



(12) **PATENTTIJULKAISU**
PATENTSKRIFT



F I 000115134B

SUOMI – FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

(10) **FI 115134 B**

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats

15.03.2005

(51) Kv.lk.7 - Int.kl.7

C03B 8/04, 19/14, 37/018

(21) Patentihakemus - Patentansökning

20021269

(22) Hakempäivä - Ansökningsdag

28.06.2002

(24) Alkupäivä - Löpdag

28.06.2002

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig

29.12.2003

(73) Haltija - Innehavare

1 •Liekki Oy, Sorronrinne 9, 08500 Lohja AS, SUOMI - FINLAND, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1 •Janka, Kauko, Maisterinkatu 12, 33720 Tampere, SUOMI - FINLAND, (FI)

2 •Rajala, Markku, Kilaavuntie 9 A 3, 00910 Helsinki, SUOMI - FINLAND, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: Tampereen Patenttitoimisto Oy
Hermiankatu 12 B, 33720 Tampere

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä seostetun lasimateriaalin valmistamiseksi
Förfarande för tillverkning av ett dopat glasmaterial

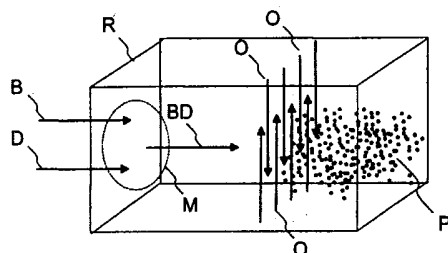
(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

JP 62083324 A, US 4278458 A

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö kohdistuu menetelmään seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa menetelmässä lasimateriaalia muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seosteaineet (D) saatetaan höyrymäiseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasufaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi. Keksinnön mukaisesti mainitut höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) sekoitetaan yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siten, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kaikki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikylläisyytilan muodostaen lasihiukkasia (P) siten, että kemiallisia faasisapajoina ei ehditä saavuttaa.

Uppfinningen avser ett förfarande för tillverkning av ett dopat glasmaterial, särskilt för att användas i ljusförstärkande optiska vågledare, i vilket förfarande väsentligen alla glasmaterialet bildande utgångsämnen, både glasmaterialets basämnen (B) och dopningsämnen (D) bringas i ett ångformigt reducerat tillstånd till en gasfas och därefter att reagera med varandra för att bilda glaspartiklar (P). Enligt uppfinningen dopas sagda i ett ångformigt och reducerat tillstånd befintliga utgångsämnen (B, D) tillsammans som en gasströmning (BD) av utgångsämnen, vilken gasströmning (BD) vidare kompenseras snabbt så, att väsentligen alla beståndsdelar av utgångsämnen (B, D) når väsentligen samtidigt ett övermättningsstillstånd genom att bilda glaspartiklar (P) så, att kemiska fasbalanser inte hinner uppnås.



MENETELMÄ SEOSTETUN LASIMATERIAALIN VALMISTAMISEKSI

Keksinnön kohteena on oheisen patenttivaatimuksen 1 johdanto-osan mukainen menetelmä seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi.

Eräs seostettujen lasimateriaalien tärkeä käyttökohde ovat valoa vahvistavat aaltojohteet, esimerkiksi aktiivivalokuidut, joiden valoa vahvistavat ominaisuudet perustuvat stimuloidun emission hyväksikäyttöön. Stimuloidun emission mahdollistamiseksi aktiivivalokuidun ytimen, ja mahdollisesti myös ydintä ympäröivän kuorikerroksen lasimateriaalia seostetaan seosteaineilla (engl. dopant), joina käytetään harvinaisia maametalleja, esimerkiksi erbiumia. Valokuitujen lisäksi seostettuja lasimateriaaleja voidaan käyttää myös erilaisissa optisissa tasoaaltojohteissa (engl. planar waveguides).

Aktiivivalokuituja valmistetaan vetämällä lasia valokuiduksi kuituaihiosta (engl. fiber preform), joka kuituaihio voidaan saada aikaan useammalla erilaisella tavalla. Eräs yleisesti käytetty tapa kuituaihion valmistamiseksi on kasvattaa lasimateriaalia tuurnan (engl. mandrel) tai vastaavan pyöriväksi järjestetyn substraatin ympärille liekkihydrolyysipinnoituksella FHD (engl. flame hydrolysis deposition). Kun em. kasvatus suoritetaan kuituaihion ulkokehältä käsin puhutaan tässä yhteydessä usein myös ns. OVD-menetelmästä (engl. outer vapour deposition). FHD-menetelmää sovelletaan myös optisissa tasoaaltojohteissa tarvittavien lasikerrosten muodostamiseksi tasomaiselle substraatille.

FHD-menetelmässä käytetään termisenä reaktorina tyypillisesti vetyhappi-liekkiä ja lasimateriaalin valmistuksessa käytettävät lasia muodostavat perusaineet, esimerkiksi pii- tai germaniumtetrakloridi ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti höyrymäisessä (engl. vapour) muodossa. Lasimateriaalin seosteaineet, kuten esimerkiksi erbium, ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti kantokaasun mukana höyrynä tai aerosolipisaroina, jotka on muodostettu seosteaineita sisältävästä nesteestä vastaavasti joko höyrystämällä tai sumuttamalla.

- Vaihtoehtoisesti hakijan kehittämän ratkaisun mukaisesti seosteaineet voidaan ohjata aina polttimelle saakka nestemäisinä ja pirsottaa (engl. atomize) aerosolipisaroiksi esimerkiksi vetyvirtausta käyttäen vasta liekin välittömässä läheisyydessä. Tästä menetelmästä, jota kuvataan
- 5 tarkemmin esimerkiksi hakijan aikaisemmassa WO-julkaisussa 00/20346 ja jota voidaan pitää perinteisen FHD-menetelmän jatkokehittelmänä, käytetään jäljempänä nimitystä nesteliekkiruiskutus (engl. liquid flame spraying).
- 10 FHD- tai nesteliekkiruiskutusmenetelmässä termisenä reaktorina toimivassa liekissä perusaineista ja seosteaineista muodostuu edelleen aerosolihiukkasia, jotka aerosolihiukkaset ohjautuvat pinnoitettavalle substraatille muodostaen seostettua huokoista lasimateriaalipinnoitetta. Näistä aerosolihiukkasista käytetään englanninkielisessä kirjalli-
- 15 suudessa usein nimitystä "glass soot". Kun sopiva pinnoitekerros huokoista lasimateriaalia on saatu kasvatettua tuurnan tai muun substraatin päälle, sintrataan em. pinnoitekerros tiiviiksi lasiksi lämpökäsittelmällä substraatti sopivassa korkeassa lämpötilassa.
- 20 Tunnetaan myös ns. nesteseostusmenetelmä (engl. solution doping), jossa pelkistä perusaineista kasvatettu seostamaton kuituaihio kastetaan seosteaineita sisältävään liuokseen vasta kuituaihion kasvatuksen jälkeen ennen kuituaihion sintraamista.
- 25 Harvinaiset maametallit liukenevat sinällään huonosti kvartsilasiin ja vaativat, että esimerkiksi SiO_2 -pohjaisen lasin rakennetta on muutettu lisäämällä lasiin sopivaa oksidia. Tarkoitukseen soveltuvia oksideja ovat esimerkiksi Al_2O_3 , La_2O_3 , Yb_2O_3 , GeO_2 tai P_2O_5 . Edullisimmin tämä oksidi on alumiinioksidia Al_2O_3 , joka samalla saa aikaan lasin taitekertoimen kasvun.
- 30 Seostettaessa valokuidun (tai muun aaltojohteen) ydintä harvinaisella maametallilla, saadaan alumiinioksidin avulla samalla aikaan ytimen taitekertoimen kasvu suhteessa kuorikerrokseen, mikä on tarpeen valokuidun toimintaperiaatteen toteutumiseksi. Hakijan nesteliekkiruiskutusmenetelmässä alumiini lisätään pirsottamalla liekkiin sopivaan nesteeseen liuotettua alumiinikloridia. Tarkoitukseen
- 35

soveltuvia nesteitä ovat esimerkiksi vesi, orgaaniset liuottimet kuten etanoli, metanoli, asetoni tai edellisten seokset. Harvinaisille maametalleille, kuten erbium käytetään vastaavasti nesteeseen liuotettuja nitraatti- tai kloridipohjaisia lähteitä.

5

Edellä kuvatuilla menetelmillä tapahtuvassa kasvatuksessa seostettaessa silikaatti/aluminalasia harvinaisilla maametalleilla, on eräänä ongelmana seosteaineiden epähomogeeninen jakautuminen lasipinnoitetta muodostaviin aerosolihiukkasiin. Tämä aiheutuu mm.

- 10 seosteaineiden taipumuksesta parinmuodostukseen. Kemiallisessa tasapainossa erbium ei liukene mainituissa materiaaleissa yksittäisinä ioneina erillään toisistaan. Kaasufaasissa erbium pyrkii hapettumaan muotoon Er_2O_3 ja kiinteässä faasissa erbium pyrkii alumiinin kanssa tyypillisesti faasisysteemiin $\text{Al}_5\text{Er}_3\text{O}_{12} + \text{Al}_2\text{O}_3$. Toisin sanoen alumiinin
- 15 kanssa erbium pyrkii esiintymään klusteroituneena omissa faaseissaan. Vaikka tilanne lasimaisessa silika/alumina systeemissä onkin edellä kuvattua monimutkaisempi, antaa edellä esitetty tarkastelu käsityksen erbiumin käyttäytymisestä.

- 20 Erityisesti nesteliekkimenetelmää käytettäessä suuri osa alumiinista ja valtaosa erbiumista pyrkii jäämään nestemäisen aerosolipisarasta sen liekissä "kuivuessa" syntyvään kiinteään jäännöshiukkaseen, jossa em. aineiden hapettuminen lasia muodostaviksi oksideiksi tapahtuu. Tästä johtuen prosessissa syntyvä kuituaihio sisältääkin tyypillisesti ainakin
- 25 kahdenlaisia "glass soot"-hiukkasia. Ensinnäkin höyrymäisistä perusaineista kondensoitumisen ja sitä liekissä seuraavan haihtumisen/kuivumisen kautta syntyneitä pienikokoisia Si-pitoisia (tai Ge-pitoisia) hiukkasia. Toiseksi näitä Si-hiukkasia tyypillisesti suurempikokoisia alumiini- ja erbiumpitoisia jäännöshiukkasia. Näistä erityyppisistä hiukkasista johtuen lasimateriaalissa esiintyy taipumusta kiteytymiseen lasimateriaalia sintrattaessa.
- 30

- Sintrauksen aikana osa kiteistä saattaa myös sulaa, mikä parantaa lasimateriaalin homogeenisuutta. Vaarana on kuitenkin se, että
- 35 varsinkaan suurimpiin jäännöshiukkasiin jääneet seosteaineet eivät kuitenkaan tällöinkään täysin liukene lasiin, jolloin pienessä mittakaavassa tarkasteltuna seurauksena on seosteaineiden

epähomogeeninen jakautuminen paikallisesti lasimateriaalissa. Tämä heikentää lasin valoa vahvistavia ominaisuuksia.

5 Toisaalta esimerkiksi piikiekolle kasvatetun tasoaaltojohteen tapauksessa sintrauksessa käytettävät lämpötilat ovat rajoitetumpia kuin valokuidulle tarkoitetun kuituaihion tapauksessa. Tällöin valmiiseen lasikalvoon jää sintrauksen jälkeenkin väistämättä sirontaa aiheuttavia ei-toivottuja kiteitä ja lasimateriaalin epähomogeenisesta koostumuksesta johtuen myös lasin valoa vahvistavat ominaisuudet
10 ovat epäideaaliset.

Kaikissa sellaisissa prosesseissa, jossa "glass soot"-hiukkaset ja erityisesti seosteaineita sisältävät hiukkaset eivät synny olennaisesti suoraan kaasufaasin kautta kondensoitumalla, vaan välivaiheena ovat
15 suuremmat nestemäiset aerosolipisarat, ongelmana on myös erilaisten epäpuhtauksien jääminen (kapseloituminen) aerosolipisaroista syntyviin jäännöshiukkasiin.

Nyt käsillä olevan keksinnön pääasiallisena tarkoituksena on esittää
20 kokonaan uusi menetelmä seostetun lasimateriaalin tuottamiseksi, jolla menetelmällä vältetään tekniikan tason mukaisissa prosesseissa ilmeneviä edellä selostettuja ongelmia.

Keksinnön tarkoituksena on siten mahdollistaa aikaisempaa
25 tasalaatuisemman seostetun lasimateriaalin valmistaminen, jossa lasimateriaalissa ei esiinny haitallista kiteytymistä ja lasin koostumus on myös mikrotasolla aiempaa homogeenisempi. Näin muodostetussa lasimateriaalissa ilmenee siten vähemmän ei-toivottua valon sirontaa, joka sironta aiheuttaa ko. lasimateriaalista valmistetuissa valojohteissa
30 valon vaimentumista/häviöitä. Lasimateriaalin valoa vahvistavat ominaisuudet saadaan keksinnön avulla myös aiempaa optimaalisemmiksi, jolloin lasimateriaalista saadaan valmistettua aiempaa parempia aktiivivalojohteita, esimerkiksi aktiivivalokuituja.

35 Näiden tarkoitusten toteuttamiseksi keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasiassa tunnusomaista se, mikä on esitetty itsenäisen patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa.

Muissa epäitsenäisissä vaatimuksissa on esitetty eräitä keksinnön edullisia suoritusmuotoja.

- 5 Keksinnön olennaisena perusajatuksena voidaan pitää sitä, että kaikki seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittava lähtöaineet, sekä perusaineet että seosteaineet saatetaan aluksi höyrymäiseen olomuotoon eli kaasufaasiin. Pelkistyneiden ainesosien kondensointi kaasufaasista nestefaasiin suoritetaan erittäin nopeasti siten, että kaikki lähtöaineiden sisältämät seostetun lasin muodostuksessa
- 10 tarvittavat ainesosat saatetaan olennaisesti yhtä aikaa ylikylläisyyttilään, jolloin näin muodostuvien nestepisaroiden, ja niistä välittömästi edelleen muodostuvien kiinteiden hiukkasten koostumus saadaan hyvin homogeeniseksi. Hiukkasten homogeenisella koostumuksella tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että eri hiukkasilla
- 15 on ensinnäkin keskenään samanlainen koostumus, mutta lisäksi myös sitä, että yksittäisen hiukkasen paikallinen sisäinen koostumus on homogeeninen, eli yksittäisessä hiukkasessa kaikki ainesosat ovat tasaisesti jakautuneet hiukkasen koko tilavuuteen.
- 20 Keksinnön mukaisesti edellä mainittu lähtöaineiden ainesosien nopea kondensoituminen saadaan aikaan joko lähtöaineiden nopealla hapettamisella ja/tai lähtöaineiden kaasuvirtauksen nopealla adiabaattisella laajentamisella.
- 25 Keksinnön mukaiset olosuhteet järjestetään sellaisiksi, että hiukkaset myös kiinteytyvät välittömästi kondensoitumisen jälkeen, jolloin kemiallisia faasitasapainoja ei ehdiä saavuttaa.
- 30 Keksinnön avulla seostetusta lasimateriaalista voidaan valmistaa koostumukseltaan aiempaa homogeenisempaa, jolloin esimerkiksi valoa vahvistavissa ja harvinaisilla maametalleilla seostetuissa lasimateriaaleissa vahvistusominaisuudet saadaan optimoitua tekniikan tasoa paremmiksi. Esimerkiksi erbiomia seosteaineena käytettäessä keksinnön avulla voidaan estää erbiumin klusteroitumista ja erbium
- 35 saadaan jakautumaan tasaisemmin lasimateriaalin, sopivimmin yksittäisiksi ioneiksi. Piialustaisten tasoaaltojohteiden tapauksessa vältetään lasimateriaalin kiteytymisestä johtuvilta ongelmilta ja

kiteytymisestä seuraavilta ei-toivotuilta sirontaominaisuuksilta. Edelleen keksinnön avulla voidaan välttää sellaisia epäpuhtauksia, jotka tekniikan tason prosesseissa pyrkivät kapseloitumaan jäännöshiukkasten sisäosiin.

5

Keksintöä ja sen eräitä edullisia suoritusmuotoja selostetaan seuraavassa tarkemmin, jolloin alan ammattimiehelle käyvät paremmin selville myös keksinnöllä saavutettavat tärkeimmät edut. Keksintöä selostetaan viittaamalla oheisiin kuviin, joissa

10

kuva 1 esittää periaatteellisena perspektiivikuvantona erästä keksinnön mukaista reaktoria,

15

kuva 2 esittää periaatteellisesti kuvan 1 mukaisen reaktorin poikkileikkausta, ja

kuva 3 esittää periaatteellisena sivukuvantona erästä toista keksinnön mukaista reaktoria.

20 Keksinnön mukaisesti seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittavat kaikki lähtöaineet, sekä perusaineet (esimerkiksi Si tai Ge) että seosteaineet (esimerkiksi Al ja harvinaiset maametallit) saatetaan aluksi höyrymäiseen olomuotoon eli kaasufaasiin mainittujen aineiden lämpötilaa sopivasti kohottamalla ja valitsemalla lähtöaineille kullekin
25 tätä varten sopiva kemiallinen koostumus. Lähtöaineiden lämmitys voidaan toteuttaa millä tahansa alan ammattimiehelle sinänsä ilmeisellä tavalla. Lasimateriaalin perusaineena voidaan käyttää esimerkiksi piitetrakloridia SiCl_4 ja seosteaineena alumiinia ja erbiunia, viimeksi mainittuja joko nitraatteina tai klorideina. Alumiinin ja erbiumin
30 lähteinä käytettäviä yhdisteitä voidaan esimerkiksi liuottaa sopiviin nesteisiin ja ko. liuoksia lämmittämällä höyrystää edelleen kaasufaasiin. Kaasufaasiin saatettujen lähtöaineiden kuljettamisessa voidaan käyttää apuna sopivia kantokaasuja.

35 Kaasumaiset ja pelkistyneessä olomuodoissa olevat perus- ja seosteaineet ohjataan seuraavaksi toisiinsa sekoitettuina tai edelleen toisistaan erillisinä kaasuvirtauksina B,D virtauskanavana toimivaan

reaktoriin R pitämällä samalla niiden lämpötila sellaisena, että perus- ja seosteaineet B,D säilyvät höyrymäisissä olomuodoissaan. Perus- ja seosteaineiden keskinäistä suhdetta voidaan säätää kaasuvirtausten B,D keskinäistä suhdetta esimerkiksi säätöventtiilien, kuten
5 massavirtasäätäjien avulla muuttamalla, tai muulla sopivalla tavoin.

Reaktorissa R perusaineiden kaasuvirtaus B ja seosteaineiden kaasuvirtaus D sekoitetaan (kuvassa 1 kohdassa M) keskenään yhdistäen ne lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi BD. Vaihtoehtoisesti
10 kaasuvirtausten B,D yhdistäminen ja sekoittaminen on voitu suorittaa jo ennen reaktoria R. Alan ammattimiehelle on selvää, että kaasuvirtauksia B,D,BD kuljettavien putkilinjojen ja vastaavien, sekä myös reaktorin R seinämien on edullista olla lämmitettyjä, jotta lähtöaineita ei merkittävässä määrin pääse kondensoitumaan niiden
15 seinämille.

Perus- ja seosteaineiden kaasuvirtausten B,D kuumentamiseen ja sekoittamiseen voidaan tavanomaisten lämmitettyjen putkilinjojen ja kuvan 1 mukaiseen uunimaiseen reaktoriin R sijoitettujen
20 sekoitussuuttimien tai vastaavien alan ammattimiehelle ilmeisten ratkaisujen sijaan käyttää myös esimerkiksi valokaaren avulla aikaansaattua plasmakaasua, johon kantokaasuna toimivaan plasmakaasuun perus- ja seosteaineiden kaasuvirtauksia sekoitetaan.

25 Keksinnön erään suoritusmuodon mukaisesti reaktorissa R pelkistyneessä muodossa olevat kuumat ja toisiinsa sekoittuneet kaasuvirtauksen BD kaasut/höyryt hapetetaan ja siten samalla kondensoidaan erittäin nopeasti lasimateriaalia muodostaviksi oksideiksi. Hapetus/kondensointi suoritetaan sellaisessa lämpötilassa,
30 jossa kaikille lähtöaineille muodostuu moninkertainen ylikylläisyystila. Tällöin kondensaatio tapahtuu salamannopeasti siten, että kaikki lähtö- ja seosteainekomponenttien ollessa ylikylläisyystilassa kondensoitumisen seurauksena muodostuu pisaroita ja välittömästi edelleen lasihiukkasia P, joiden keskinäinen sekä sisäinen koostumus on
35 homogeeninen. Hiukkasten P sisäisellä homogeenisella koostumuksella tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että eri ainesosat ovat tasaisesti jakautuneet hiukkasen koko tilavuuden suhteen ilman

kerroksittaisia tai muunlaisia paikallisesti epähomogeenisia rakenteita. Lähtöaineiden konsentraatioiden suhde hiukkasissa määräytyy olennaisesti sen mukaan, mikä eri lähtöaineiden konsentraatioiden suhde oli kaasufaasissa kaasuvirtauksessa BD ennen
5 kondensoitumista.

Alan ammattimiehelle on selvää, että koska kysymyksessä on lasimainen materiaali, jolla ei ole selkää sulamis- tai kiinteytymislämpötilaa, tulee termi "kondensoituminen" ymmärtää tässä
10 yhteydessä laajasti. Toisin sanoen kondensoitumisen seurauksena voidaan ymmärtää tilanteesta riippuen muodostuvaksi joko nestemäinen tai kiinteä lasihiukkanen.

Keksinnön edellä selostetun suoritusmuodon ymmärtämisen kannalta
15 on tärkeää havaita, että lähtöaineiden hapettuneiden muotojen kylläinen höyrynpaine tietyssä tarkasteltavassa lämpötilassa on merkittävästi alempi kuin vastaavilla pelkistyneillä muodoilla. Tästä johtuen kaasufaasissa olevien lähtöaineiden nopea kondensointi voidaan suorittaa sekoittamalla pelkistyneiden lähtöaineiden
20 kaasuvirtaukseen nopeasti hapettavia kaasuja.

Kuvassa 1 esitetyn keksinnön edullisen suoritusmuodon mukaisesti kondensointi/hapetus suoritetaan johtamalla reaktoriin R voimakkaat hapettavien kaasujen suihkut O, jotka on edullisesti sijoitettu poikittain
25 lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD nähden. Sopivimmin hapettavien kaasujen suihkuja O on edelleen sijoitettu reaktorin kahdelle vastakkaiselle seinämälle kuvan 2 mukaisesti siten, että vastakkaiset ja reaktorin poikkisuunnassa vierekkäiset kaasusuihkut O ovat sijoittuneet toisiinsa nähden limittäin. Tämä tehostaa hapettavien kaasujen
30 suihkuja O lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD synnyttämää turbulenssia, joka sekoittaa hapettavat kaasut O ja lähtöainekaasut BD tehokkaasti keskenään. Hapettavien kaasujen suihkuja O voi olla järjestetty myös useammalle reaktorin R seinämälle, tai ne voivat olla suunnattu suhteessa lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD myös muulla
35 voimakasta turbulenssia ja sekoittumista edistävällä tavoin.

Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi happea tai hiilidioksidia. Hapettavat kaasut O voivat reaktoriin tullessaan olla samassa lämpötilassa pelkistyneessä muodossa olevien lähtöainekaasujen kanssa, toisin sanoen kuumia. Tällöin kondensaatio
5 aiheutuu pääasiallisesti lähtöaineiden oksideiksi hapettuessaan kokemasta höyrynpaineen muutoksesta. Edullisesti hapettavat kaasut ovat kuitenkin "kylmiä", mikä tehostaa ja nopeuttaa kondensaatiota.

Reaktoriin R on järjestetty olosuhteet, joissa lähtöaineiden BD
10 oksidoituminen voi tapahtua reaktiolämpötiloissa, jotka ovat tyypillisesti luokkaa 1000 - 2000 °C. Näissä lämpötiloissa kemiallisten reaktioiden kulun määrää kaasujen sekoittumisnopeus. Käytännössä lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD kohdatessa reaktorissa R hapettavien kaasujen suihkut O oksidoituminen tapahtuu näiden kaasuvirtausten välisille
15 rajapinnoille muodostuvissa sekoittumisvyöhykkeissä (reaktiovyöhykkeissä), joiden "paksuus" on tyypillisesti muutaman millimetrin luokkaa. Reaktoria R voidaan käyttää normaalipaineessa, mutta reaktioiden tehostamiseksi reaktorin painetta, lähtökaasujen ja hapettavien kaasujen virtausnopeutta sekä reaktorin lämpötilaa
20 voidaan säätää prosessin optimoimiseksi.

Keksinnön eräässä ja kuvassa 3 periaatteellisesti esitetyssä suoritusmuodossa kondensaatio aiheutetaan lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD adiabaattisen laajentamisen avulla. Toisin sanoen
25 lähtöaineiden kaasuvirtaus BD ohjataan esimerkiksi sinänsä hyvin tunnetun ns. Lavallin suuttimen LR läpi. Virtauskanavana ja reaktorina toimivassa Lavallin suuttimessa LR kaasuvirtaus BD voidaan kiihdyttää yliaänennopeudelle. Pelkistettyjen lähtöaineiden hapettamisessa tarvittavat hapettavat kaasut O voidaan ohjata lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD esimerkiksi suuttimen LR kapeimmassa osassa, jolloin kaasujen laajenemisesta aiheutuva turbulenssi tehostaa kaasujen sekoittumista. On huomattava, että kuvassa 3 havainnollistarkoituksessa esitetyn Lavallin suuttimen LR muoto ei välttämättä vastaa todellisuudessa käytettävän suuttimen tarkkaa
30 muotoa.
35

Käytettäessä adiabaattista laajentamista saavutetaan lisäetuna hiukkasille P suuri nopeus, jota voidaan käyttää hyväksi tehostamaan hiukkasten keräystä substraatille impaktiomekanismeja hyödyntäen.

- 5 Sopivalla hapettavien kaasujen valinnalla voidaan estää epäpuhtauksien kondensoitumista ja päätymistä hiukkasiin. Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi hiilimonoksidin, hiilidioksidin ja veden erilaisia seoksia.
- 10 Reaktorin R, LR rakenne voi olla uunimainen siten, että reaktorin seinämät ovat lämmitettyjä. Reaktorin materiaalina käytetään edullisesti korkeita lämpötiloja kestäviä materiaaleja, kuten esimerkiksi kvartsia. Reaktorin seinämät voivat osittain tai kokonaan myös huokoisia, jolloin esimerkiksi erilaisia suojakaasuja voidaan ohjata
- 15 seinämien läpi reaktoriin sisään. Reaktorin R, LR muodostaman virtauskanavan poikkileikkauksen muoto voi olla suorakaide, ympyrä tai myös joku muu tarkoitukseen sopiva muoto.
- Perusaineina B seostettuja lasimateriaaleja muodostettaessa voidaan
- 20 käyttää myös kloorivapaita lähtöaineita kuten TEOS (engl. tetraethylortosilicate) tai GEOS (engl. tetraethoxygermanium) sopivassa muodossa. Seosteaineina D voidaan aikaisemmin mainittujen lisäksi käyttää myös muita harvinaisia maametalleja ja lantanideja, kuten esimerkiksi neodyymia, sekä edelleen myös fosforia,
- 25 booria ja/tai fluoria.
- Keksinnön mukaista menetelmää käyttäen muodostetut lasihiukkaset voidaan kerätä tekniikan tason mukaisesti sopivalle substraatille, esimerkiksi pyörivän tuurnan ympärille tai tasomaiselle substraatille,
- 30 jonka pinnalle näin muodostuva huokoinen lasikerros voidaan myöhemmissä prosessivaiheissa sintrata tiiviiksi lasikerrokseksi. Lasihiukkaset voidaan kuitenkin kerätä myös muulla tavoin, esimerkiksi pölymäisenä jauheena, jota voidaan käyttää myöhemmin halutulla tavalla lasikomponenttien valmistuksessa.
- 35 Alan ammattimiehelle on luonnollisesti selvää, että edellä keksinnön eri suoritusmuotojen yhteydessä esitettyjä toimintatapoja eri tavoin

yhdistelemällä voidaan aikaansaada erilaisia keksinnön suoritusmuotoja, jotka ovat keksinnön hengen mukaisia. Tämän vuoksi edellä esitettyjä esimerkkejä ei tule tulkita keksintöä rajoittavasti, vaan keksinnön suoritusmuodot voivat vapaasti vaihdella jäljempänä

5 patenttivaatimuksissa esitettyjen keksinnöllisten piirteiden puitteissa.

Piirustuksissa on esitetty vain keksinnön periaatteen ymmärtämisen kannalta keskeiset osat ja komponentit, ja on selvää että esimerkiksi reaktorin R,LR lämpötilan ja paineolosuhteiden sekä kaasuvirtausten

10 säätämiseksi tarvitaan tiettyjä alan ammattimiehelle ilmeisiä komponentteja, joita kuvissa ei ole esitetty.

Patenttivaatimukset :

1. Menetelmä seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa
5 menetelmässä lasimateriaalia muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seosteaineet (D) saatetaan höyrymäiseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasufaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi, **tunnettu** siitä, että sekoitetaan mainitut
10 höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siten, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kaikki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikylläisyystilan muodostaen lasihiukkasia (P) siten, että kemiallisia
15 faasitasapainoja ei ehditä saavuttaa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lähtöaineiden (B,D) nopea kondensoituminen lasihiukkasiksi (P) aikaansaadaan lähtöaineiden (B,D) nopealla hapettamisella.
20
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että mainittu lähtöaineiden (B,D) nopea hapetus ja kondensointi aikaansaadaan ohjaamalla lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) yksi tai useampia hapettavien kaasujen suihkuja (O), sopivimmin hapesta
25 ja/tai hiilidioksidista muodostettuja suihkuja.
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että mainittu yksi tai useampi hapettavien kaasujen suihku (O) ohjataan lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) voimakasta turbulenssia ja sekoittumista aiheuttavalla tavalla.
30
5. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lasihiukkasten (P) muodostumista tehostetaan ohjaamalla mainittu yksi tai useampi hapettavien kaasujen suihku (O) lähtöaineiden
35 kaasuvirtaukseen (BD) mainittua kaasuvirtausta kylmempänä.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lähtöaineiden (B,D) nopea kondensoituminen lasihiukkasiksi (P) aikaansaadaan ja/tai sitä tehostetaan laajentamalla lähtöaineiden kaasuvirtausta (BD) adiabaattisesti.

5

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lähtöaineiden kaasuvirtaus (BD) ohjataan Lavallin suuttimen (LR) tai vastaavan lävitse.

10

8. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lasimateriaalin perusaineena (B) käytetään piin tai germaniumin epäorgaanista tai orgaanista yhdistettä kuten piitetetrakloridia, germaniumtetrakloridia, TEOS:ia (engl. tetraethylortosilicate) tai GEOS:ia (engl. tetraethoxygermanium).

15

9. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että lasimateriaalin seosteaineena (D) käytetään erbiomia, neodymia, muuta harvinaista maametallia, alumiinia, fosforia, booria ja/tai fluoria.

20

Patentkrav:

1. Förfarande för tillverkning av ett dopat glasmaterial för att användas särskilt i ljusförstärkande optiska vågledare, i vilket förfarande väsentligen alla glasmaterialet bildande utgångsämnen, både glasmaterialets basämnen (B) och dopande ämnen (D) bringas i ett ångformigt reducerat tillstånd till en gasfas och därefter att reagera med varandra för att bilda glaspartiklar (P), **kännetecknat** av, att sagda i ett ångformigt och reducerat tillstånd befintliga utgångsämnen (B, D) dopas tillsammans som en gasströmning (BD) av utgångsämnen, vilken gasströmning (BD) vidare kompenseras snabbt så, att väsentligen alla beståndsdelar av utgångsämnen (B, D) når väsentligen samtidigt ett övermättningsstillstånd och således bildar i samma sammanhang glaspartiklar (P) så, att kemiska fasbalanser inte hinner uppnås.
2. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** av, att den snabba kondenseringen av utgångsämnen (B, D) till glaspartiklar (P) åstadkoms med snabb oxidation av utgångsämnen (B, D).
3. Förfarande enligt patentkrav 2, **kännetecknat** av, att sagda snabba oxidation och kondensering av utgångsämnen (B, D) åstadkoms genom att dopa i gasströmningen (BD) av utgångsämnen en eller flera strålar (O) av oxiderande gaser, företrädesvis strålar av oxygen och/eller koldioxid.
4. Förfarande enligt patentkrav 3, **kännetecknat** av, att sagda en eller flera strålar (O) av oxiderande gaser dopas i gasströmningen (BD) av utgångsämnen på ett sätt som alstrar stark turbulens och blandning.
5. Förfarande enligt patentkrav 3, **kännetecknat** av, att bildningen av glaspartiklar (P) effektiveras genom att införa sagda en eller flera strålar (O) av oxiderande gaser i gasströmningen (BD) av utgångsämnen kallare än sagda gasströmning.
6. Förfarande enligt patentkrav 1, **kännetecknat** av, att den snabba kondenseringen av utgångsämnen (B, D) till glaspartiklar (P) åstad-

koms och/eller effektiveras genom att utvidga gasströmningen (BD) av utgångsämnenadiabatiskt.

5 7. Förfarande enligt patentkrav 6, **kännetecknat** av, att gasströmningen (BD) av utgångsämnenadias genom ett Lavall-munstycke (LR) eller dylikt.

10 8. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** av att som basämnet (B) för glasmaterialet används en oorganisk eller organisk förening av kisel eller germanium, såsom kiseltetraklorid, germaniumtetraklorid, TEOS (eng. Tetraethylortosilicate) eller GEOS (eng. tetraethoxygermanium).

15 9. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, **kännetecknat** av, att som det dopande ämnet (D) för glasmaterialet används erbium, neodym, någon annan sällsynt jordmetall, alumin, fosfor, bor och/eller fluor.

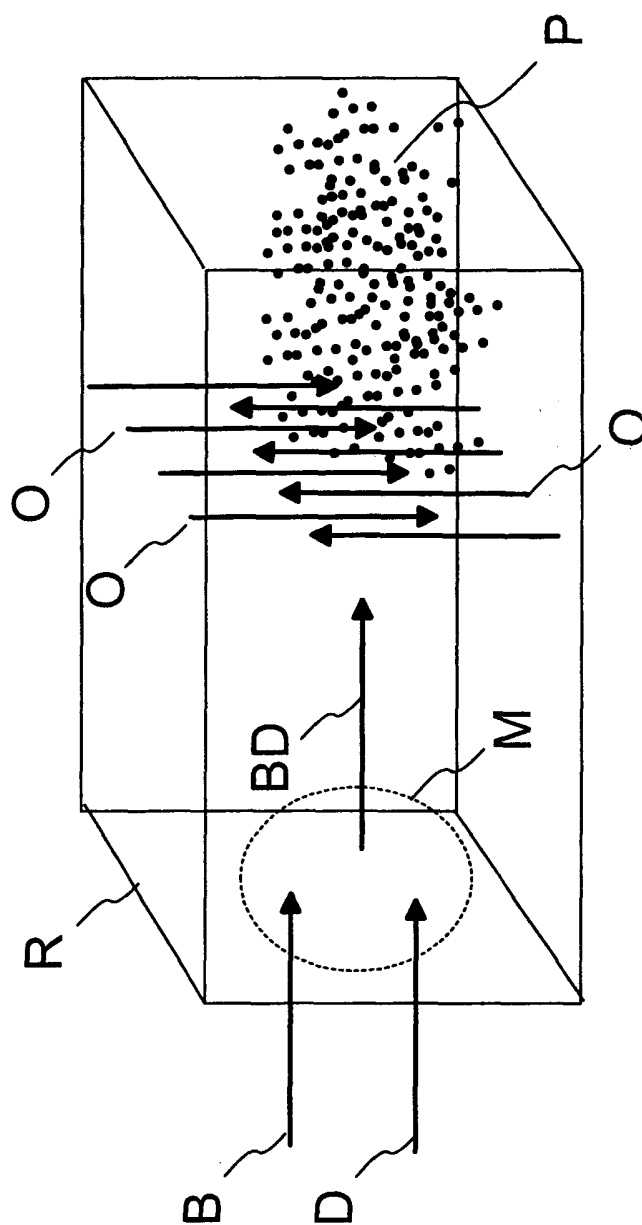


Fig. 1

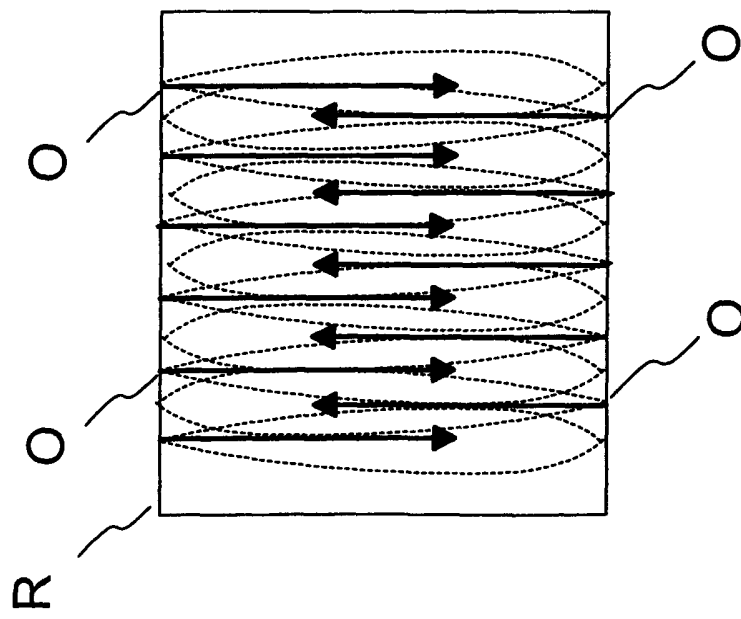


Fig. 2

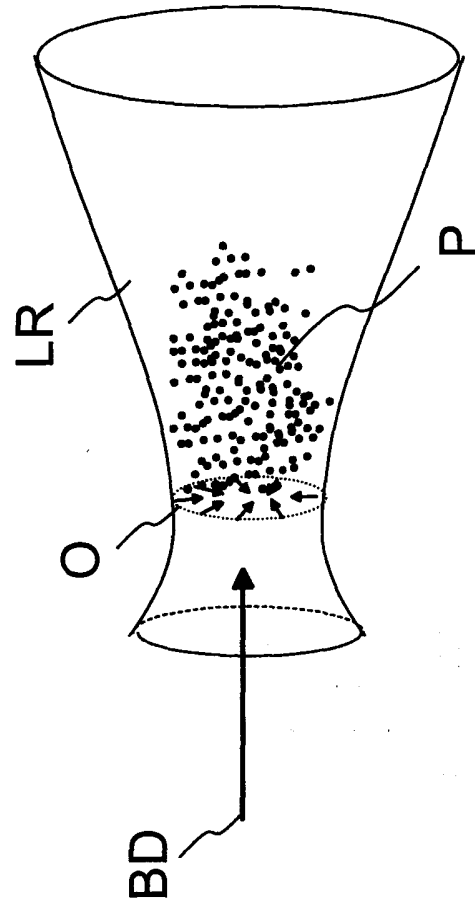


Fig. 3