的管)中，直到它们排出一个具有多个同心蒸汽管的燃烧器的表面。这种方法在将其输送到转化部位燃烧器后产生含有机金属化合物蒸汽和掺杂剂卤化物蒸汽的气流，当排出转化部位燃烧器表面后恰在进入燃烧器的火焰中之前这些化合物相互混合。这种现有方法是复杂的，且会产生生产问题。

25 因此，存在一种对掺锆石英原料以及对光波导预制棒和光波导产品(如光纤)的制造方法的需求。这种方法方法可避免上述现有技术中存在的问题和复杂性。



## 发明概述

因此，本发明涉及用于形成石英的原料以及光波导和光波导预制棒的制造方法。上述方法基本上克服了由现有技术的局限性和缺陷而引起的一种或多种问题。

5 本发明的主要优点在于提供一种用于形成石英的原料流体。这种原料流体可产生便于制造光波导及其预制棒的掺锗石英玻璃，而不会产生大量有害的HCl，同时提供使用氯化物掺杂剂前体的优点。

10 本发明的其它特征和优点将在以下说明书中说明，部分可从说明书中理解，或可从本发明的实施过程中明白。本发明的目的和其它优点将由在书面说明书及其权利要求书和附图中详细描述的本发明方法和组合物实现。

15 为了获得符合本发明目的的这些或其它具体说明和概括描述的优点，本发明是含有高纯度硅氧烷流体和高纯度氯化锗流体的用于形成石英的原料流体。该硅氧烷流体较好含有至少95%重量的八甲基环四硅氧烷；该氯化锗流体较好含有至少99%重量的四氯化锗。该用于形成石英的原料流体较好是温度保持在约175-200°C的蒸汽混合物。

20 在另一方面，本发明包括用本发明原料流体形成光波导预制棒和光波导的方法；该方法较好包括如下步骤：按1-10重量份高纯度硅氧烷对1重量份高纯度氯化锗的比例将所述的硅氧烷与所述的氯化锗混合成流体原料、通过温度约为175-200°C的加热供应管道将所述的流体原料输送到转化部位、将输送来的所述流体原料转化成掺锗的石英烟尘、将所述的掺锗石英烟尘淀积在淀积表面上、以及将所述淀积的掺锗石英烟尘制成光波导预制棒。该硅氧烷流体较好含有至少95%重量的八甲基环四硅氧烷；该氯化锗流体较好含有至少99%重量的四氯化锗。该方法较好包括将输送来的所述流体原料通过转化部位燃烧器的中心管喷出的步骤。该中心管被氮气内罩、氧气外罩以及氧气与燃料的外气环环绕。该方法较好包括在所述的原料转化成掺锗石英烟尘之前将所述的流体原料保持在约190-200°C温度的步骤。

25 在另一个方面，本发明包括光波导预制棒的制造方法。该光波导预制棒在最终制成光波导产品(如将预制棒拉制成光波导纤维)之前是光波导产品的前体和物理实体。

30 在另一个方面，本发明包括用淀积、覆盖包层、干燥、玻璃化、拉伸、拉成细棒(caning)、覆盖外包层和再玻璃化等方法制备光波导预制棒的方法。

在另一个方面，本发明包括通过将硅氧烷和氯化锗原料流体转化成掺GeO<sub>2</sub>



的石英玻璃来制造光纤的方法。该光波导纤维的制造方法包括如下步骤：提供含有八甲基环四硅氧烷和四氯化锗的第一流体原料、将所述的第一流体原料通过温度约为 175-200℃ 的加热供应导管输送到转化部位、将输送来的所述第一流体原料转化成掺 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘、将所述的掺 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘淀积在淀积表面上、提供含有八甲基环四硅氧烷的第二流体原料、将所述的第二流体原料通过温度约为 175-200℃ 的加热供应导管输送到转化部位、将输送来的所述第二流体原料转化成 SiO<sub>2</sub> 烟尘、将所述的 SiO<sub>2</sub> 烟尘淀积在所述的掺有 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘上、将所述的淀积 SiO<sub>2</sub> 烟尘和掺有 GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘制成光波导预制棒、并将所述的光波导预制棒拉制成光纤。

10 在另一个方面，本发明包括光波导预制棒的制造装置。该装置包括：转化部位，其中将输送到该转化部位的流体原料转化成掺锗的石英；提供含有硅氧烷和氯化锗的流体原料的装置；将所述提供的流体原料输送到所述转化部位的装置；用于提供所述流体原料的所述装置包括在输送到所述转化部位之前混合所述氯化锗和所述硅氧烷的装置，而且用于输送所述供应流体原料的所述装置  
15 包括用于加热所述流体原料的装置，用于加热流体原料的所述装置较好包括加热的输送导管。

应当理解，上述描述和以下详细说明都是示例性和解释性的，用来对要求保护的本发明提供进一步的解释。

附图是用以进一步地理解本发明。它构成本说明书的一部分，说明本发明的实例和各个方面，与说明书一起用于解释本发明的原理。

### 附图简介

图 1 是本发明方法和装置的示意图。

图 2 是实施本发明的转化部位燃烧器的实例。

25

### 本发明的详细描述

现在详细说明本发明的优选实施方式，参照附图说明其实施例。

本发明的石英形成原料流体包括高纯度的硅氧烷和高纯度的氯化锗。该原料流体的硅氧烷组分较好是聚烷基硅氧烷，更好是环状聚烷基硅氧烷，最好是八甲基环四硅氧烷[SiO(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>4</sub>。该高纯度的硅氧烷较好是至少 95% 重量的八甲基环四硅氧烷，更好是至少 98% 重量的八甲基环四硅氧烷，最好是至少 99% 重量的八甲基环四硅氧烷。上述的高纯度氯化锗较好是四氯化锗(GeCl<sub>4</sub>)。其



它的氯化锗，如  $R_{4-n}GeCl_n$  ( $n=1,2,3$ )、有机氯化锗(有机氯锗烷)和氯化的锗化合物可用作优选的  $GeCl_4$  的替代物。三甲基氯化锗 $[(CH_3)_3ClGe]$ 和甲基三氯化锗 $(CH_3Cl_3Ge)$ 是这种氯化的锗化合物的实例。甲基三氯化锗 $(CH_3Cl_3Ge)$ 、二甲基二氯化锗 $((CH_3)_2Cl_2Ge)$ 、烯丙基三氯化锗 $(C_3H_5Cl_3Ge)$ 、苯基三氯化锗 $(C_7H_9Cl_3Ge)$ 是通式为  $R_nGeCl_{4-n}$ (式中  $n=1-3$ ,  $R=$ 烷基、芳基、链烯基或这些基团的组合)的有机氯化锗的实例。

高纯度氯化锗较好是至少 99% 重量的四氯化锗，且更好地含有少于 10 ppb(十亿分之一)的 Al、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Mo、Ni、Ti 和 V(这些金属的最大含量总和低于 25 ppb)、少于 5 ppm(百万分之一)的 OH、少于 1 ppm 的 CH 和少于 1 ppm 的 HCl。

本发明优选的石英形成原料流体是八甲基环四硅氧烷和氯化锗的蒸汽混合物，更优选的蒸汽混合物包括氧气，以提高在转化部位燃烧器火焰中该原料转化成掺有  $GeO_2$  的  $SiO_2$  烟尘的转化率。八甲基环四硅氧烷和氯化锗的石英形成原料流体蒸汽混合物应保持在至少  $175^\circ C$ ，较好至少  $185^\circ C$  和更好至少  $190^\circ C$  的温度。该蒸汽混合物较好应保持在不大于约  $200^\circ C$  的温度。这些高温使得该石英形成原料流体蒸汽混合物保持在蒸汽状态，以便有效地输送到转化部位燃烧器中，而不会复杂化。为了避免在到达转化部位火焰之前发生不利的反应，该温度以不太高为宜。

为了制备石英烟尘和仅掺有  $GeO_2$  的石英玻璃，该石英形成原料流体基本上由硅氧烷和氯化锗组成，且较好以八甲基环四硅氧烷作为硅氧烷，较好以四氯化锗作为氯化锗。为了制备仅由  $SiO_2$  和  $GeO_2$  构成的光波导石英玻璃，该光波导原料流体由八甲基环四硅氧烷和氯化锗组成。

用本发明流体原料制造光波导预制棒的方法的示意图示表示在图 1 中。

制造光波导预制棒的本发明方法包括提供含有高纯度硅氧烷和高纯度氯化锗的流体(较好是蒸汽)原料以及通过温度约为  $175-250^\circ C$ (为了把该原料温度保持在该范围内)的加热供料管把该流体原料输送到转化部位的步骤。如图 1 所示，含有硅氧烷原料组分的硅氧烷液体装在硅氧烷液体容器 20 中。可控制的泵 22 通过导管和阀 24 把硅氧烷液体送到硅氧烷汽化器 26 中。用于供应可控制  $N_2$ (氮气)载气流的装置 28 提供氮气载气。这种载气有助于硅氧烷液体的汽化和把硅氧烷蒸汽输送到转化部位 30。转化部位 30 较好由燃烧器和转化火焰构成。硅氧烷蒸汽通过加热的硅氧烷蒸汽导管 32 输送。该导管较好是温度保持在  $190^\circ C$  的加热不锈钢导管。在到达转化部位 30 之前，在硅氧烷蒸汽中加入



氧气，以促进该流体原料的转化。氧气供应装置 34 较好供应可控制量的氧气。这种氧气加热至高温，较好约为 200°C。在加氧接头 38 将来自导管 36 的加热氧气加入流向转化部位 30 的硅氧烷蒸汽。

5 在氯化锗加料接头 42 将来自氯化锗蒸汽导管 40 的氯化锗蒸汽与硅氧烷蒸汽混合。氯化锗蒸汽与硅氧烷蒸汽的混合产生含有硅氧烷和氯化锗的均相流体原料。氯化锗蒸汽用可控制的氯化锗供应装置(如氯化锗汽化器 44)通过管道 40 提供。上述氯化锗供应装置包括加热的液体氯化锗容器 48 和氧源 46。其中使  
10 氧气鼓泡通过液态氯化锗，以促进形成氯化锗蒸汽。阀 24 提供用于控制通过管道 40 和在接头 42 与硅氧烷蒸汽混合的氯化锗数量的装置。容器 48 中的液体氯化锗较好加热到 45°C，氯化锗蒸汽管道 40 较好保持在 190°C。硅氧烷蒸汽和氯化锗蒸汽流体原料的混合物，由加热的燃烧器供应管道 50(加热至 190°C)提供并与氧气和氮气一起输送到燃烧器 52 的单个蒸汽管(fume tube)。

燃烧器 52 的燃烧面 51 表示在图 2 中。转化部位 30 包括由转化部位燃烧器 52 产生的转化部位火焰 68。

15 输送到转化部位 30 的硅氧烷和氯化锗蒸汽的流体蒸汽原料被转化部位火焰 68 转化成掺锗( $\text{GeO}_2$ )的石英( $\text{SiO}_2$ )烟尘。然后把掺锗的石英烟尘淀积到淀积表面 70 上。淀积的掺锗石英烟尘收集在淀积表面 70 上。该淀积表面可包括一根旋转的饵棒(bait rod)。该淀积的掺杂烟尘形成光波导预制棒的芯。淀积的掺锗石英烟尘的成形包括用石英烟尘复盖在掺锗石英烟尘芯预制棒上、除去饵棒  
20 和将多孔烟尘预制棒玻璃化成非多孔的烟尘预制棒的步骤。

提供含有高纯度硅氧烷和高纯度氯化锗的流体原料的步骤较好包括提供含有八甲基环四硅氧烷和四氯化锗的流体原料的步骤，且更好包括在输送到转化部位 30 和燃烧器 52 之前将八甲基环四硅氧烷和四氯化锗蒸汽混合的步骤。较好将氧气与八甲基环四硅氧烷和四氯化锗蒸汽混合。提供和输送硅氧烷和氯化  
25 锗的流体原料的步骤包括较好通过加热原料输送管道将该流体原料保持在约为 175-200°C(更好为 190-200°C)的温度的步骤。

将淀积的掺锗石英烟尘成形为光波导预制棒的步骤包括用石英( $\text{SiO}_2$ )烟尘复盖在掺锗的石英烟尘上的步骤。该用石英烟尘复盖的步骤较好包括如下步骤：提供硅氧烷流体原料、通过加热的供料管道把流体硅氧烷原料输送到转化  
30 部位 30、把输送到的流体硅氧烷原料转化成石英烟尘、和把石英烟尘淀积在掺锗石英烟尘的表面。

本发明包括光波导纤维的制造方法。该方法包括如下步骤：提供含有硅氧



烷和氯化锗的流体原料、把该流体原料输送到转化部位、把输送来的流体原料转化成掺锗( $\text{GeO}_2$ )的石英( $\text{SiO}_2$ )烟尘、把掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘淀积在淀积表面上、把掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘成形为光波导预制棒以及把该光波导预制棒拉制成光纤。

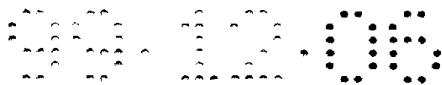
5       通过加热的输送管道 50 把硅氧烷和氯化锗的流体原料(还可含有氧气和氮气( $\text{N}_2$ )载气)输送到燃烧器 52 的中心蒸汽管 60 中。如图 2 所示,硅氧烷和氯化锗的流体原料通过中心蒸汽管 60 输送到转化部位火焰 68 中。通过把氮气( $\text{N}_2$ )送入内罩(shield)62、把氧气( $\text{O}_2$ )送入外罩 64 和把  $\text{O}_2$  和燃料(较好是  $\text{CH}_4$ )的预混合物送入外气环 66 来维持转化部位火焰 68 和把流体原料转化成掺  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘。内罩氮源 58 向氮气内罩 62 提供氮气,较好是加热和温度保持在 200  
10        $^{\circ}\text{C}$  的氮气。外罩氧源 54 向氧气外罩 64 提供氧气。预混燃料-氧气源 56 向燃料-氧气外气环 66 提供氧气和燃料(较好是  $\text{CH}_4$ )的混合物。这有利于把硅氧烷和锗原料转化成掺  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘。

      本发明方法包括把掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘淀积在淀积表面上的步骤。把掺  
15       有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘淀积和收集在饵棒 72 的淀积表面 70 上,形成光波导芯的预制棒。当淀积在淀积表面上的掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘足够形成光波导芯时,停止向燃烧器 52 输送氯化锗和硅氧烷流体原料混合物。

      本发明方法还包括把掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘制成光波导预制棒的步骤。可将  
20       硅氧烷流体 20 代替硅氧烷和氯化锗的原料混合物输送到燃烧器 52 中,以便在掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘上形成包层。硅氧烷的输送可按氯化锗和硅氧烷蒸汽原料混合物输送系统相同的方式进行,但仅把硅氧烷(较好为八甲基环四硅氧烷)、氧气和氮气输送到燃烧器 52。在转化部位 30 用火焰 68 把这些材料转化成未掺杂的  $\text{SiO}_2$  烟尘。该未掺杂的  $\text{SiO}_2$  淀积在掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘上,形成光波导包层的预制棒。

25       在掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘上淀积了足量的未掺杂  $\text{SiO}_2$  烟尘后,停止淀积烟尘。从饵棒上取下在饵棒周围形成的多孔烟尘光波导预制棒。该多孔烟尘预制棒在氮气和氯气氛中干燥,然后烧结成透明、完全致密的玻璃圆柱形光波导预制棒。该预制棒由石英包层结构环绕的掺有  $\text{GeO}_2$  的石英波导芯结构构成。将该玻璃化的预制棒拉伸成光波导细长(cane)预制棒。将该预制棒用其它未掺杂  
30       的石英烟尘(如在形成包层烟尘过程中产生的烟尘)淀积外包层。

      再将外包层的预制棒玻璃化,并可拉伸成光波导纤维。



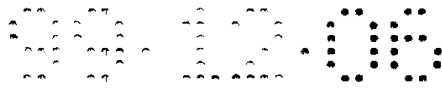
## 实施例

按照下表用图 1 和 2 所示的系统和装置制备掺  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘。将含有至少 95% 重量的八甲基环四硅氧烷的高纯度液态八甲基环四硅氧烷从容器 20 泵入到一个加热到八甲基环四硅氧烷沸点以上温度的斜面闪蒸器 26 中。八甲基环四硅氧烷蒸汽由来自氮源 28 的氮气载气送到转化部位 30。供料管 32、50 和 40 以及管道接头 38 和 42 由不锈钢管制成。这些管道被加热至  $190^\circ\text{C}$ 。加热至约为  $200^\circ\text{C}$  的氧气由氧气源 34 和加热的管道 36 输送到接头 38。高纯度的  $\text{GeCl}_4$  蒸汽在供料接头 42 与八甲基环四硅氧烷混合。 $\text{GeCl}_4$  蒸汽由  $\text{GeCl}_4$  蒸发器 44 供应。 $\text{GeCl}_4$  蒸发器 44 包括一个  $\text{GeCl}_4$  鼓泡器。将装在容器 48 中含有至少 99% 重量  $\text{GeCl}_4$  的高纯度的液体  $\text{GeCl}_4$  加热至  $45^\circ\text{C}$ ，使来自氧气源的氧气鼓泡通过加热的液体  $\text{GeCl}_4$ 。改变通过鼓泡器的氧气流速可以控制产生的  $\text{GeCl}_4$  蒸汽量。该流体原料蒸汽混合物通过燃烧器 52 的中心蒸汽管送入转化部位火焰 68 中。输送来的流体原料被转化部位火焰 68 转化成掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘，并沉淀在沉淀表面 70 上。掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘用下表所列的条件制成。

15 用于制备掺有  $\text{GeO}_2$  的  $\text{SiO}_2$  烟尘的表

实施例#	1	2	3	4	5
八甲基环四硅氧烷[22]液体输送速率(克/分钟)	6	6	6	8	10
载气 $\text{N}_2$ 速率(升/分钟)[28]	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25
蒸汽 $\text{O}_2$ 速率(升/分钟)[34]	1.8	1.8	1.8	2.5	2.5
用于 $\text{GeCl}_4$ 蒸发器[44]的鼓泡 $\text{O}_2$ 速率(升/分钟)	0.3	0.6	1.0	0.6	1.0
内罩 $\text{N}_2$ 速率(升/分钟)[58]	3	3	3	3	3
外罩 $\text{O}_2$ (升/分钟)[54]	6.8	6.8	6.8	8	8
燃料-氧气预混合物[56]的 $\text{CH}_4$ 速率(升/分钟)	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
燃料-氧气预混合物[56]的 $\text{O}_2$ 速率(升/分钟)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
$\text{SiO}_2$ 烟尘中 $\text{GeO}_2$ 的 % 重量	14.2 %	23.0 %	35.3 %	7.1 %	9.9 %

令人惊奇和意想不到的是使用氯化锗八甲基环四硅氧烷流体石英形成原料的本发明方法在制造石英烟尘时进行顺利，在输送管道 50、接头 42 或燃烧器 52 中没有发生八甲基环四硅氧烷与四氯化锗之间不利的反应。在制备掺有



GeO<sub>2</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 烟尘的过程中，在燃烧器 52 中或燃烧器表面 51 上没有积聚不需要的烟尘或其它麻烦的副产物。在运转 16 小时后在接头 42、管道 50 或燃烧器 52 没有发现积聚、腐蚀、凝胶或其它麻烦的淀积物。本方法能制造掺有约 7-36% GeO<sub>2</sub> 重量的掺锗石英烟尘。原料中优选的八甲基环四硅氧烷与四氯化锗 5 的重量比为 1.5-7.5 份八甲基环四硅氧烷对 1 份四氯化锗，更优选的是 1.9-3.6 份八甲基环四硅氧烷对 1 份四氯化锗。供应流体原料的优选输送速率约为 6-10 克/分钟八甲基环四硅氧烷和 0.8-4.2 克/分钟 GeCl<sub>4</sub>。

本领域中普通技术人员清楚，可以在不偏离本发明的精神或范围对本发明作各种改进和变化。因此，如果它们落在所附权利要求书及其等同物的范围 10 内，本发明覆盖本发明的这些改进和变化。

# 说明书附图

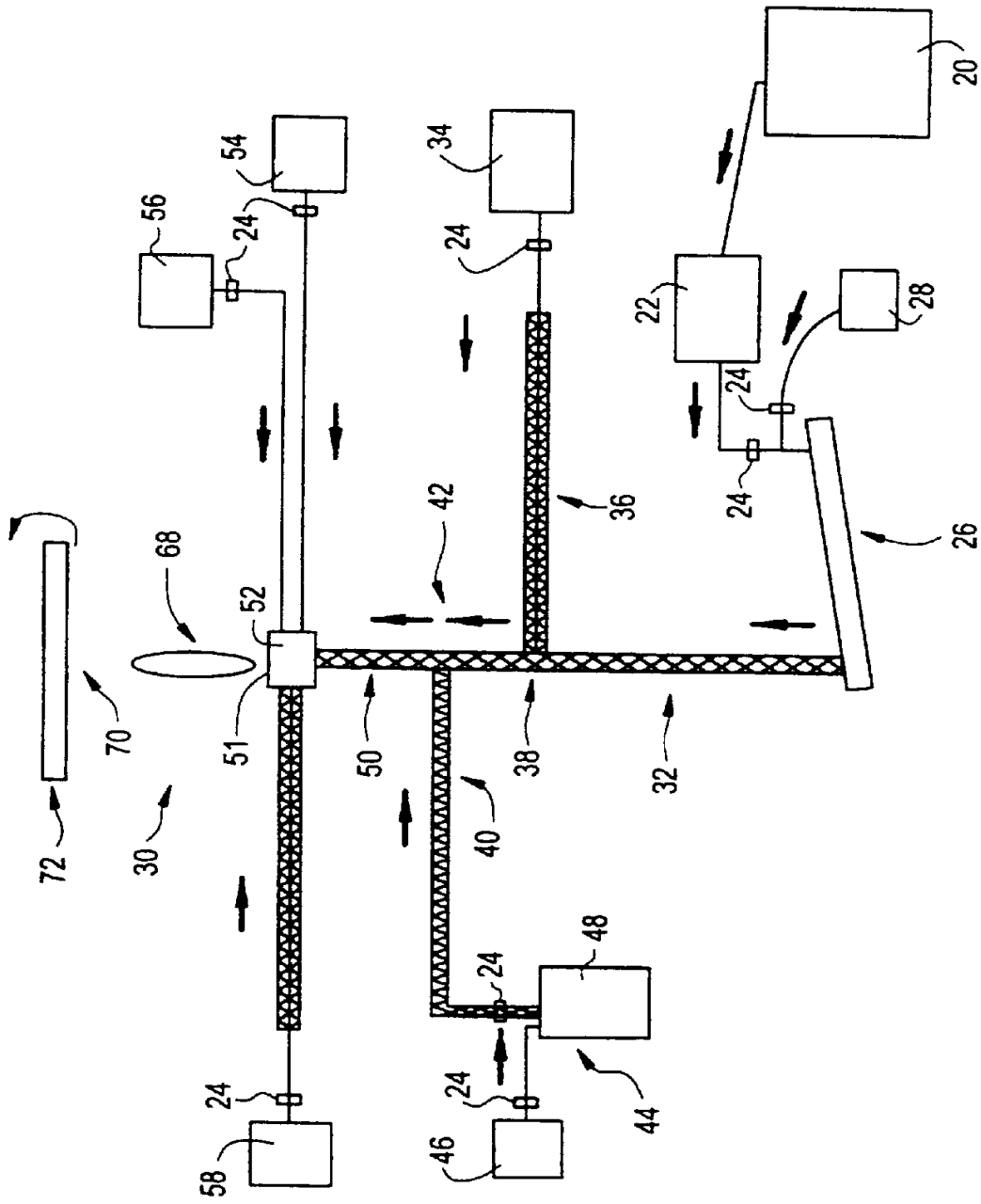


图 1

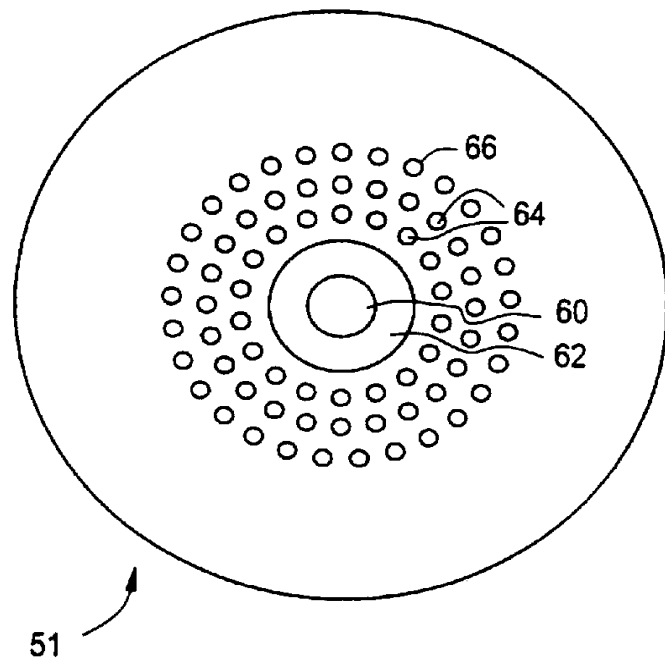


图 2