

P.E. Lighty - P.W. Black  
J. Irven, 12-3-2, División B

440753

Int. Cl.:

C03B

3. COPIA

29 DEC 1976

MEMORIA DESCRIPTIVA PARA SOLICITAR PATENTE DE IN-  
VENCION EN ESPAÑA POR: "UN METODO PARA LA FABRICA-  
CION DE UNA FIBRA OPTICA O DE UNA PREFORMA DE FIBRA  
OPTICA", A NOMBRE DE STANDARD ELECTRICA, S.A., CON  
DOMICILIO EN MADRID, CALLE DE RAMIREZ DE PRADO, Nº 5.

Este invento se refiere a la fabricación de fibras ópticas y de preformas de fibras ópticas.

El invento provee un método para la fabricación de una fibra óptica o de una preforma de fibra  
5 óptica con el que el orificio de un tubo de sílice es re-  
vestido con una capa de un dopante que es germanio o in-  
cluye germanio y con el que el tubo revestido es calentado  
y su orificio deformado para obtener una fibra óptica o una  
preforma de fibra óptica que tiene un núcleo de una com-  
10 posición, que es mezcla de sílice y dopante, que posee

un índice de refracción más alto.

El germanio puede ser usado como dopante en unión de uno o de varios más dopantes tales como óxidos de aluminio, titanio, arsénico, galio, fósforo, antimonio, tantalio, estaño, niobio, y circonio.

En muchas aplicaciones la presencia en el núcleo o en las proximidades del núcleo de grupos de -OH produce una poco deseable atenuación, por lo que se ha elegido un proceso de formación de depósitos del que es excluido el hidrógeno y los compuestos de hidrógeno.

El tubo al que nos referimos no tiene que ser necesariamente una estructura autorsoportante sino que puede tener la forma de una capa depositada que recubra el orificio de otro tubo. Entre los métodos adecuados de recubrimiento se incluyen la reacción de vapor térmicamente inducida, la evaporación, la r.f. el barboteo y la r.f. excitada por reacción de vapor.

A continuación se hace una descripción de la fabricación de una fibra óptica para el transporte de radiaciones en la gama 800-875 nm. La descripción hace referencia a los dibujos que se acompañan, en los que:

- las Figs. 1 y 2 muestran dos alternativas de estructuras de tubo revestido, con anterioridad a la deformación del orificio para obtener una preforma de fibra y con el subsiguiente estirado para formar la fibra óptica;
- la Fig. 3 muestra el aparato para el revestimiento del orificio de un tubo, y
- la Fig. 4 muestra la deformación del orificio de un tubo para formar una preforma de fibra óptica.

La Fig. 1 muestra la estructura producida

por el proceso simple de fabricación con el que se hace la formación de un depósito de una sola capa 10 sobre el orificio de un tubo 11. El núcleo de la fibra terminada se compone, en parte por lo menos, del material de la capa depositada 10 mientras que el revestimiento le forma el material del tubo 11.

En una fibra óptica de modo simple una buena parte de la señal óptica se propaga por el revestimiento. La transmisividad del material del revestimiento es, por consiguiente, un factor importante en cuanto a las pérdidas ópticas de la fibra. Sin embargo, por razones de orden mecánico, el espesor del revestimiento se hace normalmente mucho mayor que la profundidad hasta la que penetra cualquier proporción significativa de la energía óptica. Por consiguiente, la única zona que realmente necesita poseer una buena transmisividad es la parte del recubrimiento más próxima al núcleo. De ello se saca provecho en el procedimiento empleado para producir las estructuras que se muestran en la Fig. 2. El orificio del tubo de cristal 20 es recubierto con una capa de cristal 21 y a continuación con otra capa 22. El núcleo de la fibra terminada se compone, por lo menos en parte del material de la capa 22 posteriormente depositada, mientras que las zonas interior y exterior del revestimiento vienen dadas, respectivamente, por el material de la capa primeramente depositada 21 y el tubo 20. La parte exterior del revestimiento no importa que dé lugar a mayores pérdidas que el resto de la fibra pero no deberá acoplarse en ella la energía procedente del núcleo. Para satisfacer esta condición el índice de refracción del revestimiento exterior no deberá ser mayor

que el del revestimiento interior; y el índice de refracción de este revestimiento exterior deberá, a su vez, ser menor que el del núcleo. Debe ser tenido en cuenta que el índice de refracción de un medio absorbente es una cantidad de una gran complejidad y que es la parte real del índice de refracción del tubo la que no debe ser mayor que el índice de refracción de la capa 21.

Típicamente una fibra de modo simple tiene un núcleo de un diámetro de  $3-4\mu\text{m}$ . mientras que el núcleo de una fibra multimodal puede ser típicamente de hasta  $60\mu\text{m}$ . de diámetro. El diámetro del revestimiento es típicamente de hasta  $150\mu\text{m}$ . y la relación de la diferencia del índice de refracción del núcleo respecto al revestimiento es típicamente de 1.01.

En una fabricación típica de fibra óptica para transporte de radiaciones dentro de la gama de  $800-75\text{nm}$ . se emplea un tubo de sílice 30, Fig. 3 típicamente de 7 mm. de diámetro exterior, con un espesor de pared de 1 mm. y 33 cm. de longitud. El orificio del tubo es pulido a la llama y a continuación recocido al vacío para eliminar cualquier traza de humedad. Un tratamiento alternativo de preparación comprende un ataque por ácido del orificio del tubo, lavado del mismo y a continuación calentado para la eliminación del agua residual. La presencia de humedad puede dar lugar a presencia de grupos de  $-\text{OH}$  en la fibra terminada, con la poco deseable absorción en la región de  $0,9\mu\text{m}$ .

Una vez que el tubo ha sido secado es colocado de forma que pase por el centro de un horno 31 de resis-

tencia bobinada, con los extremos del tubo dispuestos en dos adaptadores 32a y 32b de, por ejemplo, politetrafluoretileno.

5 El germanio es depositado en la superficie del orificio del tubo como producto de la reacción de vapor química termicamente inducida. Los reactantes químicos para este proceso pueden ser germanio y oxígeno, pero como uno de los productos de la reacción es el agua con ello se pueden tener en el producto final grupos  
10 de -OH poco deseados. Este problema se evita con el uso de cualquier compuesto sin contenido de hidrógeno tales como puede ser un aloideo, como por ejemplo tetracloruro de germanio, en lugar del hidruro. El germanio puede ser  
15 introducido en la zona de reacción como un gas pero el tetracloruro de germanio es líquido a la temperatura ambiente y por ello se le introduce en forma de vapor con un gas como vehículo.

El adaptador 32a está acoplado a un tubo de entrada 33 que tiene una primera toma 34 para oxígeno,  
20 una segunda toma 35 para germanio o, por ejemplo, tetracloruro de germanio aportado con un gas y una tercera toma 36 para la introducción de un material adecuado para depositar sílice, de acuerdo con lo que se describirá posteriormente. El adaptador 32b está acoplado a un tubo  
25 de aspiración 37.

La reacción no se produce espontáneamente a la temperatura ambiente sino que se provoca en la zona de calor localizado del interior del horno.

30 Con un cuidadoso control de los parámetros de la reacción, tales como las velocidades de admisión de

los fluidos las temperaturas y presiones del vapor, etc. se consigue un revestimiento uniforme a lo largo del orificio del tubo. Para unas longitudes mayores será preferible el uso de una zona móvil de calor, efectuándose el depósito a medida de que se va teniendo la zona caliente a lo largo del tubo.

El germanio se puede depositar en forma de capa de polvo o de una capa cristalina, de acuerdo con la temperatura y condiciones en que se hace el depósito. ambas formas son adecuadas para la fabricación de las fibras ópticas.

Un proceso típico de depósito emplea oxígeno como vehículo para la introducción de tetracloruro de germanio. El oxígeno es pasado burbujeando a unos 200 cc por minuto a través de tetracloruro de germanio que es mantenido a una temperatura constante, típicamente de unos  $-40^{\circ}\text{C}$ . Esta mezcla de vapor y gas es llevada a través del tubo 30 mientras se tiene el horno a una temperatura de unos  $1.000^{\circ}\text{C}$ . La velocidad de formación del depósito se controla con la adición de oxígeno; esta velocidad se controla de modo que se obtenga una capa de típicamente unas pocas micras de espesor en un período de aproximadamente una hora. Este proceso de formación del depósito puede ser modificado con el empleo de tetraioduro de germanio en lugar del cloruro. El ioduro es sólido a la temperatura ambiente y su vapor es llevado al oxígeno que se usa como gas vehículo calentándolo a unos  $140^{\circ}\text{C}$ .

El uso del ioduro puede preferirse en los procesos de co-deposición en los que se produce el

depósito simultáneo de germanio y de sílice, dado que el ioduro de silicio reacciona a una temperatura más baja que su cloruro.

5 El tubo revestido es extraído del dispositivo para la formación del depósito y montado en un dispositivo para la deformación de su orificio. En este dispositivo es soportado por sus dos extremos y se le hace girar sobre su propio eje al tiempo que se va pasando despacio, a lo largo del mismo, una fuente de temperatura elevada, como puede ser una llama de oxígeno e hidrógeno. A medida de que la llama se va acercando a cada parte del tubo la temperatura de su pared interior empieza por aumentar lo suficiente para que la capa depositada de germanio en polvo 40 reaccione con la sílice del tubo 41 (Fig. 4) formando una capa cristalina transparente 42 de composición mixta. Ello ocurre típicamente a unos 1400°C. A 15 continuación, al ir acercándose más la llama, la temperatura se va elevando aún más, hasta unos 1700°C, que es cuando el tubo empieza a ablandarse haciendo que su orificio se deforme como se indica en 44. En esta etapa del proceso la capa 42 pasa a ser el núcleo 45 de una preforma de fibra óptica 46. La diferencia de pico resultante en el índice de refracción entre el núcleo y el revestimiento se encuentra típicamente en la gama de 25 0,02 a 0,03, lo que indica que el germanio reacciona fuertemente con la pared del tubo.

Una vez que el tubo se ha deformado, se saca la preforma de fibra óptica obtenida del dispositivo en que se ha hecho esta operación y se coloca en un dispositivo de estirado normal para la obtención de la 30

fibra óptica. Para ello se requiere tener una corta zona, de calor en la que se pueda tener una temperatura de unos 1700 a 1800°C con la que se puede efectuar el estirado.

5 Si la calidad del tubo de sílice inicial es tal que no tiene unas pérdidas lo suficientemente bajas, se puede usar el dispositivo con el que se hace el depósito para depositar antes del germanio una capa de sílice pura. Si la sílice es depositada en forma de capa de polvo antes de depositar el germanio habrá de calentarse para que se convierta  
10 en una capa cristalina. Uno de los procedimientos para hacer el depósito de sílice es a base de la reacción de tetracloruro o tetraioduro de silicio con oxígeno. También se puede depositar la sílice a la vez que el germanio.

15 El perfil de concentración del germanio en la preforma de fibra óptica depende en gran parte del ciclo de temperatura que ha tenido lugar durante su fabricación. Uno de los efectos de la temperatura elevada es permitir que el germanio se difunda en el cristal del tubo pero, otro efecto, que puede darse antes de la deforma-  
20 ción del orificio, es que la superficie interior se quede limpia de germanio por evaporación. Con un control apropiado del ciclo de calentamiento se puede conseguir una preforma de fibra óptica adecuada para ser estirada formando un tipo de fibra óptica de autoenfoque.

25 De un modo muy particular, si la capa depositada está constituida por germanio puro en lugar de ser de germanio y sílice codepositados, el empleo de una fuente calorífica sumamente localizada para la deformación del orificio puede dar lugar a que se produzca una eva-  
30 poración tan grande del germanio que la región central

del núcleo de la preforma resultante quede sustancialmente desprovista de germanio. La depresión en el índice de refracción así producida en el centro del núcleo es poco conveniente para muchas aplicaciones. No obstante, si antes de la deformación se le da al tubo un primer tratamiento térmico, esta depresión del índice de refracción puede ser considerablemente reducida o virtualmente eliminada. Este primer tratamiento consiste en llevar la temperatura del tubo hasta unos 1400°C en lugar de a la temperatura de unos 1700°C requerida para la deformación. Típicamente cada parte del tubo es tenida en esa temperatura más baja durante un período de tiempo que puede ser de unos segundos a unos pocos minutos y con este tipo de tratamiento térmico inicial pueden producirse fibras ópticas con una concentración de germanio en el centro del núcleo de más de 7 moles %. Este tratamiento tiene, además, el efecto de producir un perfil más nivelado al reducirse la pendiente de la transición entre el núcleo y las regiones del recubrimiento de la preforma, lo que contribuye a una reducción de la dispersión modal.

En el control de la pendiente del índice de refracción entre el núcleo y las regiones del revestimiento se puede hacer uso de más de un dopante, aprovechando las diferentes propiedades de difusión de cada uno de ellos. Por ejemplo, el germanio puede ser depositado con alúmina. En un posterior tratamiento térmico, para provocar la difusión del germanio, la alúmina reduce o elimina la depresión del índice de refracción en el centro del núcleo que podría tenerse de no emplear la alúmina. Si se quiere la alúmina se puede depositar después de hecho el depósito del

germanio en lugar de hacerlo a la vez.

Aunque se ha hecho referencia al uso de una llama de oxígeno e hidrógeno como fuente de calor, ella no es la fuente preferida ya que se supone que puede ser  
5 causa de contaminación con grupos -OH de la fibra terminada. Por esta razón ha de preferirse el empleo, para todas las etapas de calentamiento de la fabricación, incluso para la etapa final de estirado de la preforma para convertirla en una fibra óptica, de hornos sin empleo de hidrógeno, como pueden ser los hornos de túnel con resistencias o un susceptor calentado por radiofrecuencia.  
10

Ha de entenderse que la precedente descripción de unos ejemplos específicos de este invento se hace únicamente a modo de ejemplo y sin que deba ser considerada  
15 como una limitación al alcance del invento.

Este invento corresponde a una solicitud de patente formulada en Gran Bretaña el día 5 de Septiembre de 1974, señalada con el Nº 38831/74 y se acoge, por tanto, a los beneficios que otorgan los convenios internacionales vigentes.  
20

-----NOTA-----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta patente de veinte años son los siguientes:

25 1.- Un método para la fabricación de una fibra óptica o de una preforma de fibra óptica con el que el orificio del tubo de sílice es revestido con una capa de un material dopante de germanio o que incluye germanio, y con la que el tubo revestido es calentado y su tubo deformado para constituir una fibra óptica o una preforma de  
30

fibra óptica con un núcleo de una composición de sílice y dopante que posee un índice de refracción más alto.

2.- Un método para la fabricación de una fibra óptica o de una preforma de fibra óptica de acuerdo con la reivindicación 1 con el que el material dopante incluye el óxido de uno o más de los elementos de germanio, aluminio, arsénico, titanio, galio, antimonio fosforoso, tantalio, estaño, niobio, indio y circonio.

3.- Un método para la fabricación de una fibra óptica o de una preforma de fibra óptica.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y a los fines especificados.

Esta Memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

23 DIC. 1975



*Eugenio Barroso*  
EUGENIO BARROSO  
Secretario General

2/1  
STANDARD ELECTRICA, S. A.

FIG. 1

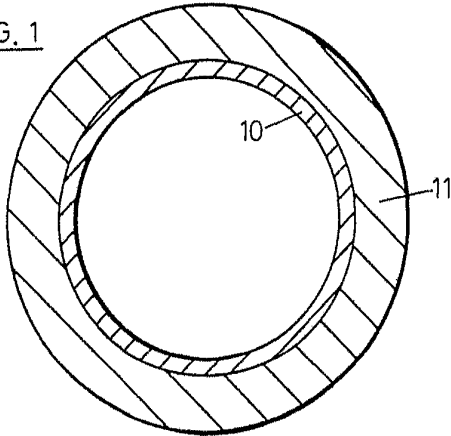


FIG. 2

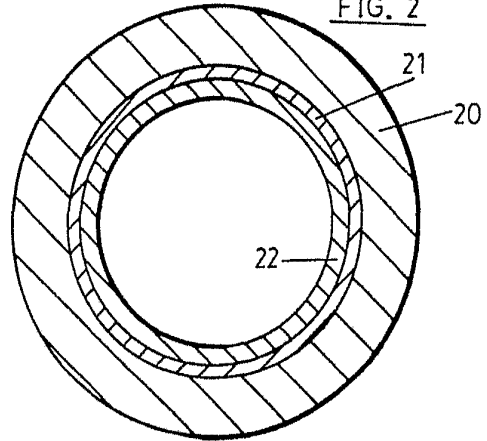
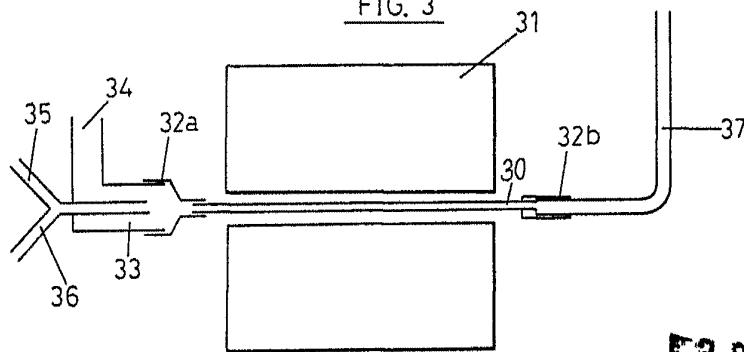


FIG. 3

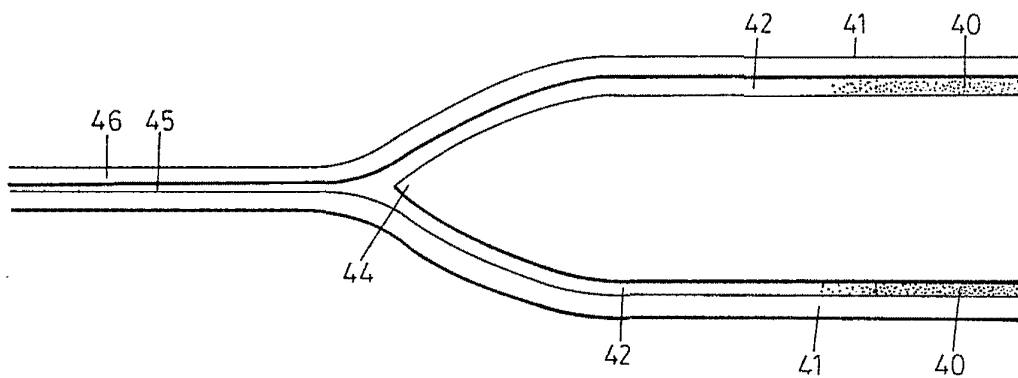


FB DIC. 1975



*Albarran*  
EUGENIO BARROSO  
Secretario General

FIG. 4



18 DIC. 1975

*E. Barros*  
EUSEBIO BARROSO  
Secretario General