

VAD 法制备大尺寸芯棒的研究

王兵钦,王 樯,何 炳,蒋锡华,尹中南,梁 伟,崔德运

(江苏通鼎光棒有限公司,江苏 苏州 215200)

摘要:为了提高芯棒尺寸并同时保持理想的沉积效率和合格的光学参数,采用气相轴向沉积法对影响芯棒尺寸的主要因素进行研究,优化沉积喷灯数量、包灯 SiCl_4 流量和 soot 体提升速率。实验结果表明:三喷灯沉积工艺中,增加第一、第二包灯 SiCl_4 原料流量至 4.0 slm、5.0 slm 且降低提升速率至 85 mm/h 时,沉积速率显著提高至 15.8 g/min,soot 体密度增大至 0.319 g/cm³,芯棒尺寸增大至 99.1 mm,同时兼顾沉积效率至 52.2%,并保持良好的 G.652D 单模光纤折射率剖面。

关键词:气相轴向沉积法;大尺寸芯棒;喷灯数量; SiCl_4 流量;提升速率;沉积效率

中图分类号:TN253 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-5561(2020)10-0047-06

DOI:10.13921/j.cnki.issn1002-5561.2020.10.012

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Research on VAD method of fabricating large size core rod

WANG Bingqin, WANG Qiang, HE Bing, JIANG Xihua, YIN Zhongnan, LIANG Wei, CUI Deyun

(Jiangsu Tongding Optical Fiber Preform Co. Ltd, Suzhou Jiangsu 215200, China)

Abstract: In order to increase core rod size and maintain the ideal deposition efficiency and qualified optical parameters, this paper studies the main factors affecting the core rod size by vapor phase axial deposition method. The number of deposition blowtorch, the flow rate of SiCl_4 and the lifting rate of soot body are optimized. In the deposition process of three blowtorches, when the flow rate of SiCl_4 in the first and second clad blowtorch is increased to 4.0 slm and 5.0 slm, and the lifting rate is reduced to 85 mm/h, the experimental results show that the deposition rate increases to 15.8 g/min, the bulk density of soot body increases to 0.319 g/cm³, the core rod size increases to 99.1 mm, and the deposition efficiency reaches 52.2%, and the refractive index profile of G.652D single-mode fiber is maintained.

Key words: vapor phase axial deposition method; large size core rod; number of deposition blowtorch; SiCl_4 flow rate; lifting rate; deposition efficiency

0 引言

万物互联时代的“基站致密化+前传光纤网络”模式,将推动光纤光缆市场需求迅猛增长。据预测,在不考虑光纤复用的情况下,未来 5G 光纤光缆需求将达到 4G 需求的 16 倍^[1]。光纤预制棒的生产多采用“两步法”复合工艺,先利用传统的制棒工艺制备出合格的芯棒,然后在芯棒表面利用沉积效率相对较高、能

实现大尺寸、控制相对简单和生产成本低的管外气相沉积(OVD)法工艺来制备光纤预制棒外包层,或者直接通过芯棒外接套管工艺制备光纤预制棒^[2-3]。芯棒制备工序决定了光纤预制棒的性能参数,如模场直径、截止波长和色散波长等,提高芯棒尺寸的同时且保持理想的光学性能已经成为制约国内外预制棒企业规模化制棒的瓶颈。

与改进了化学气相沉积(MCVD)法、等离子体化学气相沉积(PCVD)法相比,气相轴向沉积(VAD)法具有高沉积速率的优点,同时也是制备低水峰光纤预制棒的最佳选择。本文研究 VAD 法制备大尺寸芯棒的工艺,以降低生产成本。

1 VAD 法工艺

1.1 工艺原理

氢氧焰与原料 SiCl_4 和 GeCl_4 发生高温水解反应,

收稿日期:2020-04-17。

基金项目:江苏省苏州市科技发展计划(重点产业技术创新)项目(SGC201950)资助。

作者简介:王兵钦(1989—),男,硕士,工程师,毕业于苏州大学,现任江苏通鼎光棒有限公司技术质量工程师,主要从事光纤预制棒芯棒的开发与生产工作,多次主导光纤预制棒制造工艺的技术升级和新产品研发项目,在预制棒气相沉积法方面有丰富经验。



王兵钦,王楠,何炳,等:VAD 法制备大尺寸芯棒的研究

生成 SiO_2 和 GeO_2 松散颗粒,通过“热泳效应”沉积附着在沿轴向旋转提升的石英玻璃靶棒底部,并沿靶棒向上轴向生长,最终制备出由 500~2000 Å 的 SiO_2 微粒结合成的网状结构多孔疏松体(soot 体)。借助设备顶部提升装置和底部比例积分微分(PID)控制系统严格控制 soot 体的提升速率,沉积过程中需要严格控制原料流量、火焰温度、喷灯位置、沉积端面的表面温度和抽风压力^[4-5],在上述工艺条件得到稳定控制下,soot 体再经过 1500℃高温玻璃化即可制备透明的芯棒。VAD 沉积本体设备示意图如图 1 所示。

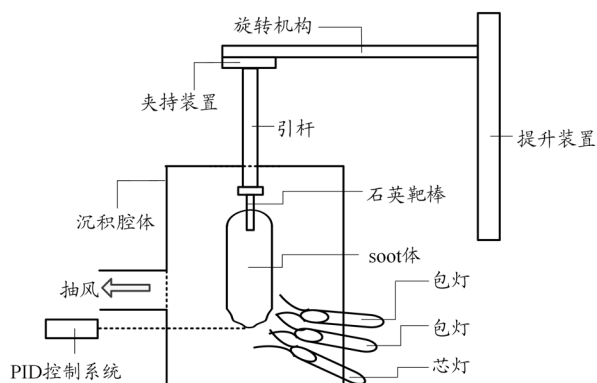


图 1 VAD 沉积本体设备示意图

1.2 大尺寸芯棒制备特点与难点

VAD 法工艺制备大尺寸芯棒的经济成本主要由沉积速率和沉积效率决定。实际生产过程中,喷灯结构、喷灯数量、工艺配方中 SiCl_4 流量和 soot 体提升速率等主要因素同时会影响芯棒尺寸和光学性能。通过增加 VAD 沉积喷灯数量可以显著提高沉积速率,并增加硅料的利用率。行业内 VAD 法制备芯棒工艺中沉积速率为 10~20 g/min,沉积效率为 40%~60%,soot 体外径为 120~200 mm^[6]。其中,沉积速率是指单位时间获得的有效沉积 SiO_2 的量(g/min),沉积效率是指 SiCl_4 与氢氧高温水解反应生产并有效沉积在靶棒的 SiO_2 的量与理论生成 SiO_2 的量之比^[7]。沉积过程涉及到多种气体之间的化学反应、质量传递、湍流流动和多种热传递现象等过程,热泳速度与反应微粒的浓度乘积决定了沉积速率^[8-9]。

保持合适的沉积密度是沉积大尺寸芯棒工艺技术难点之一,密度过小会造成 soot 体包层尺寸过大而不能烧结,尤其针对多盏喷灯制备芯棒包层时,喷灯多重火焰稳定性控制不良和火焰间的相互影响会造成 soot 体因密度分布不均匀、应力过大而变形和开裂;相反,密度过大会导致产出率下降,不利于企业规

模化生产,正常 VAD 法制备 soot 体的密度控制在 0.20~0.50 g/cm^{3[6]}。

2 实验过程

实验中为了避免其它因素对实验结果产生影响,一方面保持喷灯位置、引杆旋转速度、载流气体 Ar 流量、包层掺杂用四氟化碳流量和腔体抽风压力固定不变;另一方面控制并固定氢/氧流量比例,保持沉积高温区温度超过 1250℃^[8]。

2.1 沉积喷灯数量的增加

与传统两喷灯相比,实验选用一盏同结构石英芯灯制备疏松体芯层和两盏同结构包灯(三喷灯)同时制备 soot 体包层。包灯增加后,第一盏包灯用于衔接光纤芯层和光纤包层,保证密度的完美过渡;第二盏包灯用于形成光纤包层,实验中芯灯的工艺配方未发生改变,喷灯组与 soot 体轴线设置成一定的角度,同时匹配各喷灯合适的氢气、氧气和原料流量。

2.2 提升速率的降低

文献[4]介绍 VAD 法制备合格光纤性能的预制棒芯棒时极限提升速率为 120 mm/h,本实验制备 soot 体的提升速率分别设定为 85 m/h、95 m/h 和 105 m/h。

2.3 包灯 SiCl_4 流量的优化

三喷灯沉积过程中,芯灯和第一、第二包灯 SiCl_4 流量设定如表 1 所示。

表 1 三喷灯沉积芯灯、包灯 SiCl_4 流量实验设定值

2.4 尺寸测量和光学参数测试

三喷灯沉积工艺实体图和沉积 soot 体、烧结芯棒外观图分别如图 2、图 3 所示。三喷灯沉积制备的 soot 体第一包层外径标记为 D_1 ,第二包层外径标记为 D_2 ,soot 体经烧结后制备的芯棒外径标记为 D_3 , D_1 和 D_2 大小分别借助日本 Mitutoyo 激光测径设备轴向均匀取点 1 处和 10 处 soot 体外径,计算所得平均值;

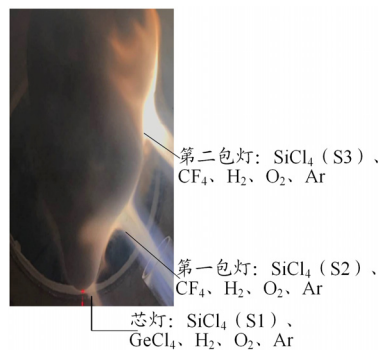


图 2 三喷灯沉积工艺实体图

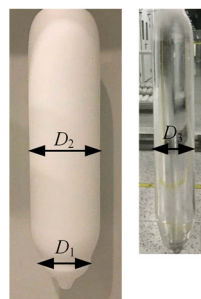


图 3 三喷灯沉积 soot 体、烧结芯棒外观图

D_3 大小借助 PK2600 设备轴向均匀取点扫描 15 处芯棒外径,计算所得平均值。芯棒折射率剖面结构借助 PK2600 设备测试。

3 实验结果与讨论

3.1 喷灯数量对芯棒尺寸影响

两喷灯、三喷灯工艺制备芯棒参数对比情况如表 2 所示。可以看出,当三喷灯结构和两喷灯结构的 soot 体提升速率均为 95 mm/h,两喷灯的包灯 SiCl_4 流量为 6.0 slm 时,三喷灯工艺中 soot 体外径虽然下降了 4.7%,但由于 soot 体密度提高了 54.8%且沉积速率提高了 46.8%,芯棒尺寸最终增大了 5.0%,同时沉积效率也基本持平 50%~60%。因此,增加喷灯数量可以显著提高沉积速率和 soot 体密度,增大芯棒尺寸。

3.2 SiCl_4 流量对芯棒尺寸的影响

三喷灯沉积工艺中,为了提高沉积速率,采取的措施是增加反应物流量和浓度^[10]。当固定提升速率为 105 mm/h、S3 流量为 4.0 slm 时,S2 流量从 3.5 slm 增

加至 4.0 slm 后的沉积速率从 13.1 g/min 提高至 13.8 g/min,沉积速率分布图如图 4 所示。

soot 体第一包层外径 D_1 、第二包层外径 D_2 和芯棒包层外径 D_3 分布分别如图 5~图 7 所示。可以看出,当固定提升速率为 105 mm/h、S3 流量为 4.0 slm、S2 流量为 4.0 slm 时的 D_1 、 D_2 和 D_3 相比 S2 流量为 3.5 slm 时分别增大 4.8%、5.7%和 6.4%。当固定提升速率为 105 mm/h、S2 流量为 3.5 slm 时,S3 流量从 4.0 slm 增加至 4.5 slm、5.0 slm 后的沉积速率从 13.1 g/min 提高至 13.7 g/min、14.8 g/min,由图 5~图 7 可见, D_1 分别增大了 0.7%、0.2%, D_2 增大 4.2%, D_3 分别增大 8.6%、13.3%。因此,当固定 soot 体提升速率时,增加 SiCl_4 原料气体流量可以显著增大芯棒尺寸。

3.3 提升速率对芯棒尺寸的影响

沉积火焰中最初形成的亚微米 SiO_2 球形微粒在热泳效应下互相碰撞并聚集,微粒从最初的 0.01 μm 生长至 0.5 μm ^[10]。为了提高沉积速率,增加反应物流量和浓度,可以通过优化 soot 体提升速率,延长 SiO_2 微粒在火焰中停留时间,促进 soot 体的生长。当固定 S2、S3 流量分别为 3.5 slm、4.0 slm,提升速率从 105 mm/h 降低至 95 mm/h、85 mm/h 时,沉积速率从 13.1 g/min 提高至 13.8~13.9 g/min, D_1 增大 13.2%, D_2 增大 11.9%, D_3 增大 8.2%~22.1%。当固定 S2、S3 流量分别为 4.0 slm、4.0 slm 时,提升速率从 105 mm/h 降低至 95 mm/h、85 mm/h 后的沉积速率从 13.8 g/min 提高至 14.1 g/min, D_1 增大 7.4%~12.8%, D_2 增大 3.0%~8.3%, D_3 增大 2.8%~15.8%。当固定 S2、S3 流量分别为 4.0 slm、4.5 slm 时,

表 2 两喷灯、三喷灯工艺制备芯棒参数对比

喷灯	序列	提升速率 $/(mm \cdot h^{-1})$	SiCl_4 流量 /slm	soot 体 外径/mm	芯棒 外径/mm	soot 体 密度 $/(g \cdot cm^{-3})$	沉积 速率 $/(g \cdot min^{-1})$	沉积 效率/%
两喷灯 结构	1	85	S2:5.0	184.1	78.4	0.214	8.4	52.1
	2	95	S2:5.0	179.3	76.3	0.208	9.0	61.4
	3	95	S2:6.0	192.5	80.4	0.210	9.4	56.1
	4	105	S2:5.0	166.4	70.4	0.221	10.0	56.1
三喷灯 结构	5	95	S2:3.5	183.4	84.4	0.325	13.8	55.3
			S3:4.0					

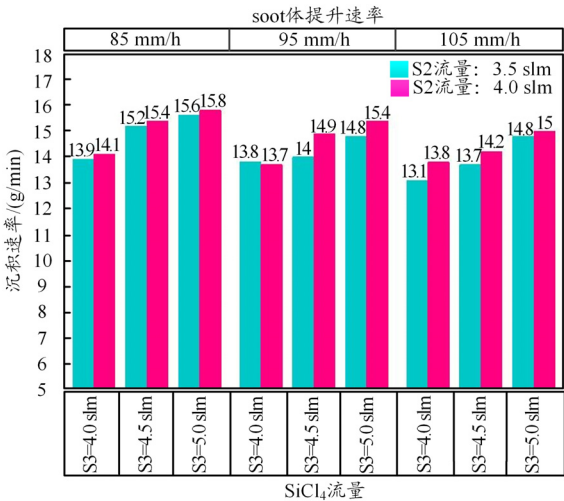


图 4 沉积速率分布图

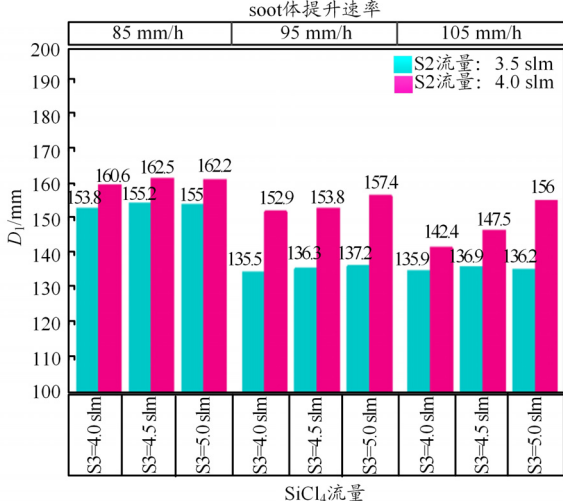


图 5 soot 体第一包层外径分布图

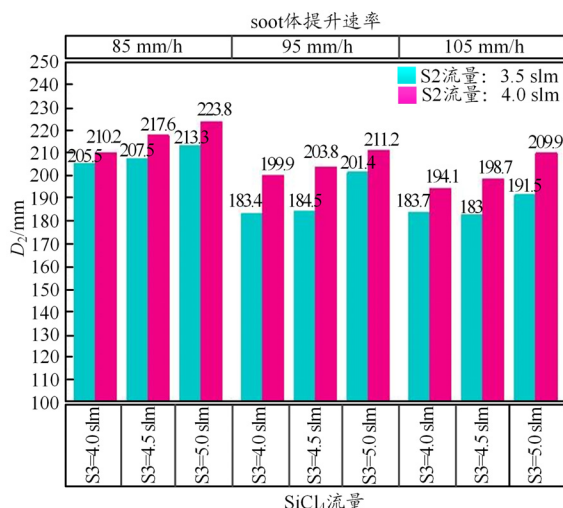


图6 soot体第二包层外径分布图

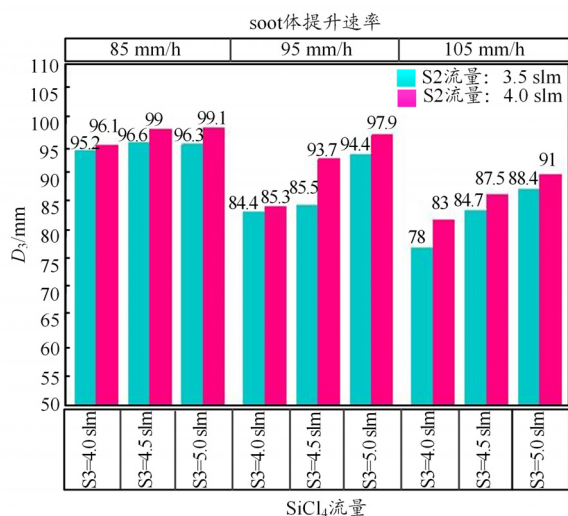


图7 芯棒包层外径分布图

提升速率从 105 mm/h 降低至 95 mm/h、85 mm/h 后的沉积速率从 14.2 g/min 提高至 14.9~15.4 g/min, D_1 分别增大 4.3%~10.2%, D_2 增大 2.6%~9.5%, D_3 增大 7.1%~13.1%。当固定 S2、S3 流量分别为 4.0 slm、5.0 slm 时, 提升速率从 105 mm/h 降低至 95 mm/h、85 mm/h 后的沉积速率从 15.0 g/min 提高至 15.4~15.8 g/min, D_1 增大 0.9%~4.0%, D_2 增大 0.6%~6.6%, D_3 增大 7.6%~8.9%。由此可见, 第一包灯所处的位置位于粉体较细的位置, 排风系统影响比较明显。第二包灯所处的位置位于粉体较粗的位置, 排风系统影响相对弱一点, 且喷灯所处的角度可以确保铺散在 soot 体表面的面积远超过第一包灯^[11]。因此, 在合理控制 soot 体密度前提下, 与增大第一包灯 SiCl_4 流量相比, 增大第二包灯 SiCl_4 流量对提高沉积速率后制备大尺寸芯棒的效果

更显著。但是, 当第二包灯 SiCl_4 流量设定过大时会导致 SiCl_4 原料实际总投用量饱和, 造成喷灯的气流速度增大, 火焰外围中的水蒸气向中心 SiCl_4 原料扩散时间不足, 不能与 SiCl_4 接触, 也就不能持续发生火焰水解反应, 导致沉积速率增长缓慢。

火焰温度和喷灯到 soot 体表面的距离是决定沉积密度的主要因素, 三喷灯沉积包灯数量由 1 盏增加至 2 盏, 整个沉积体系内部的温度场和压力场都会发生很大变化, soot 体密度分布图如图 8 所示。可以看出, 三喷灯沉积工艺中, 当提升速率为 85~105 mm/h, S2、S3 流量分别为 3.5~4.0 slm、4.0~5.0 slm 时, soot 体密度平均值约为 0.319~0.334 g/cm³, 且标准偏差为 0.016~0.030 g/cm³。对比两喷灯工艺, soot 体密度增大 45%~59%。包灯数量增加导致匹配层的增加, 匹配层之间与其它区域会形成密度差, 密度差太大会导致 soot 体沉积过程中发生开裂的现象, 芯棒尺寸优化过程中同步提高 soot 体密度后可以解决这一问题。

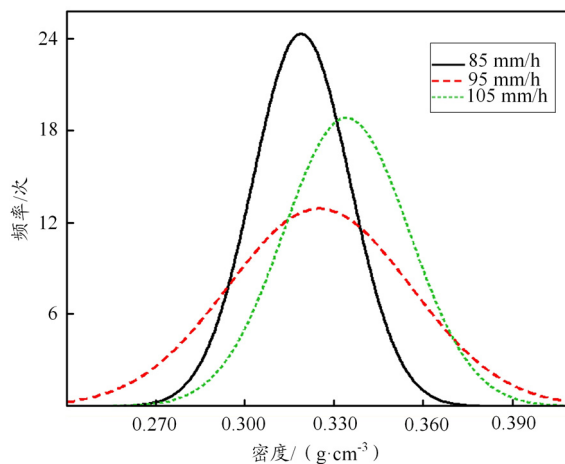


图8 soot体密度分布图

因此, 本实验采用的“三喷灯”沉积工艺, 通过增加 SiCl_4 原料气体流量提高沉积速率或者降低 soot 体提升速率, 从而增大 soot 体和芯棒几何尺寸。当第一、第二包灯 SiCl_4 流量和提升速率分别设定 4.0 slm、5.0 slm 和 85 mm/h 时, 沉积速率最高至 15.8 g/min, soot 体第一、第二包层和芯棒包层最大分别达到 162.2 mm、223.8 mm 和 99.1 mm。本实验沉积速率和芯棒尺寸变化趋势与文献[10,12]介绍的内容一致。

3.4 芯棒尺寸优化对沉积效率的影响

芯棒尺寸优化过程中, 作为影响企业生产成本之一的沉积效率同样需要进行评估, 沉积效率分布图如图 9 所示。当 S2、S3 流量固定为 3.5 slm、4.0 slm, soot 体提升速率从 105 mm/h 降低至 95 mm/h、85 mm/h 时, 沉积

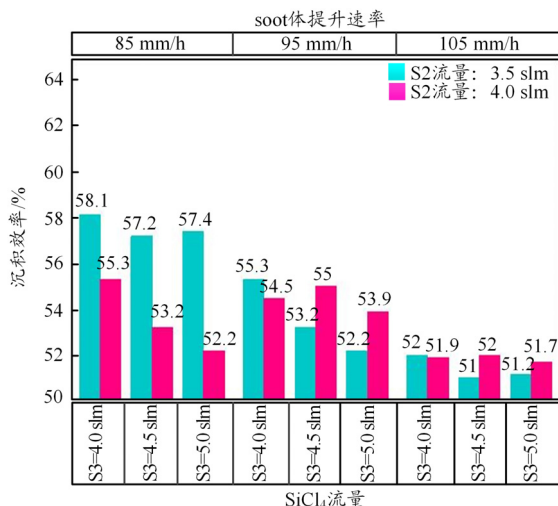


图9 沉积效率分布图

效率从 52.0% 提高至 55.3%、58.1%; 当 S2 流量增大至 4.0 slm, 且 S3 流量固定为 4.0 slm 时, 沉积效率从 51.9% 提高至 54.5%、55.3%。由此可见, 降低 soot 体提升速率有助于反应热以及 SiCl₄ 原料气体径向扩散, 保障 SiO₂ 微粒充分生长且促进浓度提高, 沉积效率有显著增大趋势。

当 S2、S3 流量固定为 4.0 slm、5.0 slm, soot 体提升速率设定 105~85 mm/h 时, 沉积效率为 51.7%~53.9%, 低于 S2、S3 流量固定为 3.5 slm、4.0 slm 时的沉积效率 52.0%~58.1%。尤其当提升速率为 105 mm/h 时, 沉积效率仅为 51.7%, 包灯 SiCl₄ 原料气体流量增加过程中出现沉积效率相反与沉积速率变化的现象, 此变化趋势与文献[10]一致。因此, 同步增大 2 盏包灯流量会导致 SiCl₄ 原料气体流量过大, 火焰内部的最大温度降低^[13], 很多原材料来不及反应, 而且 SiO₂ 微粒的生长过程受阻, 导致生产的 SiO₂ 颗粒粒径较小, 浓度反而下降, 沉积效率降低。

因此, 芯棒尺寸优化过程中, 提高沉积速率同时兼顾沉积效率还需要根据具体包层原料流量决定, 结合 SiCl₄ 原料流量和提升速率进行优化, 找出最佳沉积速率和沉积效率, 本实验设定第一、第二包灯 SiCl₄ 流量分别为 4.0 slm、5.0 slm 且提升速率为 85 mm/h、沉积速率 15.8 g/min 时, 可以兼顾沉积效率 52.2%。

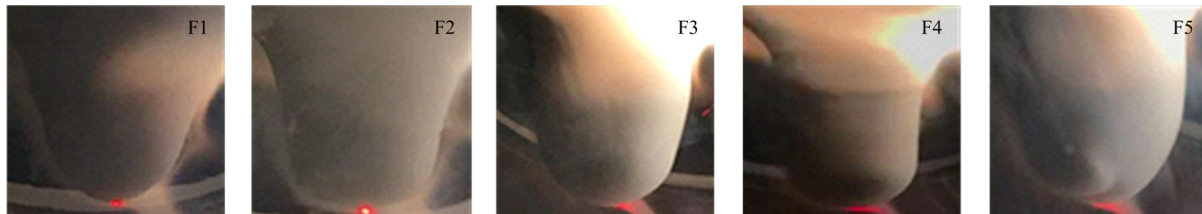


图10 soot 体芯层形状

3.5 芯棒尺寸优化对折射率剖面的影响

芯棒光学参数的控制效果直接关系到光纤性能特性, 如芯棒制备工艺中 soot 体提升速率的优化可以改善光纤的传输性能^[4]。为表征大尺寸芯棒制备工艺对光纤光学性能的影响, 本实验基于三喷灯平台, 固定第一、第二包灯 SiCl₄ 流量至 4.0 slm、5.0 slm, 重点研究提升速率 85~130 mm/h 对芯棒折射率剖面结构的影响, 不同提升速率下 soot 体芯层形状、芯棒内应力分布和芯棒折射率剖面结构的变化情况如表 3 和图 10 和图 11 所示。

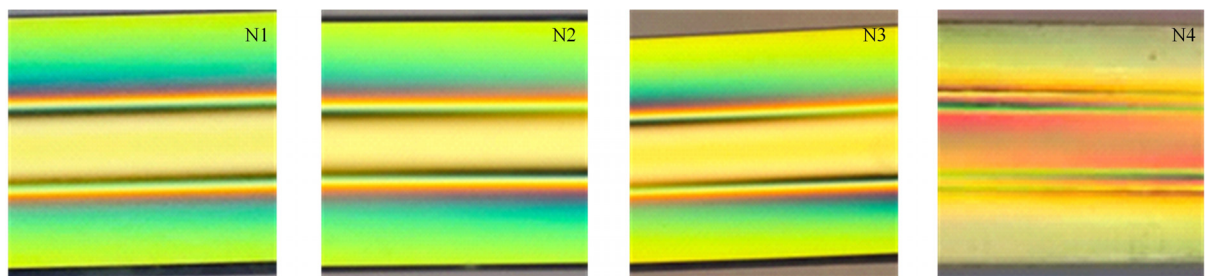
表3 不同提升速率下, soot 体芯层形状、芯棒内应力分布和折射率剖面情况

提升速率 (mm·h ⁻¹)	soot 体 芯层形状	芯棒内应力 分布	折射率 剖面
85	F1	N1	P1
95	F2	N2	P2
105	F3	N3	P3
120	F4	N4	P4
130	F5	N5	P5

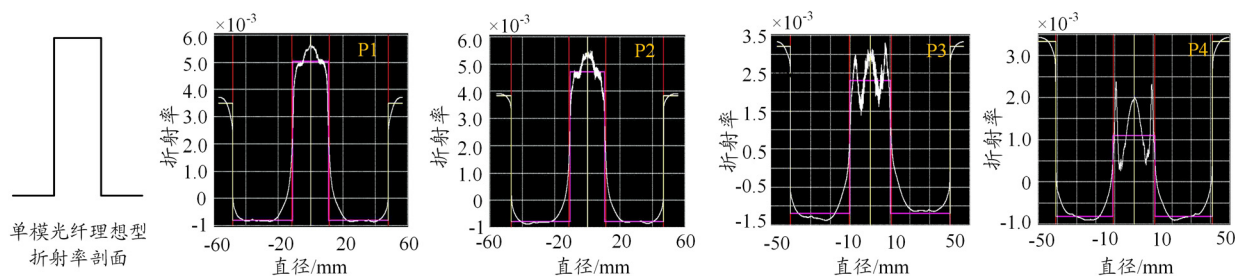
结合表 1 和图 10 可知, 当提升速率为 85 mm/h、95 mm/h 和 105 mm/h 时, 沉积 soot 芯层外观正常; 当提升速率提高到 120 mm/h 时, 沉积 soot 芯层形状出现恶化, 底部径向生长速度高于轴向生长速度, 导致芯层底部径向尺寸超过芯包火焰交界面的芯层径向尺寸; 当提升速率高至 130 mm/h 时, 由于提升速率太快, 芯层掺杂用气体原料在高温区停留时间太短, SiO₂ 和 GeO₂ 未能反应完全, 导致芯层变形, 沉积后期芯层密度分布不均匀, 芯层发生开裂的现象, 无法烧结制备芯棒和芯棒折射率剖面测试。

结合图 11(a) 芯棒内部应力分布图发现: 当提升速率提高到 120 mm/h 时, 芯棒内应力出现不均匀的现象, 这与 soot 芯层外观的变化是一致的。

对比 soot 体形状芯层 F1~F3 和芯棒内应力分布层 N1~N3, 当提升速率为 120 mm/h 时, F4 和 N4 同步出现恶化, 导致芯棒折射率剖面出现比较显著的不均匀现象。对比图 11(b) 单模光纤理想型阶跃式折射率分布结构, 提升速率为 85 mm/h、95 mm/h 时沉积工艺制备的芯棒 P1、P2 2 种折射率剖面结构符合 G.652D 单模光纤设计指标; 当提升速率为 105 mm/h 时, 折射率剖面结构变得不理想, P3 芯层区域折射率大小分布



(a) 芯棒内应力分布图



(b) 折射率剖面分布图

图 11 芯棒内应力和折射率剖面分布图

不均匀,开始呈现“W 锯齿”形;当提升速率为 120 mm/h 时,折射率剖面 P4 结构严重恶化,超出 G.652D 单模光纤设计范围,芯层区域折射率大小较 P1、P2 和 P3 迅速下降,且芯层区域“W 锯齿”形更加突出。变化趋势与文献[4]一致。

因此,优化提升速率制备大尺寸芯棒的工艺,必须综合光学参数考虑进行定型。

4 结束语

本文首先通过沉积喷灯数量、生产原料 SiCl_4 流量和 soot 体提升速率 3 个因素并结合沉积速率、soot 体密度的影响,对 soot 体、芯棒尺寸的变化进行分析,然后进一步研究了 VAD 法制备大尺寸芯棒工艺对沉积效率和折射率剖面的影响,得出以下结论:

①对比两喷灯,三喷灯沉积工艺可以提高沉积速率 46.8%和增大 soot 体密度 54.7%。增大原料 SiCl_4 流量或者降低 soot 体提升速率可以显著提高沉积速率和 soot 体密度,增大芯棒尺寸,同时保持高沉积效率。本实验基于 VAD 三喷灯工艺平台,同步增大第一、第二包灯 SiCl_4 原料流量至 4.0 slm、5.0 slm 和降低提升速率至 85 mm/h 时,沉积速率可以提高至 15.8 g/min,芯棒尺寸增大至 99.1 mm,同时兼顾沉积效率 52.2%。

②大尺寸芯棒沉积工艺中,高速提升 soot 体不利于芯棒形成合格的折射率剖面,当提升速率高于 120 mm/h 时,所制得的芯棒折射率剖面超出单模光纤 G.652D 设计指标,易造成光纤光学性能恶化。

参考文献:

- [1] 申胜飞,李茜.5G 通信技术关键材料发展研究[J].科技中国,2019(8):43-50.
- [2] 严薇.光纤预制棒烧结工艺中的收缩及收缩比控制[J].网络电信,2003(8):53-55.
- [3] 张功会,郝昌平,陈伟,等.大尺寸超长光纤预制棒的生产技术研究[J].光学与光电技术,2015(5):23-26.
- [4] 简晓松,陈海斌,李秀鹏,等.VAD 法高速沉积制备芯棒的研究[J].现代传输,2015(1):34-38.
- [5] 董瑞洪,杨军勇,章海峰,等.大尺寸芯棒的烧结工艺研究[J].光通信技术,2016,40(7):50-52.
- [6] 钱宜刚.超大尺寸超低水峰光纤预制棒的研制[D].杭州:浙江大学,2012.
- [7] 王占国,陈立泉,屠海令.中国材料工程大典-信息功能材料工程[M].北京:化学工业出版社出版,2006.
- [8] 孙明武,高祀建.光纤制备过程中掺氟对沉积速率及沉积效率的影响[J].中国建材科技,2003(4):21-24.
- [9] 查健江.光纤制备中的外气相沉积工艺研究[J].光纤与电缆及其应用技术,2004(4):16-21.
- [10] MURATA H. Recent developments in vapor phase axial deposition[J]. Journal of Lightwave Technology, 1986, 4(8): 1026-1033.
- [11] 陶伟.基于“VAD+OVD”两步法的 G.652D 光纤预制棒羟基控制工艺研究[D].杭州:浙江大学,2019.
- [12] 张立永,杨军勇,羊荣金,等.大尺寸光纤预制棒的制备探讨:第八届中国光电通信论坛会议论文集[C]//第八届中国光电通信论坛会议,2008年10月26-27日,临安,中国.北京:中国通信学会出版社,2008:315-321.
- [13] 赵清伟.二氧化硅 CVD 过程中的热现象研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2011.