



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 91111688.5

[51]Int.Cl⁶

[45]授权公告日 1995 年 7 月 12 日

C03B 37/012

[24]颁证日 95.4.21

[21]申请号 91111688.5

[22]申请日 91.12.20

[30]优先权

[32]90.12.21[33]DE[31]P4041152.4

[32]90.12.21[33]DE[31]P4041153.2

[73]专利权人 阿尔卡泰尔有限公司

地址 荷兰阿姆斯特丹

[72]发明人 D·韦伯

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 林道棠

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 制造一种光波导预制件的方法

[57]摘要

制造一种光波导体预制件的方法,在这种方法中,表面层以管状粉末层的形式覆盖在一根圆柱形玻璃芯棒上,并通过加热固结,粉末层的相对密度大约为 5-15%,在固化处理过程中,其密度提高到 25 至 50%。

为使这种方法不对所生成的预制件造成损坏,粉末层先用较小的加热速度加热,从约 150℃ 起始加热速度成几倍提高。

1. 一种制造一个具有表面层与芯子的光波导预制件的方法, 包含以下步骤:

- (a) 配置一个圆柱形玻璃芯棒;
- (b) 在该圆柱形玻璃芯棒上覆盖一层管状粉末层;
- (c) 通过在一个等温温度场中加热使管状粉末层固化;
- (d) 在高于1250℃的温度下将管状粉末层烧结成表面;

其特征在于,

将管状粉末层缓慢地加热到150℃;

随着以较快的速度连续地将管状粉末层的温度升高到1150℃至1200℃进行固化并在此温度下保持一段较长的时间, 在固化过程中将管状粉末层固结到至少25%的相对密度。

2. 按权利要求1 的方法, 其特征在于, 在保温期间, 粉末层被固结到具有一个25至50% 的相对密度。

3. 按权利要求1 的方法, 其特征在于, 粉末层用氮气环绕冲洗或穿过冲洗。

4. 按权利要求3 的方法, 其特征在于, 氮气中混合有小量的氧气, 但最高不超过容积比10% 。

制造一种光波导预制件的方法

本申请涉及一种制造光波导预制件的方法，这种方法是，在一根圆柱形玻璃制的芯棒上覆盖一层管状粉末层的表面层，通过在一个等温温度场加热使其固化，最后在高于 1250°C 的温度下将粉末层烧结成表面。

名为MSP方法(MSP-预制件的机械成形)的这样一种方法是公知的(见论文：“制造光导纤维预制件的技术”)，《电气通讯业务》杂志，3/4期，1988)。采用目前公知的方法已可以制造出具有这样的质量的玻璃制光波导，其衰减値上几乎能达到理论上可行的极限，现在的工作是要用全力来减少制造费用。为此还作出各种努力，目的在于加大预制件以使使用一个预制件能够制成长段的光波导。从一个成品直径为55毫米、长度为50厘米的预制件可以拉出一条长为100公里的光波导。

如在按MSP方法制造预制件时，其初始堆积密度为5-15%的、通过温度作用固化到最终密度的至少25%(做好的烧结成的玻璃表面的密度作为100%)的由氧化物粉末构成的表面层，将在生成的物体上产生弯曲或断裂。这种半成品预制件的损坏显然是由于在芯棒与正在成形的表面之间以不利的方式发生的相互作用所导致。

经固化的表面层必须是无裂缝的，以使其烧结成的、玻璃状表面层同样也是无裂缝的，而且由该光波导预制件拉制成的光波导的衰减値不会增大。

由于粉末状的、或者极为多孔的表面层在固化过程中不但在径向上而且在轴向上都有剧烈的收缩，因此必须保证管状表面层能够在芯棒上滑移。如果这一点达不到，表面层牢固地粘合在芯棒上，则所生成的光波导预制件会断裂。

在固化时，多孔表面层中仍会含有一些物质，如果这些物质在固化过程中或在此后未被除去，则会影响制成的光波导的光导性能。

本发明的目的在于提供一种固化的方法，使得在固化的表面层中不产生裂缝，因此使生成的光波导预制件不会断裂。

此外，应该还有可能达到，在固化过程中可以去掉至少一部分在多孔表面层中含有的杂质及不希望有的一些元素。

按照本发明，这一技术问题的解决方案在于，将粉末层缓慢地加热到150℃，然后再以一个较快的速度使温度连续地升到1150℃至1200℃并在该最终温度上保持一段较长的时间。

如果采用这一方法对表面层进行固化处理，在多孔表面层内的微粒之间的粘着力就会大于玻璃芯棒与表面层之间的附着力。因此，当表面层不但在径向上而且在轴向上几乎各向同性地固结时，多孔表面层就能够在芯棒上滑移。为了保证氧化物粉末构成的表面层在固化时不变形，按照本发明的构思，在一个大约为1200℃的高温下、在具有等温温度分布的空间中固结到25至50%的相对密度。

当表面层的固化是在一个具有等温温度分布的空间中进行时，芯棒与表面层基本上就处于同样的温度下。

在固化过程中，粉末层在最高温度几乎是1200℃的氮气气氛中同时被预干燥，多孔表面层沿轴向收缩，这时，表面层沿着芯棒滑移，而芯棒的形状没有显著变化。多孔表面层的收缩几乎是各向同性的。本发明的其它有利措施为：使粉末层用氮气环绕冲洗或穿过冲洗，在氮气中混合有小量的氧气，但最多不超过10%（容积百分比）。

本发明的方法具体描述如下:

一根内径为15 厘米、长度为110厘米的玻璃管, 在该玻璃管内装有一根与其同轴的直径为8 毫米的玻璃芯棒, 玻璃管内充填 SiO_2 粉末, 其相对密度为5%。制成的光波导预制件的表面直径与芯棒直径之比应该是2.5, 计算值的误差应是 5.0×10^{-3} 。

上述装置按照本发明的方法在一个具有等温温度场的熔炉中由30℃加热直到最高的1180℃。加热是连续进行的, 其中在第一阶段是以0.5℃/分的加热速度升温到约150℃, 从150℃开始以2℃/分的加热速度升温。在1180℃的最高温度下保温3小时。

用这种方法制成的产品是一种无裂缝的、几何形状均匀的光波导预制件, 其表面层的相对密度为50%、长度为50厘米, 表面层的直径为66厘米。在固化过程中, 该表面层几乎是各向同性收缩, 在径向上的收缩是稍为大了约5%。

采用这种方法制成的光波导预制件可以在必要时经过进一步处理、例如为了除去杂质, 紧接着放在一个具有100℃/厘米温度梯度的梯度温度场的烧结炉中在1530℃的温度下进行烧结。这样一个光波导预制件可以拉出一根100公里长的光波导。

包含在多孔表面层中的杂质一般是物理结合水或化学结合水、诸如氯化锆的氯化物、和铁化合物。这些在光波导内影响光导性能的物质必须在固化过程中、或者在紧接着的氯化过程中除去。

在固化过程中, 最好是用氮气作为冲洗气体, 这种气体是化学惰性的, 具有高导热性, 并且容易渗透过玻璃。当氮气混合有小量的氧气时, 更容易除去碳氢化合物。