



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 10 420 T2** 2007.09.20

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 539 648 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 10 420.7**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/FI03/00522**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 735 740.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2004/002907**

(86) PCT-Anmeldetag: **27.06.2003**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **08.01.2004**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **15.06.2005**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **13.12.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **20.09.2007**

(51) Int Cl.⁸: **C03B 8/04** (2006.01)
C03B 37/014 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

20021269 28.06.2002 FI

(73) Patentinhaber:

Liekki OY, Lohja, FI

(74) Vertreter:

**Patent- und Rechtsanwälte Böck - Tappe - v.d.
Steinen - Weigand, 97080 Würzburg**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,
TR**

(72) Erfinder:

**JANKA, Kauko, FIN-33720 Tampere, FI; RAJALA,
Markku, FIN-00910 Helsinki, FI**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON DOTIERTEM OXIDISCHEN MATERIAL**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von dotiertem oxidischen Material nach dem Oberbegriff des beigefügten Anspruchs 1.

[0002] Eine wichtige Verwendung findet dotiertes Glasmaterial bei den Lichtverstärkungswellenleitern, wie zum Beispiel aktiven optischen Fasern, deren lichtverstärkende Eigenschaften auf der Anwendung von stimulierter Emission basieren. Um stimulierte Emissionen zu ermöglichen, sind das Glasmaterial im Kern der aktiven optischen Faser und möglicherweise die den Kern umgebende Mantelschicht mit Dotiersubstanzen dotiert, bei denen es sich um seltene Erdmetalle, zum Beispiel um Erbium, handelt. Zusätzlich zu optischen Fasern kann das dotierte Glasmaterial auch in verschiedenen Arten von optischen planaren Wellenleitern verwendet werden.

[0003] Die aktiven, optischen Fasern werden durch Ziehen von Glas zu optischen Fasern aus einer Faserpreform hergestellt, wobei die Faserpreform auf viele verschiedene Weisen hergestellt werden kann. Ein üblicherweise verwendetes Verfahren zur Herstellung einer Faserpreform besteht darin, Glasmaterial um einen Dorn oder ein entsprechendes, drehbar angeordnetes Substrat mittels Flammhydrolyseabscheidung (FHD „Flame Hydrolysis Deposition“) aufzuwachsen. Wenn das obengenannte Aufwachsen vom Außenumfang der Faserpreform aus durchgeführt wird, wird es in diesem Zusammenhang oft als so genanntes OVD-Verfahren (Outer Vapour desposition (Verfahren zur Aufdampfung von außen) bezeichnet. Das FHD-Verfahren wird auch beim Bilden von Glasschichten verwendet, die bei optischen planaren Wellenleitern auf einem planaren Substrat erforderlich sind.

[0004] Beim FHD-Verfahren wird üblicherweise eine Wasserstoff-Sauerstoff-Flamme als thermischer Reaktor verwendet, und die bei der Herstellung von Glasmaterial verwendeten glasbildenden Grundmaterialien, wie zum Beispiel Silizium- oder Germaniumtetrachlorid, werden dem Brenner und der Flamme üblicherweise in einem dampfförmigen Zustand zugeführt. Die Dotiersubstanzen des Glasmaterials, wie zum Beispiel Erbium, werden dem Brenner und der Flamme üblicherweise mit Trägergasen als Dampf- oder Aerosoltröpfchen zugeführt, die entsprechend entweder durch Verdampfen oder Spritzen aus den Flüssigkeit enthaltenden Dotiersubstanzen gebildet werden.

[0005] Gemäß der vom Anmelder entwickelten Lösung können die Dotiersubstanzen alternativ entlang des gesamten Wegs zum Brenner in flüssiger Form gefördert werden und z.B. mittels Verwendung von Wasserstoffströmung als Aerosoltröpfchen nicht eher zerstäubt werden, bevor nicht die unmittelbare Um-

gebung der Flamme erreicht ist. Dieses Verfahren, das zum Beispiel in der früheren Veröffentlichung WO 00/20346 A1 des Anmelders detaillierter beschrieben wird und das als eine Weiterentwicklung des herkömmlichen FHD-Verfahrens betrachtet werden kann, wird später als Flüssigkeits-Flammen-Spritzen bezeichnet werden.

[0006] In der beim FHD- oder dem Flüssigkeits-Flammen-Spritz-Verfahren als thermischer Reaktor wirkenden Flamme bilden die Grundmaterialien und Dotiersubstanzen ferner Aerosolpartikel, wobei die Aerosolpartikel dem zu beschichtenden Substrat zugeführt werden, und so eine dotierte, poröse Glasmaterialbeschichtung bilden. Diese Aerosolpartikel werden in der Literatur im Englischen oft als „glass soot“ bezeichnet. Wenn auf dem Dorn oder einem anderen Substrat eine geeignete Überzugsschicht aus porösem Glasmaterial aufgewachsen worden ist, wird die vorstehend genannte Überzugsschicht durch Wärmebehandlung des Substrats bei einer geeignet hohen Temperatur in ein Dichtglas gesintert.

[0007] Ferner ist ein so genanntes Lösungsdotierverfahren bekannt, wobei bei diesem Verfahren eine nur aus Grundmaterialien aufgewachsene Faserpreform vor dem Sintern, lediglich nach dem Aufwachsen der Faserpreform, in eine Dotiersubstanzen enthaltende Lösung getaucht wird.

[0008] Seltene Erdmetalle lösen sich schwer in Quarzglas auf und machen es erforderlich, dass zum Beispiel die Struktur von auf SiO_2 basierendem Glas durch Hinzufügen eines geeigneten Oxids zum Glas verändert wird. Zu den für diese Zwecke geeigneten Oxiden zählen zum Beispiel Al_2O_3 , La_2O_3 , Yb_2O_3 , GeO_2 oder P_2O_5 . Vorzugsweise handelt es sich bei diesem Oxid um Aluminiumoxid Al_2O_3 , das gleichzeitig den Brechungsindex des Glases erhöht.

[0009] Beim Dotieren des Kerns einer optischen Faser (oder eines anderen Wellenleiters) mit einem seltenen Erdmetall wird durch das Aluminiumoxid gleichzeitig eine Erhöhung des Brechungsindex des Kerns in Bezug auf die Mantelschicht erreicht, was notwendig ist, um die Funktionsweise der optischen Faser zu verwirklichen. In dem Flüssigkeits-Flammen-Spritzverfahren des Anmelders wird das Aluminium durch Zerstäuben von in einer geeigneten Flüssigkeit gelöstem Aluminiumchlorid zur Flamme hinzugefügt. Zu den für diesen Zweck geeigneten Flüssigkeiten zählen zum Beispiel Wasser, organische Lösungsmittel, wie z.B. Ethanol, Methanol, Azeton, oder Mischungen aus denselben. Entsprechend verwendet man für seltene Erdmetalle, wie z.B. Erbium, in einer Flüssigkeit gelöste, auf Nitrat oder Chlorid basierende Quellen.

[0010] Beim Aufwachsen, das durch die oben beschriebenen Verfahren erfolgt, stellt – wenn Kie-

sel/Aluminiumoxid-Glas mit seltenen Erdmetallen dotiert wird – die inhomogene Verteilung von Dotiersubstanzen in den die Glasbeschichtung bildenden Aerosolpartikeln ein Problem dar. Dies wird z. B. durch die Tendenz von Dotiersubstanzen, Paare zu bilden, verursacht. In einem chemischen Gleichgewicht löst sich Erbium nicht in diesen Stoffen auf, da einzelne Ionen voneinander getrennt werden. In der Gasphase hat Erbium das Bestreben, in die Form Er_2O_3 zu oxidieren, und in der festen Phase strebt Erbium mit Aluminium üblicherweise auf ein Phasensystem $\text{Al}_5\text{Er}_3\text{O}_{12} + \text{Al}_2\text{O}_3$ zu. Mit anderen Worten, mit Aluminium hat Erbium das Bestreben, in seinen eigenen Phasen geclustert zu erscheinen. Obwohl die Situation in einem glasartigen Kiesel/Aluminiumoxid-System komplexer ist als oben beschrieben, vermittelt die vorangehende Erläuterung einen guten Eindruck darüber, wie Erbium wirkt.

[0011] Insbesondere bei der Verwendung des Flüssigkeits-Flammen-Verfahrens hat der größte Teil des Aluminiums und der Großteil des Erbiums das Bestreben, im festen Restpartikel zu verbleiben, das von einem flüssigen Aerosoltröpfchen erzeugt wird, wenn es in der Flamme „trocknet“, und worin die oben genannte Oxidation der Stoffe in glasbildende Oxide erfolgt. Aus diesem Grund weist die sich bei dem Verfahren bildende Faserpreform üblicherweise zumindest zwei Arten von Soot-Partikeln auf: Erstens kleine Si enthaltende (oder Ge enthaltende) Partikel, die über Kondensation von dampfförmigen Grundmaterialien und dem an diese anschließenden Verdampfen/Trocknen gebildet werden. Zweitens Aluminium und Erbium enthaltende Restpartikel, die üblicherweise größer sind als die Si-Partikel. Aufgrund dieser verschiedenen Arten von Partikeln neigt das Glasmaterial zur Kristallisation, wenn es gesintert wird.

[0012] Beim Sintern kann auch ein Teil der Kristalle schmelzen, was die Homogenität des Glasmaterials verbessert. Es besteht jedoch das Risiko, dass sich die restlichen Dotiersubstanzen, insbesondere in den größeren Restpartikeln, nicht einmal dann vollständig im Glas auflösen, wobei in diesem Fall, im Kleinen betrachtet, das Ergebnis darin besteht, dass die Dotiersubstanzen örtlich inhomogen im Glasmaterial getrennt sind. Dies schwächt die lichtverstärkenden Eigenschaften des Glases ab.

[0013] Andererseits sind zum Beispiel im Fall eines auf einem Siliziumwafer basierenden planaren Wellenleiters die Temperaturen beim Sintern begrenzter als im Fall einer für optische Fasern vorgesehenen Faserpreform. Somit verbleiben unerwünschte, Streuung verursachende Kristalle selbst nach dem Sintern unvermeidbar in der fertigen Glasbeschichtung, und aufgrund der inhomogenen Zusammensetzung des Glasmaterials sind auch die lichtverstärkenden Eigenschaften des Glases nicht ideal.

[0014] Bei allen derartigen Verfahren, in denen Glassootpartikel und insbesondere Dotiersubstanzen enthaltende Partikel nicht im Wesentlichen direkt durch Kondensation über eine Gasphase erzeugt werden, sondern größere flüssige Aerosoltröpfchen eine Zwischenphase bilden, besteht ein Problem darin, dass verschiedene Verunreinigungen ebenfalls (verkapselt) in den Restpartikeln verbleiben, die sich aus Aerosoltröpfchen bilden.

[0015] Es ist das Hauptziel der vorliegenden Erfindung, ein vollständig neues Verfahren zur Herstellung von dotiertem oxidischen Material vorzuschlagen, wobei mit dem Verfahren die oben beschriebenen Probleme vermieden werden, die bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren auftreten.

[0016] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es möglich, verschiedene oxidische Materialien herzustellen. Es ist zum Beispiel möglich, oxidisches Mehrkomponenten-Material herzustellen, in dem mehrere Reaktionspartner vorliegen, deren jeweilige Bestandteile im Wesentlichen entsprechend übereinstimmen, wie zum Beispiel Bariumtitanat (BaTiO_3).

[0017] Das Verfahren kann auch zur Herstellung solcher oxidischer Mehrkomponenten-Materialien verwendet werden, in denen mehrere Reaktionspartner vorliegen, deren jeweilige Anteile im Wesentlichen entsprechend von verschiedener Größe sind, wie zum Beispiel piezoelektrische PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$) das eine hohe dielektrische Konstante aufweist. (In der Formel bestimmt der Parameter X die Menge an Zirkon und Titan, und ein typischer Wert ist z.B. 0,45).

[0018] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es auch möglich, sogenanntes dotiertes oxidisches Material zu erzeugen, in dem größere Mengen von Grundmaterial und kleinere Mengen von Dotiersubstanzen vorliegen, wie zum Beispiel mit Molybdän (Mo) dotiertes Titaniumoxid (TiO_2) sowie einige dotierte Glasmaterialien.

[0019] Das Ziel dieser Erfindung besteht somit darin, es zu ermöglichen, dotiertes oxidisches Material herzustellen, das in der Qualität gleichmäßiger als bisher ist, in welchem die Zusammensetzung auf der Mikroebene homogener als bisher ist und in dem die Kristallstruktur wie gewünscht vorliegt. Die unterschiedlichen Arten von Eigenschaften des oxidischen Materials werden mit der Erfindung optimaler als bisher gestaltet, wobei es in diesem Fall möglich ist, mit dem oxidischen Material bessere Produkte als bisher herzustellen.

[0020] Das Ziel einer Ausführungsform der Erfindung besteht darin, es zu ermöglichen, dotiertes Glasmaterial zu erzeugen, das in der Qualität gleich-

mäßiger ist als bisher, wobei im Glasmaterial keine schädliche Kristallisation auftritt und wobei die Zusammensetzung des Glasmaterials auch auf der Mikroebene homogener als bisher ist. In auf diese Weise gefertigtem Glasmaterial tritt somit weniger unerwünschte Lichtstreuung auf, wobei die Lichtstreuung eine Abschwächung/einen Verlust von Licht in den Lichtleitern verursacht, die aus dem in Rede stehenden Glasmaterial hergestellt sind. Auch die lichtverstärkenden Eigenschaften des Glasmaterials werden mit der Erfindung optimaler als bisher gestaltet, wobei es in diesem Fall möglich ist, aus dem Glasmaterial bessere aktive Lichtwellenleiter, wie zum Beispiel aktive optische Fasern, als bisher herzustellen.

[0021] Um diese Ziele zu erreichen, ist das erfindungsgemäße Verfahren ausgestaltet, wie im Anspruch 1 definiert.

[0022] Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den anderen abhängigen Ansprüchen angegeben.

[0023] Ein wesentlicher Grundgedanke der Erfindung kann darin gesehen werden, dass alle zur Erzeugung von dotiertem oxidischen Material erforderlichen Reaktionspartner sowie die Grundmaterialien und Dotiersubstanzen zuerst in einen dampfförmigen Zustand, das heißt in eine Gasphase, überführt werden. Die Kondensation der Reaktionsprodukte von der Gasphase in eine flüssige Phase wird äußerst schnell auf eine solche Weise durchgeführt, dass alle das dotierte oxidische Material bildenden Reaktionsprodukte im Wesentlichen gleichzeitig in einen übersättigten Zustand überführt werden, wobei in diesem Fall die Zusammensetzung der sich auf diese Weise bildenden flüssigen Tröpfchen und der sich sofort aus diesen bildenden festen Partikel sehr homogen ausgebildet wird. Unter homogener Zusammensetzung der Partikel ist in diesem Text in erster Linie zu verstehen, dass unterschiedliche Partikel jeweils die selbe Zusammensetzung aufweisen, aber auch dass die örtliche innere Zusammensetzung eines einzelnen Partikels homogen ist, das heißt, dass in einem einzelnen Partikel alle Bestandteile gleichmäßig über das gesamte Volumen des Partikels aufgeteilt sind.

[0024] Erfindungsgemäß wird die oben erwähnte, schnelle Kondensation der Bestandteile der Reaktionspartner entweder durch schnelle Oxidation der Reaktionspartner und/oder durch schnelle adiabatische Expansion des Gasflusses der Reaktionspartner erreicht.

[0025] Die erfindungsgemäßen Bedingungen werden so festgelegt, dass die Partikel auch unmittelbar nach der Kondensation erstarren, wobei in diesem Fall keine Zeit verbleibt, um ein chemisches Phasengleichgewicht zu erreichen.

[0026] Mittels der Erfindung ist es möglich, dotiertes oxidisches Material, wie zum Beispiel dotiertes Glasmaterial, so herzustellen, dass es in seiner Zusammensetzung homogener als bisher ist, wobei sich in diesem Fall die lichtverstärkenden Eigenschaften zum Beispiel in lichtverstärkenden und mit seltenen Erdmetallen dotierten Glasmaterialien besser als im Stand der Technik optimieren lassen. Bei der Verwendung zum Beispiel von Erbium als eine Dotiersubstanz ist es mittels der Erfindung möglich, ein Clustering des Erbium zu vermeiden, und Erbium kann dazu veranlasst werden, sich gleichmäßiger, vorzugsweise als einzelne Ionen, über das Glasmaterial zu verteilen. Im Fall von auf Silizium basierenden planaren Wellenleitern, werden die aus der Kristallisation von Glasmaterial und den unerwünschten, sich aus der Kristallisation ergebenden Streuungseigenschaften resultierenden Probleme vermieden. Ferner ist es mittels der Erfindung möglich, solche Verunreinigungen zu vermeiden, die bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren dazu neigen, sich in den inneren Teilen der Restpartikel zu verkapiteln.

[0027] Die Erfindung und einige ihrer vorteilhaften Ausführungsformen werden im Folgenden noch etwas detaillierter erläutert, wobei die mit der Erfindung erzielten Vorteile dem Fachmann verdeutlicht werden. Bei dem dotierten oxidischen Material, das bei der Ausführungsform gemäß dem mittels der Figuren dargelegten Beispiel hergestellt wird, handelt es sich um ein dotiertes Glasmaterial, und auf Grundlage der mit ihm verbundenen Beschreibung kann ein Fachmann von der Erfindung auch bei der Herstellung von anderem dotierten, oxidischen Material durch eventuelles Vornehmen geringfügiger Änderungen in der Ausführungsform gemäß dem Beispiel Gebrauch machen. Im Folgenden wird die Erfindung unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen beschrieben. Es zeigen:

[0028] [Fig. 1](#) einen Aufbau eines erfindungsgemäßen Reaktors in prinzipieller, perspektivischer Darstellung;

[0029] [Fig. 2](#) einen Querschnitt durch den erfindungsgemäßen Reaktor, in prinzipieller Darstellung; und

[0030] [Fig. 3](#) eine Seitenansicht eines anderen erfindungsgemäßen Reaktors, in prinzipieller Darstellung.

[0031] Alle zur Herstellung von erfindungsgemäßem dotierten Glasmaterial erforderlichen Reaktionspartner sowie die Grundmaterialien (zum Beispiel Si oder Ge) und Dotiersubstanzen (zum Beispiel Al und seltene Erdmetalle) werden anfangs durch geeignetes Erhöhen der Temperatur der Materialien und durch Wählen einer geeigneten chemischen Zusam-

mensetzung für jeden Reaktionspartner in einen dampfförmigen Zustand, das heißt in die Gasphase, überführt. Das Erwärmen der Reaktionspartner kann auf jede Weise durchgeführt werden, die an sich für den Fachmann in Frage kommt. Beispielsweise kann Siliziumtetrachlorid SiCl_4 als das Grundmaterial des Glasmaterials, und Aluminium und Erbium können als Dotiersubstanzen, letzteres entweder als Nitrate oder Chloride, verwendet werden. Die als Quellen von Aluminium und Erbium verwendeten Verbindungen können zum Beispiel in geeigneten Flüssigkeiten aufgelöst und durch Erhitzen der in Rede stehenden Lösungen weiter zu einer Gasphase verdampft werden. Bei der Förderung der in die Gasphase überführten Reaktionspartner ist es möglich, geeignete Trägergase zu verwenden.

[0032] Die Grundmaterialien und Dotiersubstanzen, die in einem gasförmigen Zustand vorliegen, werden als nächstes miteinander vermischt oder noch als separate Gasflüsse B, D dem Reaktor R zugeführt, der durch gleichzeitiges Aufrechterhalten ihrer Temperatur, derart, dass die Grundmaterialien und Dotiersubstanzen B, D in einem dampfförmigen Zustand verbleiben, als Strömungskanal wirkt. Das Verhältnis zwischen den Grundmaterialien und den Dotiersubstanzen kann durch Ändern des Verhältnisses der Gasflüsse B, D zum Beispiel mit Hilfe verstellbarer Ventile, wie etwa Massenflussreglern, oder auf irgendeine andere geeignete Weise eingestellt werden.

[0033] Im Reaktor R werden der Gasfluss B der Grundmaterialien und der Gasfluss D der Dotiersubstanzen (in [Fig. 1](#) am Punkt M) miteinander vermischt, indem diese als der Gasfluss BD von Reaktionspartner kombiniert werden. Alternativ können die Kombination und das Mischen der Gasflüsse B, D bereits vor dem Reaktor R erfolgt sein. Es ist für den Fachmann naheliegend, dass die Leitungen und dergleichen, mit denen die Gasflüsse B, D und BD gefördert werden, sowie die Wände des Reaktors R vorteilhaft gewärmt werden, um eine signifikante Kondensation der Reaktionspartner an den Wänden zu verhindern.

[0034] Anstelle der herkömmlichen, beheizten Rohrleitungen und Vereinigungsdüsen, die in dem ofenartigen Reaktor R gemäß [Fig. 1](#) angeordnet sind, oder entsprechender, für den Fachmann naheliegender Lösungen ist es möglich, beim Erwärmen und Mischen der Gasflüsse B, D der Grundmaterialien und der Dotiersubstanzen Plasmagas zu verwenden, das zum Beispiel mittels eines Lichtbogens erzeugt wird, wobei in dem als Trägergas wirkenden Plasmagas die Gasflüsse der Grundmaterialien und Dotiersubstanzen vermischt werden.

[0035] Gemäß einer Ausführungsform der Erfindung werden die heißen Gase/Dämpfe des Gasflus-

ses BD, die im Reaktor R miteinander vermischt werden, oxidiert und so gleichzeitig sehr schnell in Glasmaterial bildende Oxide kondensiert. Die Oxidation/Kondensation wird bei einer solchen Temperatur durchgeführt, bei der alle Reaktionspartner einen mehrfach übersättigten Zustand annehmen. So erfolgt die Kondensation sofort, so dass sich – wenn sich alle Reaktionspartner und Bestandteile der Dotiersubstanzen in einem übersättigten Zustand befinden – als Resultat der Kondensation Tröpfchen und sofort weitere Glaspartikel P bilden, deren gegenseitige und innere Zusammensetzung homogen ist. Unter der inneren homogenen Zusammensetzung der Partikel P ist in diesem Text zu verstehen, dass die verschiedenen Bestandteile im Verhältnis zum Gesamtvolumen der Partikel ohne geschichtete oder andere Arten von örtlich inhomogenen Strukturen gleichmäßig aufgeteilt sind.

[0036] Das Verhältnis der Konzentrationen der Reaktionspartner in den Partikeln wird im Wesentlichen nach dem Verhältnis der Konzentrationen der Reaktionspartner in der Gasphase im Gasfluss BD vor der Kondensation bestimmt.

[0037] Weil es sich bei dem Material um ein glasartiges Material handelt, das keine klare Schmelz- oder Erstarrungstemperatur aufweist, ist es dem Fachmann klar, dass der Begriff „Kondensation“ hier in einem weiteren Sinne verstanden werden soll. Mit anderen Worten kann sich – abhängig von den Umständen – offenbar entweder ein flüssiges oder festes Glaspartikel als Resultat der Kondensation bilden.

[0038] Um die oben erläuterte Ausführungsform der Erfindung zu verstehen, ist es wichtig, zu beachten, dass der gesättigte Dampfdruck der oxidierten Formen der Reaktionspartner bei einer bestimmten untersuchten Temperatur erheblich geringer ist als in Verbindung mit korrespondierenden Formen vor der Oxidation. Aufgrund dessen kann die schnelle Kondensation der Reaktionspartner in der Gasphase durch schnelles Beimischen oxidativer Gase in den Gasfluss der Reaktionspartner durchgeführt werden.

[0039] Gemäß der vorteilhaften Ausführungsform der in [Fig. 1](#) dargestellten Erfindung wird die Kondensation/Oxidation durch Zuführen intensiver Strahlen O oxidativer Gase zum Reaktor durchgeführt, wobei die Strahlen vorteilhaft quer zum Gasfluss BD der Reaktionspartner angeordnet sind. Vorzugsweise sind Strahlen O oxidativer Gase ferner auf den beiden gegenüberliegenden Wänden des Reaktors gemäß [Fig. 2](#) derart angeordnet, dass die Gasstrahlen O, die im Querschnitt des Reaktors entgegengesetzt und benachbart sind, einander überlappend angeordnet sind. Dies verstärkt die durch die Strahlen O von oxidativen Gasen im Gasfluss BD der Reaktionspartner erzeugten Verwirbelungen, wobei die Verwirbelungen die oxidativen Gase O und die Reaktions-

partner-Gase BD effizient miteinander vermischen. Strahlen O oxidischer Gase können auch auf mehreren Wänden des Reaktors R angeordnet werden, oder sie können auf irgendeine andere Weise, die das Verwirbeln und Vermischen in Bezug auf den Gasfluss B, D der Reaktionspartner unterstützt, gerichtet werden.

[0040] Beispielsweise können Sauerstoff oder Kohlendioxid als oxidative Gase verwendet werden. Oxidative Gase O können beim Eintreten in den Reaktor die gleiche Temperatur wie die Reaktionspartner-Gase aufweisen, also mit anderen Worten heiß sein. Somit wird die Kondensation hauptsächlich durch die Änderung der Dampfspannung verursacht, die die Reaktionspartner bei der Oxidation zu Oxiden erfahren. Vorteilhafterweise sind die oxidativen Gase jedoch „kalt“, was die Kondensation verstärkt und beschleunigt.

[0041] Im Reaktor R wurden solche Bedingungen geschaffen, in denen die Oxidation von Reaktionspartnern BD bei Reaktionstemperaturen erfolgen kann, die üblicherweise etwa 1000 bis 2000°C betragen. Bei diesen Temperaturen wird der Verlauf von chemischen Reaktionen durch den Durchmischungsgrad der Gase bestimmt. In der Praxis erfolgt, wenn der Gasfluss BD von Reaktionspartnern auf die Strahlen O der oxidativen Gase im Reaktor trifft, die Oxidation in den Mischungsbereichen (Reaktionsbereichen), die sich an den Übergängen zwischen diesen Gasflüssen bilden, wobei die „Dicke“ dieser Bereiche üblicherweise etwa wenige Millimeter beträgt. Der Reaktor R kann bei Normaldruck verwendet werden, um jedoch die Reaktionen zu verstärken, können der Druck des Reaktors, der Durchfluss oder die Reaktionspartner und oxidativen Gase sowie die Temperatur des Reaktors eingestellt werden, um das Verfahren zu optimieren.

[0042] Bei einer in [Fig. 3](#) prinzipiell dargestellten Ausführungsform der Erfindung wird die Kondensation durch adiabatische Expansion des Gasflusses BD von Reaktionspartnern herbeigeführt. Mit anderen Worten wird der Gasfluss BD von Reaktionspartnern zum Beispiel durch eine an sich bekannte, so genannte Lavall-Düse LR geleitet. In der als Strömungskanal und Reaktor wirkenden Lavall-Düse LR kann der Gasfluss BD auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigt werden. Die bei der Oxidation der Reaktionspartner erforderlichen oxidativen Gase O können zum Beispiel im engsten Teil der Düse LR auf den Gasfluss BD der Reaktionspartner gerichtet werden, wobei in diesem Fall die durch die Expansion der Gase verursachte Verwirbelung das Vermischen der Gase verstärkt. Es ist zu beachten, dass in [Fig. 3](#) die zu Illustrationszwecken gezeigte Form der Lavall-Düse LR nicht notwendigerweise mit der genauen Form der tatsächlich verwendeten Düse übereinstimmt.

[0043] Beim Anwenden der adiabatischen Expansion wird als zusätzlicher Vorteil eine hohe Geschwindigkeit der Partikel P erreicht, die bei der Verstärkung des Sammelns von Partikeln auf dem Substrat durch die Verwendung von Einschlagmechanismen ausgenutzt werden kann.

[0044] Mit einer geeigneten Wahl von oxidativen Gasen ist es möglich, zu verhindern, dass Verunreinigungen kondensieren und in Partikeln enden. Beispielsweise können verschiedene Arten von Mischungen aus Kohlenmonoxid, Kohlendioxid und Wasser als oxidative Gase verwendet werden.

[0045] Der Aufbau des Reaktors R, LR kann ofenartig ausgebildet sein, derart dass die Wände des Reaktors beheizt werden. Vorteilhafterweise werden Materialien, die hohen Temperaturen standhalten, wie z.B. Quarz, als Material des Reaktors verwendet. Die Wände des Reaktors können teilweise oder vollständig porös sein, wobei in diesem Fall zum Beispiel verschiedene Arten von Schutzgasen durch die Wände in den Reaktor geleitet werden können. Bei der Form des Querschnitts des Strömungskanals, der durch den Reaktor R, LR gebildet wird, kann es sich um ein Rechteck, einen Kreis oder eine andere für den Zweck geeignete Form handeln.

[0046] Beim Bilden von dotiertem Glasmaterialien ist es auch möglich, chlorfreie Reaktionspartner, wie TEOS (Tetraethylortosilikat) oder GEOS (Tetraethoxygermanium), in einer geeigneten Form als Grundmaterialien B zu verwenden. Zusätzlich zu denen, die vorstehend genannt wurden, ist es auch möglich, andere seltene Erdmetalle und Lantanide als Dotiersubstanzen D, zum Beispiel Neodym, und ferner auch Phosphor, Bor und/oder Fluor, zu verwenden.

[0047] Die durch Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens gebildeten Glaspartikel können gemäß dem Stand der Technik auf einem geeigneten Substrat, zum Beispiel um einen sich drehenden Dorn oder auf einem planaren Substrat gesammelt werden, auf dessen Oberfläche so eine poröse Glasschicht ausgebildet wird, die in späteren Verfahrensstufen in eine kompakte Glasschicht gesintert werden kann. Die Glaspartikel können jedoch auch durch andere Mittel, zum Beispiel als Staubpulver, gesammelt werden, das später wie gewünscht bei der Herstellung von Glasbestandteilen verwendet werden kann.

[0048] Selbstverständlich ist es für jeden Fachmann naheliegend, dass es durch Kombination der Betriebsarten, die vorstehend in Verbindung mit verschiedenen Ausführungsformen der Erfindung auf verschiedene Weisen dargelegt wurden, möglich ist, verschiedene Ausführungsformen der Erfindung in Übereinstimmung mit dem Geist der Erfindung zu schaffen. Deshalb sollen die oben dargelegten Bei-

spiele nicht als die Erfindung einschränkend betrachtet werden, sondern diese Ausführungsformen der Erfindung können frei innerhalb des Umfangs der in den nachfolgenden Ansprüchen angegeben erfindерischen Merkmale verändert werden.

[0049] In den Zeichnungen sind nur die Teile und Komponenten dargestellt, die für das Verständnis des Prinzips der Erfindung wichtig sind, und es ist offensichtlich, dass zum Beispiel, um die Temperatur und Druckbedingungen des Reaktors R, LR sowie der Gasflüsse einzustellen, bestimmte für den Fachmann naheliegende Bestandteile erforderlich sind, jedoch in den Figuren nicht gezeigt sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von dotiertem oxidischen Material, wobei das Verfahren umfasst:

- Überführen im Wesentlichen aller Reaktionspartner (B, D) in einen dampfförmigen Zustand in einer Gasphase durch Erhitzen der Reaktionspartner,
- Vermischen der Reaktionspartner (B, D), um einen Gasfluss (B, D), zu erzeugen,
- In-Kontakt-Bringen des Gasflusses (B, D) mit zumindest einem Oxidationsmittel (O) bei einer ausreichend hohen Temperatur, um oxidische Partikel (P) in einer Reaktion zu bilden, so dass alle Reaktionsprodukte im Wesentlichen gleichzeitig einen übersättigten Zustand erreichen und bei der Reaktion keine Zeit verbleibt, um ein chemisches Phasengleichgewicht zu erreichen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem oxidischen Material um dotiertes Glasmaterial handelt, das aus den Grundmaterialien (B) und Dotiersubstanzen (D) des Glasmaterials gebildet wird, indem diese dazu gebracht werden, in der Gasphase in dampfförmigem Zustand mit Sauerstoff zu reagieren, um Glaspartikel (P) zu bilden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kondensation der Oxide durch schnelle Oxidation der Reaktionspartner (B, D) in oxidische Partikel (B) durchgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die schnelle Oxidation der Reaktionspartner (B, D) durch Richten eines oder mehrerer Strahlen (O) von oxidativen Gasen auf den Gasfluss (BD) der Reaktionspartner, vorzugsweise aus Sauerstoff und/oder Kohlendioxid gebildeter Strahlen, erreicht wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass einer oder mehrere Strahlen (O) von oxidativen Gasen in einer Weise auf den Gasfluss (BD) gerichtet werden, die starkes Verwirbeln und Mischen verursacht.

6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Bildung der oxidischen Partikel (P) durch Richten des einen oder der mehreren Strahlen (O) von oxidativen Gasen, die kälter als der Gasfluss sind, auf den Gasfluss (BD) der Reaktionspartner verstärkt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die schnelle Oxidation der Reaktionspartner (B, D) in oxidische Partikel (P) durch adiabatisches Expandieren des Gasflusses (BD) der Reaktionspartner erreicht und/oder verstärkt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Gasfluss (BD) der Reaktionspartner durch eine Lavall-Düse (LR) oder dergleichen geleitet wird.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem oxidischen Material um Glasmaterial handelt und eine anorganische oder organische Verbindung von Silizium oder Germanium, wie zum Beispiel Siliziumtetrachlorid oder Germaniumtetrachlorid, TEOS (Tetraethylortosilikat) oder GEOS (Tetraethoxygermanium) als Reaktionspartner (B) verwendet wird.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem oxidischen Material um Glasmaterial handelt und Erbium, Neodymium oder andere seltene Erdmetalle, Aluminium, Phosphor, Bor und/oder Fluor als Dotiersubstanz (D) verwendet werden.

11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die oxidischen Partikel in einem Reaktor (R) gebildet werden, in dem eine Temperatur herrscht, die näherungsweise in einem Bereich zwischen 1000 und 2000°C liegt.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

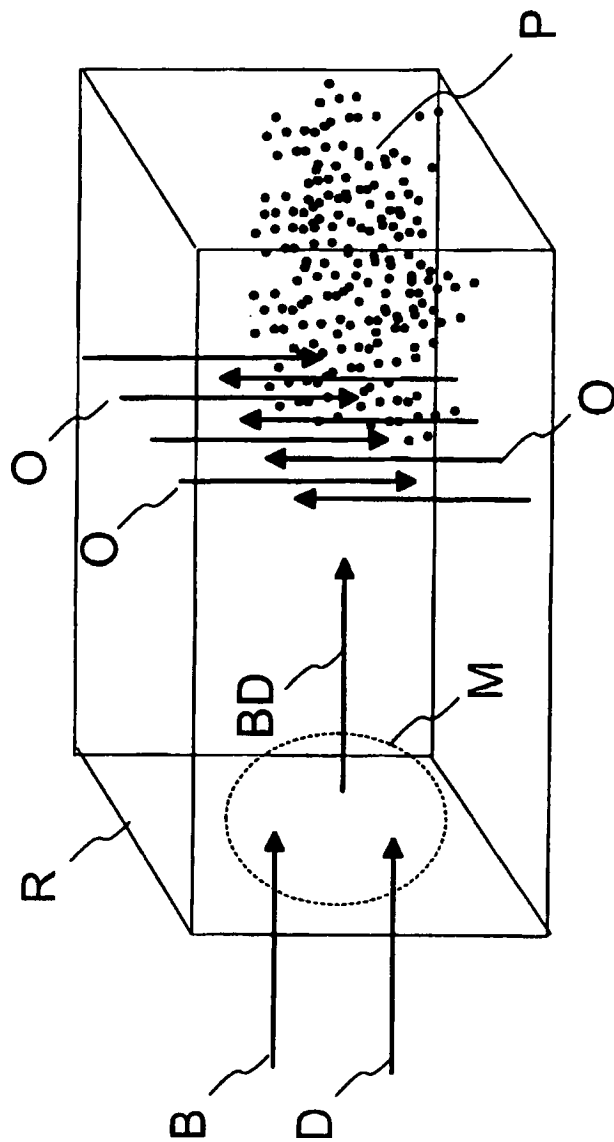


Fig. 1

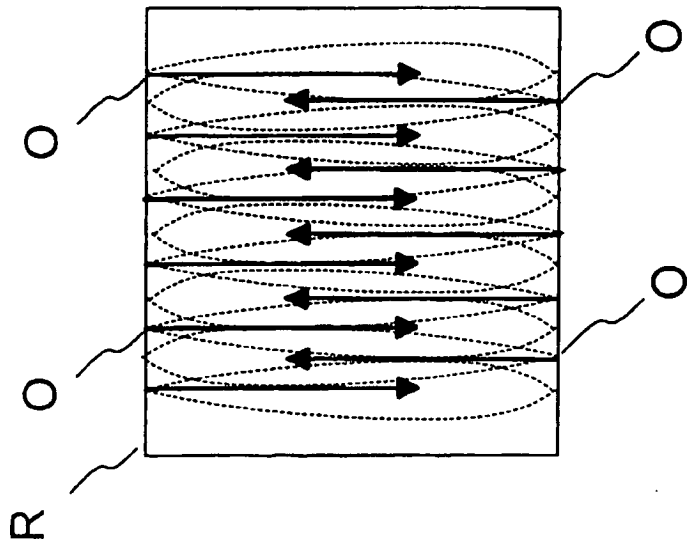


Fig. 2

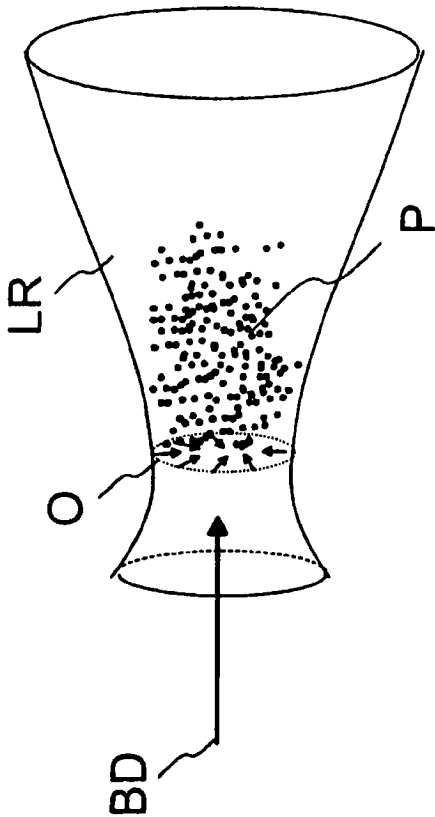


Fig. 3