|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 33.180.10 |
| CCS  |

|  |
| --- |
|   |

M 33 |

团体标准

T/CASMES XXXX—XXXX

光纤预制棒制备技术规范 外气相沉积法（OVD）

Technical specification for preparation of optical fiber preforms —external vapor deposition method (OVD)

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中国中小企业协会  发布

目次

[前言 II](#_Toc204953481)

[1 范围 1](#_Toc204953482)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc204953483)

[3 术语和定义 1](#_Toc204953484)

[4 基本原理 1](#_Toc204953485)

[5 设备要求 2](#_Toc204953486)

[6 原材料要求 3](#_Toc204953487)

[7 工艺要求 4](#_Toc204953488)

[8 质量控制 5](#_Toc204953489)

[9 安全与环保 6](#_Toc204953490)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏亨通光导新材料有限公司提出。

本文件由中国中小企业协会归口。

本文件起草单位：江苏亨通光导新材料有限公司、××××、××××

本文件主要起草人：×××、×××、×××

光纤预制棒制备技术规范 外气相沉积法（OVD）

* 1. 范围

本文件规定了采用 OVD 法制备光纤预制棒的基本原理、设备要求、原材料要求、工艺要求、质量控制、安全与环保。

本文件适用于采用 OVD 法制备通信光纤预制棒，其他类型光纤预制棒的制备可参照执行。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

SJ/T 11476.2 光纤预制棒用材料 第 2 部分：四氯化锗

SJ/T 11476.3 光纤预制棒用材料 第 3 部分：石英套管

GB/T 32385.1 光纤预制棒 第 1 部分：总规范

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

外气相沉积法 outside vapor deposition；OVD

在旋转的靶棒外表面，通过高温火焰使原料气体发生水解和氧化反应，生成的氧化物颗粒沉积形成疏松体，经脱水、烧结后制成光纤预制棒的方法。

靶棒 target rod

用于在其外表面沉积疏松体的起始棒，通常为石英玻璃材质。

疏松体 soot preform

由原料气体反应生成的氧化物颗粒在靶棒外表面沉积形成的具有一定形状和结构的多孔体。

脱水 dehydration

去除疏松体中水分和羟基等挥发性物质的过程。

烧结 sintering

将脱水后的疏松体在高温下熔融，使其致密化形成透明玻璃预制棒的过程。

* 1. 基本原理

将含有硅、锗、硼、磷等元素的卤化物原料气体（如 SiCl4、GeCl4、BCl3、POCl3 等）和氧气（O2）、氢气（H2）等载气，按一定比例混合后，通过喷灯喷入高温火焰区域。在高温火焰作用下，原料气体发生水解和氧化反应，生成相应的氧化物颗粒（如 SiO2、GeO2、B2O3、P2O5 等）。这些氧化物颗粒在气流的带动下，沉积在高速旋转的靶棒外表面，形成一层疏松的二氧化硅粉末层，即疏松体。随着沉积过程的不断进行，疏松体的外径逐渐增大。沉积完成后，将带有疏松体的靶棒进行脱水处理，去除其中的水分和羟基等挥发性物质。在高温下对脱水后的疏松体进行烧结，使其致密化，最终形成透明的光纤预制棒。通过控制原料气体的流量、比例、沉积时间、温度等工艺参数，可精确控制光纤预制棒的折射率分布、外径尺寸、掺杂浓度等关键性能指标。

* 1. 设备要求
		1. 沉积系统
			1. 喷灯系统​

喷灯应能稳定产生高温火焰，火焰温度应能达到 1 500 ℃～2 000 ℃，且温度均匀性偏差不超过 ±50 ℃。喷灯的气体流量控制精度应达到 ±1％，以确保原料气体和载气的混合比例准确稳定。

喷灯的结构设计应便于安装、拆卸和清洗，且在长时间使用过程中不应出现烧蚀、变形等问题。​

* + - 1. 旋转装置​

靶棒旋转装置的转速应能在 50 r/min～500 r/min 范围内连续可调，转速稳定性偏差不超过 ±2 r/min。旋转装置的同心度应小于 0.1 mm，以保证疏松体在靶棒外表面均匀沉积。

旋转装置应具备良好的机械稳定性和可靠性，在长时间运行过程中不应出现振动、卡顿等现象。​

* + - 1. 升降装置​

用于控制喷灯与靶棒之间相对位置的升降装置，其升降速度应能在 0.1 mm/min～10 mm/min 范围内精确调节，升降位置精度应达到 ±0.1 mm。

升降装置应具备良好的刚性和稳定性，在运行过程中不应出现晃动、位移等问题。​

* + - 1. 气体供应系统​

气体供应系统应能稳定提供满足工艺要求的原料气体、载气和反应气体。各气体的流量应能通过质量流量计等高精度流量控制装置进行精确控制，流量控制精度应达到 ±1％。

气体供应系统应具备良好的密封性，气体泄漏率应小于 1×10-6 Pa・m3/s。

气体管道应采用耐腐蚀、耐高温的材料，如不锈钢、石英玻璃等，并应定期进行清洗和维护，以确保气体的纯度和质量。

* + 1. 脱水设备

脱水设备应能在高温、低氧的环境下对疏松体进行有效的脱水处理。脱水温度应能在 800 ℃～1 200 ℃ 范围内精确控制，温度均匀性偏差不超过 ±30 ℃。

脱水过程中应通入干燥的氯气（Cl2）、氯化氢（HCl）等脱水气体，气体流量应能精确控制，以保证脱水效果。

脱水设备的真空系统应能将反应腔室内的压力降低至 1×10-3 Pa 以下，以促进水分和羟基等挥发性物质的去除。

脱水设备应具备良好的密封性和耐腐蚀性能，在长时间使用过程中不应出现泄漏、腐蚀等问题。

* + 1. 烧结设备

烧结设备应能将脱水后的疏松体在高温下快速熔融，使其致密化形成透明的光纤预制棒。烧结温度应能达到 1 800 ℃～2 200 ℃，温度均匀性偏差不超过 ±50 ℃。

烧结设备的升温速率和降温速率应能根据工艺要求进行精确控制，避免预制棒在烧结过程中出现裂纹、变形等缺陷。

烧结设备的加热元件应采用耐高温、高稳定性的材料，如石墨、钼等，并应定期进行检查和更换，以确保设备的正常运行。

烧结设备应配备高精度的温度测量和控制系统，如红外测温仪、热电偶等，以实时监测和控制烧结温度。

* 1. 原材料要求
		1. 靶棒

靶棒应采用高纯度的石英玻璃材料，应符合 SJ/T 11476.3 的规定，其纯度应不低于 99.999％。

靶棒的外径尺寸公差应控制在 ±0.05 mm 以内，圆度偏差应小于 0.02 mm。

靶棒的表面应光滑、无气泡、无划痕、无杂质，表面粗糙度 *Ra* 应小于 0.1 μm。

* + 1. 原料气体

四氯化硅（SiCl4）、四氯化锗（GeCl4）纯度应不低于 99.9999％，其中四氯化锗应符合 SJ/T 11476.2 的规定。杂质含量应符合表 1 的规定。

1. SiCl4、GeCl4 杂质含量

| 杂质名称 | 允许含量/ppm |
| --- | --- |
| 硼（B） | ≤0.01 |
| 磷（P） | ≤0.01 |
| 铁（Fe） | ≤0.01 |
| 铜（Cu） | ≤0.01 |
| 镍（Ni） | ≤0.01 |
| 钴（Co） | ≤0.01 |
| 铬（Cr） | ≤0.01 |
| 水（H2O） | ≤0.1 |

三氯化硼（BCl3）、三氯氧磷（POCl3）纯度应不低于 99.99％，其中杂质含量应符合表 2 的规定。

1. BCl3、POCl3 杂质含量

| 杂质名称 | 允许含量/ppm |
| --- | --- |
| 铁（Fe） | ≤0.1 |
| 铜（Cu） | ≤0.1 |
| 镍（Ni） | ≤0.1 |
| 钴（Co） | ≤0.1 |
| 铬（Cr） | ≤0.1 |
| 水（H2O） | ≤1 |

氟气（F2）的纯度应不低于 99.99％，其中杂质含量应符合表 3 的规定。

1. F2 杂质含量

| 杂质名称 | 允许含量/ppm |
| --- | --- |
| 氧气（O2） | ≤10 |
| 氮气（N2） | ≤50 |
| 水份（H2O） | ≤1 |

* + 1. 载气和反应气体

氢气（H2）、氧气（O2）、氯气（Cl2）、氯化氢（HCl）等载气和反应气体的纯度应不低于 99.999％，其中杂质含量应符合相关国家标准的规定。气体中的水分含量应小于 1 ppm，避免对沉积和脱水等工艺过程产生不利影响。

* + 1. 其他辅助材料

用于设备清洗、维护的化学试剂，如酒精、丙酮等，应采用分析纯以上级别。用于设备密封的材料，如橡胶密封圈、石墨密封垫等，应具备良好的耐高温、耐腐蚀性能，且不应释放出对光纤预制棒质量有影响的杂质。

* 1. 工艺要求
		1. 沉积工艺
			1. 工艺参数控制

沉积过程中，应严格控制原料气体的流量、比例、喷灯与靶棒的相对位置、靶棒的旋转速度和升降速度等工艺参数。各工艺参数的控制范围和精度要求应根据预制棒的具体规格和性能要求进行确定，一般情况下：

1. 原料气体流量控制精度应达到 ±1％；
2. 喷灯与靶棒的距离控制精度应达到 ±0.5 mm；
3. 靶棒旋转速度控制精度应达到 ±2 r/min；
4. 靶棒升降速度控制精度应达到 ±0.1 mm/min。
	* + 1. 疏松体质量控制

疏松体的沉积应均匀、致密，无明显的气孔、裂纹和杂质夹杂。

疏松体的外径尺寸偏差应控制在 ±1 mm 以内，圆度偏差应小于 0.5 mm。

疏松体的密度应符合工艺要求，一般情况下，疏松体的密度应控制在 0.3 g/cm3～0.5 g/cm3 之间。

沉积过程中，应定期对疏松体的质量进行检查，如发现质量问题，应及时调整工艺参数或停止沉积，进行设备维护和故障排除。

* + 1. 脱水工艺
			1. 工艺参数控制

脱水过程中，应严格控制脱水温度、脱水时间、脱水气体的流量和压力等工艺参数：

1. 脱水温度一般控制在 800 ℃～1 200 ℃ 之间；
2. 脱水时间应根据疏松体的尺寸和含水量进行确定，一般为 2 h～6 h；
3. 脱水气体（如 Cl2、HCl 等）的流量应能满足脱水反应的需要，且流量控制精度应达到 ±5％；
4. 脱水过程中的压力应控制在 1×10-3 Pa 以下。
	* + 1. 脱水效果检测

脱水完成后，应采用红外光谱分析、热重分析等方法对预制棒中的水分和羟基含量进行检测：

1. 预制棒中的水分含量应小于 1 ppm；
2. 羟基含量应小于 0.1ppm。

如检测结果不符合要求，应重新进行脱水处理。

* + 1. 烧结工艺
			1. 工艺参数控制

烧结过程中，应严格控制烧结温度、升温速率、降温速率等工艺参数：

1. 烧结温度一般应控制在 1 800 ℃～2 200 ℃ 之间；
2. 升温速率应根据预制棒的尺寸和材质进行确定，一般为 5 ℃/min～20 ℃/min；
3. 降温速率应缓慢，以避免预制棒在冷却过程中产生裂纹，一般为 1 ℃/min～5 ℃/min。

烧结过程中，应采用高精度的温度测量和控制系统，确保烧结温度的准确性和稳定性。

* + - 1. 预制棒质量控制

烧结后的光纤预制棒应透明、无气泡、无裂纹、无杂质，表面应光滑。

预制棒的外径尺寸公差应控制在 ±0.1 mm 以内，圆度偏差应小于 0.05 mm。

预制棒的折射率分布应符合设计要求，折射率偏差应控制在 ±0.001 以内。

烧结完成后，应采用光学显微镜、扫描电子显微镜、折射仪等设备对预制棒的质量进行全面检测，如发现质量问题，应分析原因并采取相应的改进措施。

* 1. 质量控制
		1. 过程质量控制

在光纤预制棒制备过程中，应建立完善的过程质量控制体系，对各个工艺环节进行严格的质量监控。

每批次产品在沉积、脱水、烧结等关键工艺步骤完成后，都应进行相应的质量检测，如疏松体的外观质量、密度、外径尺寸，预制棒的水分含量、羟基含量、折射率分布、外径尺寸等。

质量检测结果应记录在案，以便对产品质量进行追溯和分析。

* + 1. 成品质量检测
			1. 一般规定

光纤预制棒成品质量应符合 GB/T 32385.1 的规定。

* + - 1. 外观

采用目视检查和光学显微镜观察相结合的方法，对光纤预制棒的外观质量进行检测。

预制棒表面应光滑、无气泡、无裂纹、无杂质，颜色均匀一致。预制棒的两端应平整，无明显的凹凸不平。

* + - 1. 尺寸

采用高精度的外径测量仪、千分尺等工具，对光纤预制棒的外径尺寸进行测量。

测量结果应符合工艺要求，外径尺寸公差应控制在 ±0.1 mm 以内。同时，应采用圆度仪对预制棒的圆度进行检测，圆度偏差应小于 0.05 mm。

* + - 1. 折射率

采用折射仪、干涉仪等设备，对光纤预制棒的折射率分布进行检测。

折射率分布应符合设计要求，折射率偏差应控制在 ±0.001 以内。

对于不同类型的光纤预制棒，如单模光纤预制棒、多模光纤预制棒、特种光纤预制棒等，应根据其相应的折射率分布标准进行检测和评价。

* + - 1. 杂质含量

采用电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）、原子吸收光谱（AAS）等分析方法，对光纤预制棒中的杂质含量进行检测。

杂质含量应符合原材料要求中规定的标准，如硼、磷、铁、铜、镍、钴、铬等杂质的含量应在允许范围内。预制棒中的水分含量和羟基含量也应采用相应的检测方法进行检测，确保其符合质量要求。

* + 1. 不合格品处理

对于在过程质量控制和成品质量检测中发现的不合格品，应进行标识、隔离，并按照不合格品处理程序进行处理。

对于外观质量不合格但不影响预制棒性能的产品，可根据实际情况进行返工处理；对于尺寸、折射率分布、杂质含量等关键指标不合格的产品，应予以报废。

对不合格品产生的原因应进行深入分析，采取相应的纠正措施和预防措施，以避免类似质量问题的再次发生。

* 1. 安全与环保
		1. 安全要求

设备应配备完善的安全防护装置，如过载保护、短路保护、漏电保护等，以防止设备在运行过程中发生电气故障。

对于高温设备（如喷灯、烧结炉等），应设置高温警示标识，并安装隔热防护罩，以避免操作人员被烫伤。

对于高压气体设备（如气体钢瓶、减压阀等），应定期进行耐压试验和安全检查，确保其安全可靠。

气体管道系统应安装压力表、安全阀等安全附件，以防止管道内压力过高发生爆炸事故。

操作人员应经过专业的安全培训，熟悉设备的操作规程和安全注意事项，并取得相应的操作资格证书后方可上岗操作。

操作人员在工作过程中应穿戴好个人防护用品，如防护眼镜、防毒面具、耐高温手套、防护服等，以防止受到高温、有毒气体和化学试剂的伤害。

在进行设备维护和检修时，应先切断设备的电源、气源，并在设备上悬挂 “禁止合闸”“正在检修” 等警示标识，以确保操作人员的安全。

对于等危险化学品，应按照国家有关危险化学品安全管理的规定进行储存、运输和使用。危险化学品的储存场所应符合安全要求，配备相应的消防器材和应急处理设备，并设置明显的安全警示标识。

在使用危险化学品时，应严格遵守操作规程，防止发生泄漏、爆炸等事故。对于废弃的危险化学品和包装容器，应按照规定进行分类处理，不应随意丢弃。

应制定完善的应急预案，明确应急组织机构、应急响应程序、应急处置措施等内容，并定期进行应急演练。

应急预案应包括火灾、爆炸、有毒气体泄漏等突发事件的应急处理方案，以确保在发生突发事件时能够及时、有效地进行处置，减少人员伤亡和财产损失。

* + 1. 环保要求

沉积、脱水、烧结等工艺过程中会产生含有氯化氢、氯气、氟化物等有毒有害气体的废气。废气应经过有效的处理后方可排放，处理后的废气应符合国家和地方有关大气污染物排放标准的规定。

生产过程中产生的废水应经过处理后方可排放或回用，处理后的废水应符合国家和地方有关水污染物排放标准的规定。

固体废物应按照国家有关固体废物污染环境防治的规定进行分类收集、储存、运输和处理。对于危险固体废物，应委托有资质的单位进行处理；对于一般固体废物，应进行综合利用或安全处置，不应随意倾倒、堆放。

