

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

5 DIC. 1978

ES

11

21

NUMERO

468096

10

A 1

FECHA DE PRESENTACION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
12431/77	24.Marzo.77	Gran Bretaña

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G 0 1 B	

64 TITULO DE LA INVENCION
"UN METODO PARA FABRICAR PREFORMAS DE FIBRAS OPTICAS DE SILICE"

71 SOLICITANTE (S)
STANDARD ELECTRICA, S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Madrid, calle de Ramirez de Prado, nº 5.

72 INVENTOR (ES)
John Irvén Andrew Peter Harrison

73 TITULAR (ES)
STANDARD ELECTRICA, S.A.

74 REPRESENTANTE
D. Manuel Gómez Santamaría.

El presente invento se refiere a un método para fabricar preformas de fibras ópticas de sílice, en donde el material que tiene que formar el núcleo de la preforma contiene un óxido volátil y es proporcionado como una capa de sílice dopado que recubre el ánima del tubo de sílice en donde el ánima del tubo completo con su recubrimiento primero es contraído y finalmente compactada atravesándolo repetidamente por una zona caliente a lo largo del tubo mientras que se gira éste alrededor de su eje, en donde durante el recubrimiento del ánima se mantiene una ligera sobrepresión en el ánima por una mezcla de gas que contiene oxígeno y un haluro u oxihaluro del elemento que tiene dicho óxido volátil, pasando dicha mezcla de haluros del óxido volátil a través del tubo, luego a través de un depósito, y finalmente a través de un largo tubo no-constreñido cuya conductancia reológica sea lo suficientemente pequeña para proporcionar el requisito de sobrepresión dentro del tubo para evitar la tendencia del mismo a doblarse durante el recubrimiento de su ánima, y en donde la concentración del haluro u oxihaluro en relación al oxígeno es tal que compense por lo menos en parte la pérdida de óxido volátil por volatilización durante el recubrimiento del ánima.

El método preferido para proporcionar el material del núcleo es co-depositando sílice con uno o más dopantes por una reacción en fase de vapor. Un método alternativo implica la utilización de una reacción en fase de vapor para depositar material dopante sobre una superficie de sílice y provocar que el depósito se difunda en el sílice. En ambos casos se prefiere una reacción en fase de vapor en la que se excluya el hidrógeno y sus compuestos.

El tubo de sílice puede hacerse de un sílice dopado, y puede formarse el mismo por una capa depositada que recubra el ánima de un substrato tubular.

Seguidamente se ofrece una descripción de un método para realizar el presente invento. Esta descripción se encabeza con los antecedentes del invento y hace referencia a los dibujos que se acompañan, en los cuales:

Las Figs. 1a y 1b representan los perfiles del índice de refracción en extremos opuestos de una preforma de fibra óptica hecha utilizando un dopante volátil.

La Fig. 2 es un diagrama esquemático del aparato utilizado en la fabricación de una preforma de fibra óptica que incorpora un dopante volátil y

La Fig. 3 representa el perfil del índice de refracción de una preforma de fibra óptica realizada utilizando el aparato de la Fig. 2.

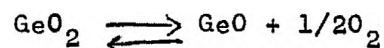
En el método de fabricación de preformas de fibra óptica al que se refiere el invento, el tubo de sílice, completo con el recubrimiento de su ánima, se calienta para reblandecerlo y su ánima se flexibiliza por el efecto de las fuerzas de la tensión superficial. A este fin, una fuente de calor, tal como una llama de oxihidrógeno, proporciona una zona de calor localizada que se desplaza lentamente a lo largo del tubo para conseguir el reblandecimiento localizado de la pared del tubo. La flexibilización se consigue por varias pasadas de la zona de calor, con lo que el ánima del tubo se reduce progresivamente en diámetro hasta que al final el ánima está completamente compactada, creando así una preforma de fibra óptica a partir de la cual puede formarse una fibra óptica por una operación de doblado.

Con este método de fabricación existe el problema general de que como el tubo se reblandece, y su ánima empieza a compactarse, las fuerzas de la tensión superficial tienden a buscar la configuración de energía mínima. Desafortunadamente esta configuración no tiene simetría circular, sino que en realidad es una en la que el ánima del tubo se aplasta.

Un segundo problema tiene lugar si el material del núcleo contiene un dopante volátil tal como pentóxido de germanio y/o fósforo, y se refiere simplemente al hecho de que las altas temperaturas necesarias para ablandar la pared del tubo también pueden ser suficientes para provocar una volatilización apreciable y pérdida del dopante volátil de la superficie del ánima, modificando por lo tanto el perfil del índice de refracción de la preforma resultante.

Para obtener una pequeña dispersión de impulso en una fibra es necesario graduar el perfil del índice de refracción a través de la región del núcleo hacia una forma casi-parabólica. La concentración de dopante que realce el índice de refracción debe ser baja en la periferia del núcleo, y deberá aumentar de una manera gradual para alcanzar un máximo en el centro. Cualquier cosa que provoque una desviación del perfil ideal va en detrimento de la capacidad de anchura de banda. Tomando, a modo de ejemplo, el caso en el que se utiliza germanio como dopante para realzar el índice de refracción, se encuentra que a las temperaturas necesarias para reblandecer el tubo de sílice para la compactación (2000-2200°C) el germanio empieza a perderse por volatilización a través de subóxido según la reacción

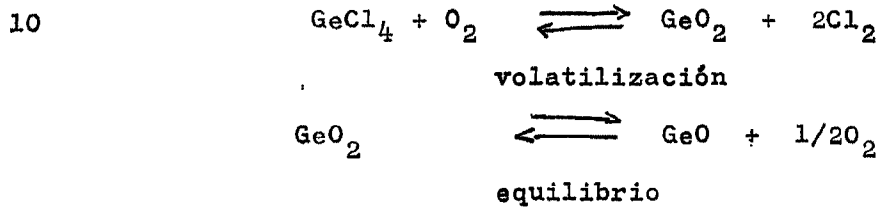
30



Si la capa depositada que recubre el ánima del tubo tiene una graduación del índice de refracción que, en ausencia de efectos de volatilización, produciría la graduación óptima en la preforma, entonces el efecto de la volatilización es producir una disminución del índice de refracción en el centro del núcleo de la preforma como se indica en la Fig. 1a. Otro efecto de la volatilización es producir una variación longitudinal en el perfil del índice de refracción. El germanio se pierde de la pared del tubo en la zona caliente a través del subóxido, pero, ya que esta es una reacción reversible, parte de este óxido se recondensa en regiones más frías del ánima por delante de la zona caliente en movimiento. Parte de esta condensación se re-incorpora por difusión en el vidrio cuando avanza la zona caliente, y esto puede dar lugar a la formación de un pico central dentro del canal en el índice de refracción en el centro del núcleo de la preforma. Este pico es más elevado en el extremo más largo expuesto a la recondensación del dopante y puede, en este extremo, producir un perfil del índice de refracción como se describe en la Fig. 1b.

El presente invento muestra como puede reducirse o eliminarse la pérdida por volatilización durante la contracción del ánima del tubo pasando una mezcla de oxígeno y un haluro del dopante volátil por el tubo mientras se está construyendo su ánima. Una reacción reversible enlaza el haluro del dopante y el oxígeno con el óxido del dopante y el halógeno. Para dopantes de fósforo o de germanio puede utilizarse el oxiclорuro y el cloruro respectivamente. De esta manera en el caso de una contracción del ánima de un tubo de sílice recubierto internamente con sílice dopado con

germanio, el tetracloruro de germanio y el oxígeno pasan por el tubo durante el proceso de contracción. En la zona caliente el cloruro y el oxígeno reaccionan para producir germanio y cloruro. El germanio así formado tiende a disociarse y formar monóxido de germanio (sibóxido) (GeO) y oxígeno. El exceso de monóxido de germanio así formado tiende a controlar la reacción de volatilización de equilibrio en sentido inverso suprimiendo así la pérdida de germanio de la región de superficie del ánima del tubo.



Por supuesto que el paso del haluro y el oxígeno por el tubo puede mantenerse solamente mientras que el ánima no esté sellada. Durante la compactación final del núcleo el paso tiene que cesar y por lo tanto pueden aparecer algunas pérdidas por volatilización. Sin embargo, en esta etapa el área de la superficie del ánima se ha reducido significativamente por la contracción previa del diámetro del ánima. Este hecho, junto con esta volatilización solamente tiene lugar durante la volatilización transversal, reduce significativamente la pérdida total en comparación con la que tiene lugar cuando no hay paso de haluro y oxígeno durante la contracción del ánima.

A fin de que se produzca el paso del gas, debe existir un gradiente de presión y de acuerdo con el presente invento, este gradiente de presión se produce de tal manera que la presión dentro del ánima del tubo sea ligeramente mayor que la presión exterior. Esta sobrepresión resulta ser

la necesaria para contrarrestar la tendencia mencionada anteriormente del ánima del tubo a aplastarse durante la contracción, en lugar de contraerse simétricamente y mantener la simetría circular.

5                   Esta tendencia al aplastamiento es tanto mayor cuanto más largo sea el ánima y el espesor de su pared sea pequeño. Así, aunque puede existir algunos sistemas para producir un diferencial de presión durante la compactación final transversal, esto no significa que sea tan importante como  
10 durante las etapas iniciales de la contracción del ánima del tubo.

                  En principio la diferencia de presión podría producirse permitiendo el paso de los gases por el tubo hacia la atmósfera a través de una válvula de regulación localizada  
15 inmediatamente debajo del tubo. Sin embargo, tal disposición tiene indudables desventajas. El paso del gas por la zona caliente conduce a un aumento de la temperatura dentro del tubo, y, ya que el volumen existente entre la zona caliente y la válvula de drenaje permanece sustancialmente constante,  
20 este aumento de la temperatura va acompañado por un aumento de la presión. Este hecho, junto con la tendencia de la válvula de regulación a bloquearse con los restos del óxido de germanio producidos en la zona caliente puede provocar un aumento peligroso de la presión interna, que es causa de un abultamiento local del tubo hasta que finalmente éste se perfora.  
25

                  Este problema de la subida de la temperatura puede evitarse interponiendo un depósito grande entre el tubo y la válvula de regulación. Con este dispositivo una subida de temperatura en el tubo tiene muy poco efecto sobre la presión debido a que el volumen del tubo es pequeño comparado  
30

con el depósito. El depósito puede también actuar como una trampa para el hollín permitiendo que la mayoría de ello se deposite antes de que el flujo de gas alcance la válvula. Sin embargo, todavía pueden quedar cantidades residuales de hollín para bloquear la válvula. Como consecuencia una longitud grande de tubo es sustituido por la válvula.

Refiréndonos ahora a la Fig. 2, en dónde se indica el método del invento para contraer y compactar el ánima del tubo de sílice recubierto internamente de indio en gradiente de sílice dopado con germanio y dónde 20 representa el tubo mismo. Una mezcla de oxígeno y vapor de tetracloruro de germanio se aplica en el tubo 20 a través de la pipa 21, y desde el tubo 20 a través de otra pipa 22 al depósito 23. Conectado a la salida del depósito 23 existe una gran longitud de tubo 24. Opcionalmente la pipa de alimentación 21 tiene una T, 25, una de cuyas ramas termina en una válvula de regulación 26.

La mezcla de oxígeno y tetracloruro de germanio en vapor se obtiene introduciendo el vapor en oxígeno burbujeado a través de tetracloruro de germanio líquido mantenido a una temperatura constante. Normalmente se mantiene a la temperatura ambiente, el oxígeno burbujea a 5cc por minuto y luego se agrega a una corriente de oxígeno proporcionando un flujo total de 500 cc por minuto. El tubo tiene normalmente un metro de longitud, y un espesor de pared de 1 mm y un diámetro del ánima de 10mm. Al tubo se le hace girar continuamente durante el proceso de contracción y la compactación final de su ánima. A este fin el tubo se monta en una especie de torno (no mostrado) equipado con un par de mandriles (no mostrados) que se controlan sincrónicamente. Se

requieren cierres herméticos para el gas que sean rotatorios para conectar las dos pipas 21 y 22 con los extremos del tubo, y son convenientes los del tipo descrito en la especificación de nuestra Solicitud nº 10926/76 (N. Denton - A.B. Harding 1-1). Las dimensiones del cierre hermético entre el tubo y la pipa 22 se eligen de tal manera que se reduzca al mínimo el posible bloqueo por el hollín del óxido de germanio arrastrado desde la zona caliente. El depósito tiene normalmente una capacidad del orden de 20 litros, y puede fabricarse de material plástico inerte tal como polipropileno. Normalmente la sobrepresión requerida en el tubo 20 es de aproximadamente 1mm de mercurio, y puede conseguirse utilizando una longitud de unos 50 metros de tubo de plástico inerte (PVC) de 0,9 cms de ánima para el tubo 24.

En un proceso normal el ánima se compacta completamente después de tres recorridos por la zona caliente (no mostrada). El primer recorrido reduce el ánima de 10mm a unos 4mm, y el segundo de unos 4 mm a 1 mm aproximadamente.

Para el recorrido final ya no es posible tener un paso de gas por el tubo 20, y como consecuencia se corta el paso de gas a través del tetracloruro de germanio líquido. Si el aparato tiene una pieza en T, 25 y la válvula de regulación 26 puede abrirse esta válvula y mantenerse un flujo de oxígeno durante el recorrido final con objeto de proporcionar la sobrepresión requerida. Bajo estas circunstancias el recorrido final se hace desde el extremo alejado del tubo 20 hacia detrás, el más cercano a la T 25.

La Fig. 3 representa el perfil del índice de refracción. Existe todavía una hendidura residual en el centro, pero se han reducido su tamaño y su profundidades y, ade-

más, prácticamente el mismo perfil se existe a todo lo largo de la preforma.

Después de haberse compactado el ánima completamente la preforma resultante se transfiere a los aparatos correspondientes para doblarla en una fibra óptica de modo convencional.

Ha de quedar entendido que la anterior descripción de una forma determinada del invento se hace a modo de ejemplo y no debe considerarse como limitación de su alcance.

El presente invento corresponde a una solicitud de patente formulada en Gran Bretaña el día 24 de Marzo de 1977, señalada con el nº 12431/77 y se acoge, por lo tanto, a los beneficios que otorgan los convenios internacionales vigentes.

## -----NOTA-----

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

5           1.- Un método para fabricar preformas de fibras ópticas de sílice, en donde el material que tiene que formar el núcleo de la preforma contiene un óxido volátil y aparece como una capa de sílice dopado que recubre el ánima de un tubo de sílice, en donde el ánima de todo el tubo con su re-  
10 cubrimiento primeramente se contrae y luego finalmente se flexibiliza atravesando repetidamente por una zona caliente a lo largo del tubo mientras que se gira éste alrededor de su eje, en donde durante dicha contracción del ánima se mantiene una ligera sobrepresión en el ánima por una mezcla de  
15 gas que contiene oxígeno y un haluro y oxihaluro del elemento que tiene dicho óxido volátil, pasando dicha mezcla de haluros del óxido volátil a través del tubo, luego a través de un depósito y finalmente a través de una larga conducción no-constrañida cuya conductancia reológica sea lo suficien-  
20 temente pequeña para proporcionar la sobrepresión necesaria dentro del tubo a fin de evitar la tendencia del tubo a aplastarse durante el encojimiento de su ánima, y en donde la concentración del haluro u oxihaluro en relación al oxígeno sea tal que compense al menos en parte las pérdidas del óxido  
25 volátil por volatilización durante el encojimiento del ánima.

          2.- Un método, según el punto 1, en donde el material para formar el núcleo de la preforma contiene dos o más óxidos volátiles y en donde dicha mezcla de gas contiene oxígeno y un haluro u oxihaluro de cada uno de los elementos  
30 que tienen dichos óxidos volátiles.

3.- Un método, según los puntos 1 ó 2 en dónde el núcleo de la preforma contiene óxido volátil de germanio.

4.- Un método según el punto 3, en dónde la mezcla de gas contiene tetracloruro de germanio.

5 5.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en dónde el núcleo de la preforma contiene el pentóxido de fósforo en óxido volátil.

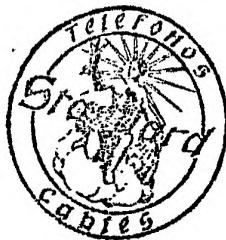
6.- Un método según el punto 5, en dónde la mezcla de gas contiene oxiclорuro de fósforo.

10 7.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en dónde durante la rotación que finalmente flexibiliza el ánima del núcleo se mantiene la sobrepresión necesaria en la porción restante no flexibilizada, para evitar la tendencia del tubo a doblarse durante la flexibilización de su núcleo.

15 8.- Un método para fabricar preformas de fibras ópticas de sílice.

20 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,

13 JUN. 1978

*M. G. Santamaria*  
M. G. SANTAMARIA  
VICE-SECRETARIO-GENERAL

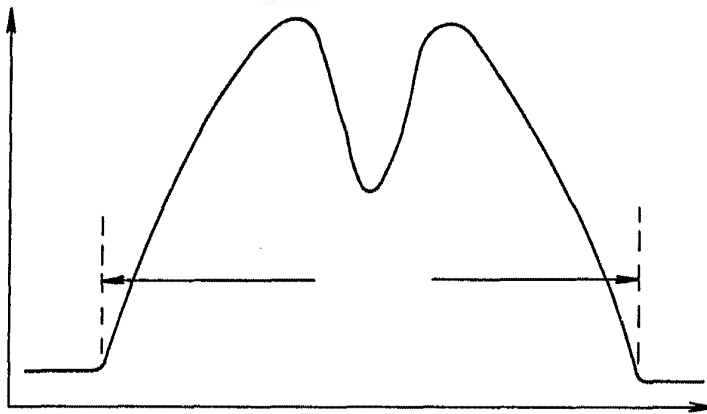


Fig. 1a

13 JUN. 1978

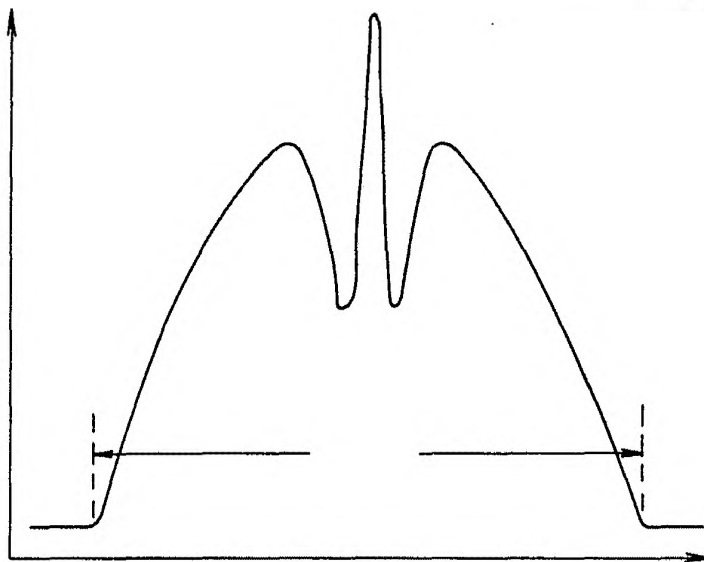
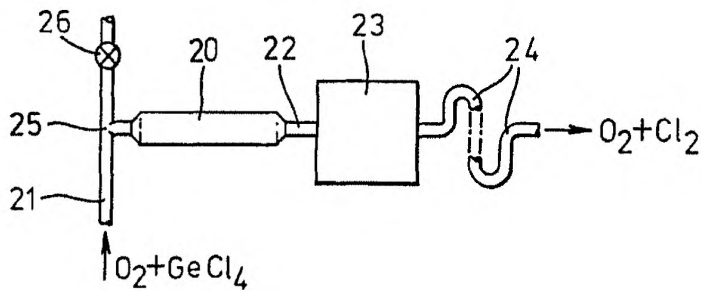


Fig. 1b



*M. G. Santamaria*  
M. G. SANTAMARIA  
VICE-SECRETARIO GENERAL

Fig. 2



13 JUN. 1978

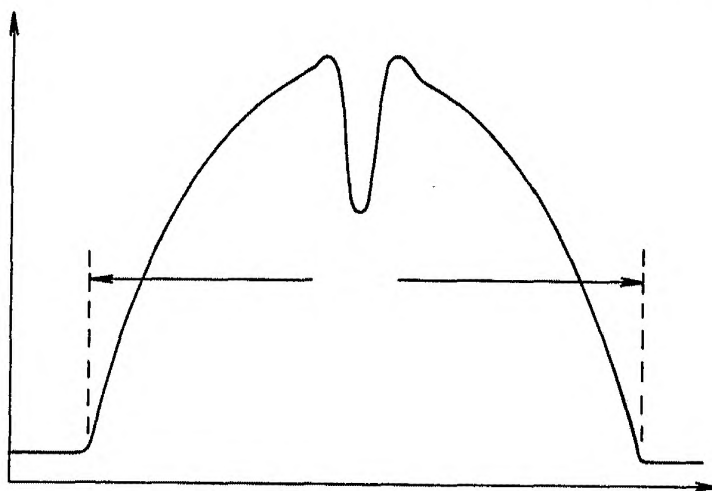


Fig. 3



*M. G. Santamaria*  
M. G. SANTAMARIA  
VICE-SECRETARIO GENERAL