



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 643**

51 Int. Cl.:
C03B 37/018 (2006.01)
C03B 37/014 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04774996 .5**
96 Fecha de presentación : **05.10.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1670729**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.06.2006**

54 Título: **Métodos para fabricar una preforma para fibras ópticas.**

30 Prioridad: **08.10.2003 NL 1024480**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.10.2011

73 Titular/es: **DRAKA FIBRE TECHNOLOGY B.V.**
Zwaanstraat 1
5651 Ca Eindhoven, NL

72 Inventor/es: **Simons, Dennis, Robert;**
Terpsma, Jelle, Philip y
Gooijer, Frans

74 Agente: **Arpe Fernández, Manuel**

ES 2 366 643 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Métodos para fabricar una preforma para fibras ópticas

5 **[0001]** La presente invención se refiere a un Método para fabricar una preforma para fibras ópticas, en el que se realiza una deposición de componentes de formación de vidrio en el interior de un tubo de sustrato de vidrio y en el que la etapa de deposición es una etapa de deposición PCVD (deposición química en fase de vapor asistido por plasma).

10 **[0002]** La deposición de capas de vidrio en el interior de un tubo de sustrato, donde uno o mas gases reactivos y gas que contiene oxígeno son suministrados al mencionado tubo de sustrato, son conocidos per se, por ejemplo en la Patente US No. 6,260,510 a nombre de este solicitante. De acuerdo con el método que es conocido a partir de esta, capas de dióxido de silicio que pueden estar o no dopadas (por ejemplo dióxido de silicio dopado con germanio) recubren la superficie interior de tubo de sustrato que consiste en vidrio de cuarzo, por ejemplo. Dicha reacción de deposición puede llevarse a cabo posicionando el tubo de sustrato a lo largo del eje cilíndrico de la cavidad resonante y posteriormente limpiar el interior del tubo con una mezcla gaseosa que contiene oxígeno, cloruro de silicio y cloruro de germanio, por ejemplo. Después de esto, un plasma localizado se genera en la cavidad para producir una deposición directa de dióxido de silicio dopado con germanio en la superficie interior del tubo de sustrato. Como dicha deposición solo ocurre en las inmediaciones del plasma localizado, la cavidad resonante (y por tanto el plasma) debe ser barrida a lo largo del eje cilíndrico de tubo de sustrato para revestir el uniformemente el tubo de sustrato a lo largo de toda su longitud. Cuando la deposición de la capa es completada, el tubo de sustrato es tratado termicamente de tal manera que se contrae en una barra, que también es llamada preforma óptica. Si el extremo de la preforma óptica es calentado de tal manera que el mencionado extremo empieza a derretirse se puede estirar una fibra óptica a partir de la preforma y enrollarse en una bobina. Dicha fibra óptica tiene por tanto una porción de revestimiento de núcleo que se corresponde al de la preforma óptica. Como el núcleo dopado con germanio tiene un índice de refracción más alto que un revestimiento sin dopar, por ejemplo, la fibra puede actuar como guía de ondas, a saber para su utilización en la propagación de señales ópticas de telecomunicaciones. Debe apuntarse, sin embargo, que la mezcla gaseosa que es descargada en la parte interior del tubo de sustrato puede contener también otros componentes; un compuesto que contenga flúor puede ser añadido causando una reducción del índice de refracción del dióxido de silicio dopado.

20 **[0003]** La Solicitud de patente Europea No. 0 401 742 describe a un proceso OVD donde el dióxido de silicio exento de iones de hidroxilo se deposita en un sustrato que esta localizado en una espacio separado de la atmósfera que le rodea.

35 **[0004]** La Patente US No. 4,162,908 describe un método para fabricar una preforma donde se introduce diclorodifluorometano bajo la llama del quemador de plasma. Sin embargo, no se puede inferir a partir de esta publicación mas información en relación a una atmósfera acondicionada.

40 **[0005]** La memoria de Patente Alemán No. 101 55 134 describe un método para fabricar una preforma donde el contenido de OH esta minimizado. Dicha publicación no menciona que el proceso de deposición se lleve a cabo en un entorno donde el sustrato esta presente en una atmósfera acondicionada con un particular contenido de humedad inferior al de una atmósfera sin acondicionar.

45 **[0006]** La patente Europea EP 0 401 741 describe un método y dispositivo para la deposición de plasma exterior de sílice exento de iones de hidroxilo que consiste en mantener la barra en la que se realiza la deposición de sílice un recinto hermético, separado de la atmósfera que le rodea y provisto de aire atmosférico que es sometido sucesivamente a filtrado, compresión y enfriamiento para drenar la condensación del agua y a una desecación final por absorción.

50 **[0007]** La solicitud Internacional WO 2005/011354 describe que un proceso MCVD requiere que el entorno de procesamiento deba ser controlado atentamente. Un ejemplo es que el vapor de agua en suspensión debe mantenerse al mínimo por que causa reacciones químicas no deseadas que sucesivamente generan los productos que contaminan el vidrio de sílice. Los contenidos de esta Solicitud Internacional como se han presentado se consideran comprendidos en el estado de la técnica relevante al requisito de novedad según el Artículo 54(3) y (4) del EPC de 1973.

55 **[0008]** La solicitud Internacional WO 01/05721 revela un método para producir una preforma que esta substancialmente exenta de impurezas de OH.

60 **[0009]** El uso de esta fibra para fines de telecomunicaciones requiere que la fibra este substancialmente exenta de contaminación, ya que si la fibra se usa en una gran longitud tal contaminación puede causar una atenuación seria de la señal que esta siendo transportada. Como resultado, es importante no solo que el proceso PCVD arriba indicado sea altamente uniforme si no también que el gas reactivo usado para la deposición no contenga ninguna impureza no deseada. Durante la deposición de vapor químico arriba indicado, los átomos de hidrógeno pueden por tanto formar enlaces-OH en las capas de vidrio que han sido depositadas en el interior del tubo de sustrato cuyos enlaces-OH tienen un fuerte efecto adverso en el espectro de transmisión de una fibra estirada de una preforma óptica, en particular teniendo en cuenta la fuerte absorción del mismo a 1240 nm y 1385 nm. Dicha perdida de

absorción debido a la presencia de pequeñas cantidades de impurezas en el material gaseoso inicial pueden cuantificarse de 10 a 20 dB/km para una longitud de onda de 1385nm. Aunque en el estado de la técnica existen métodos para prevenir la incorporación de tales grupos -OH en la fibra óptica de vidrio, por ejemplo mediante la realización de una etapa de cloración siguiendo a la etapa de deposición en el caso de estructuras de vidrio porosas, como se describe en la la Patente US 4,675,038 o añadiendo flúor durante la deposición química en fase de vapor, por ejemplo como se conoce de la patente Europea No. 0 127 227. Ambos métodos del estado de la técnica tienen el inconveniente de que una cantidad adicional de cloro o flúor respectivamente se encontrará en la estructura de vidrio final, llevando al incremento de la pérdida por atenuación causadas por la dispersión de Rayleigh.

[0010] La conducción de luz tiene lugar en una pequeña parte de la fibra óptica de vidrio, a saber el núcleo óptico y en una pequeña parte del revestimiento que recubre el mencionado núcleo. Es importante, por tanto, que las preformas óptica a partir de la cuales la fibra óptica es estirada cuya fibra de vidrio es responsable de la conducción de luz, estén exentas de impurezas, en particular grupos hidroxilo.

[0011] Un aspecto de la presente invención es por tanto proporcionar un método para fabricar una preforma que este sustancialmente exenta de grupos hidróxilo.

[0012] Otro aspecto de la presente invención es proporcionar un método para la fabricación de fibras ópticas, cuyas fibras ópticas presenten pérdidas por atenuación pequeñas causadas por grupos hidroxilo, que muestren un pico de absorción fuerte para 1240 nm y 1385 nm.

[0013] La invención como se indica en la introducción esta caracterizada por que la etapa de deposición se lleva a cabo en un entorno en el que el tubo de sustrato se encuentra en una atmósfera acondicionada, cuya atmósfera acondicionada tiene un contenido de humedad inferior al de una atmósfera sin acondicionar.

[0014] Parece posible conseguir una reducción significativa de las pérdidas por atenuación causadas por grupos hidroxilos mediante el acondicionamiento del entorno de producción en donde la preforma para la fibra de vidrio se fabrica. El término "atmósfera acondicionada" tiene que entenderse que significa una atmósfera que tiene un contenido de humedad inferior al de la atmósfera que generalmente se ha usado hasta ahora.

[0015] Para el proceso de deposición interna en donde los componentes de formación de vidrio son añadidos al interior de un tubo de sustrato, cuyo tubo de sustrato se contrae en una preforma sólida, es preferible que la etapa de contracción se lleve a cabo en un entorno en donde la atmósfera este acondicionada, cuya atmósfera acondicionada tiene un contenido de humedad inferior al de una atmósfera sin acondicionar. Mas realizaciones de la presente invención son definidas en las reivindicaciones adjuntas.

[0016] Preferiblemente, el contenido de humedad de la atmósfera acondicionada es inferior a 5g/kg, el contenido de humedad de la atmósfera acondicionada es en particular inferior a 2g/kg. Cuando el valor del contenido de humedad usado esta por debajo de 5g/kg, la reducción de la atenuación es significativa en comparación con la extensión de los niveles de atenuación que se producen cuando un valor de contenido de humedad normal es usado en atmósferas sin acondicionar, en el que el contenido de humedad normalmente oscila entre 8 y 12 g/kg. Esta fuerte disminución del contenido de humedad de aproximadamente 5g/kg, se asume que es la causa de la sub-saturación de las moléculas de agua en la superficie del sustrato, aunque los inventores de esta patente no desean estar limitados a dicha teoría. En el caso de un valor superior a 5g/kg, la pérdida por atenuación y de la extensión de la misma son sustancialmente independientes del contenido de humedad en el que esta asumido que las moléculas de agua son absorbidas completamente por la superficie del sustrato, de tal forma que incrementos adicionales del contenido de humedad no llevarán a pérdidas por atenuación superiores. El contenido de humedad para la temperatura ambiente de 20° en una atmósfera sin acondicionada es por ejemplo 10,1g/kg con un nivel de humedad relativa del 75% y 5.8g/kg con un nivel de humedad del 40%. La figura adjunta muestra los resultados del experimento llevado a cabo de acuerdo con la presente invención, dentro del marco en el que ambos experimentos PCVD y MCVD ha sido examinados.

[0017] Los inventores adicionalmente han averiguado que una reducción de atenuación adicional puede conseguirse mediante la colocación de la maquina, en la que la deposición y/o contracción tiene lugar, en un entorno que tenga un bajo contenido de humedad durante por un periodo prolongado de tiempo. Después de alrededor de 10 días una reducción adicional de alrededor de 0.01dB/km se obtiene de esta manera. Los inventores asumen que esto tiene algo que ver con la filtración de la atmósfera ambiente en la maquina y la absorción de moléculas de agua en las partes interiores de la maquina a través de las que fluyen los gases reactivos. Es importante por tanto mantener en el entorno un contenido de humedad bajo durante al menos 7 días.

[0018] Dicha reducción del contenido de humedad permite una reducción significativa de la pérdida por atenuación en comparación con la realización que es conocida en el estado de la técnica, en la que la etapa de deposición así como la posible etapa de contracción se lleva a cabo en el aire ambiente o en un entorno sin acondicionar, sin el contenido de humedad reducido. Aunque el término "atmósfera acondicionada" se usa aquí, debe entenderse que también otros gases que secan el aire pueden usarse para acondicionar el entorno, donde el contenido de humedad del mismo es en particular inferior a 5g/kg, mas en particular inferior a 2g/kg.

[0019] La etapa de deposición de la presente invención se lleva a cabo mediante el uso del procedimiento PCVD.

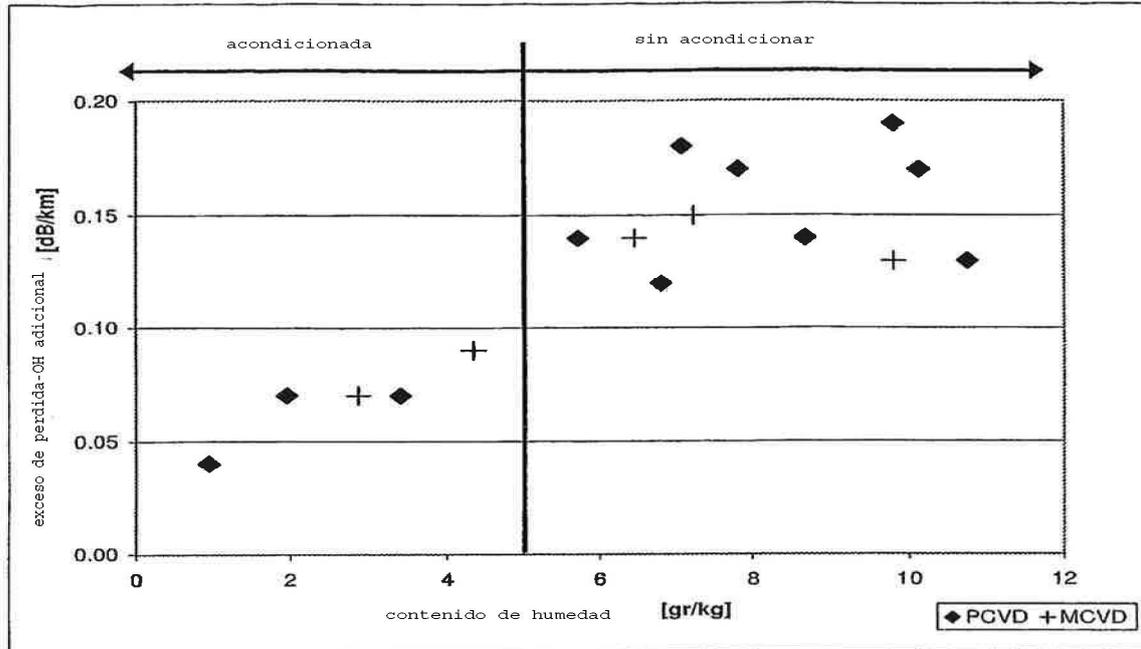
5 [0020] La deposición de vapor exterior (OVD) y la deposición de vapor axial (VAD) pueden ser consideradas como procesos de deposición de vapor externos para la fabricación de preformas ópticas. Tanto el proceso OVD como el VAD utilizan un quemador de oxígeno/hidrógeno para depositar dióxido de silicio, el cual puede estar dopado, en la forma (no sinterizada) denominada "hollín". Los precursores de formación de vidrio se se introducen en la llama y reaccionan ahí, formando una partícula de óxido que se precipita en un sustrato. Se usa un sustrato cilíndrico para la fabricación de barras de núcleo OVD, en el exterior de cuyo sustrato las partículas de hollín se depositan. Después de proceso de deposición, el sustrato es retirado y el tubo tipo hollín hueco es sinterizado y cerrado. El proceso OVD se usa también para barras de núcleo sobrecubierto que han sido fabricados mediante el uso del proceso OVD u otra técnica. En dicha realización, la partículas de hollín se depositan en una barra que has sido ya (parcialmente) sinterizada, después de lo cual es sinterizada totalmente para la obtención de una preforma compuesta. Con el proceso VAD, el crecimiento de barras tipo hollín tiene lugar en dirección axial, que significa que la preforma se hace mas y mas larga durante el proceso de deposición. Dicha Barra VAD también se sinterizada para formar una barra solida después de la deposición de hollín, después de lo cual se produce el sobrecubrimiento de la barra, por ejemplo por medio de un proceso OVD. Debe entenderse que la presente invención no esta relacionada con la realización de una etapa de sinterizado en un entorno acondicionado, sino que la presente invención se refiere explícitamente a las deposición de componentes de formación de vidrio en un sustrato, posiblemente seguida de una etapa de contracción para conformar el sustrato en una preforma solida, cuyas etapas de deposición y contracción son preferiblemente llevados a cabo en una atmósfera acondicionada, cuya atmósfera acondicionada tiene un contenido de humedad inferior al de la atmósfera sin acondicionar que se usa convencionalmente

10
15
20
25 [0021] Usando el procedimiento PCVD, un plasma de baja presión que prevalece en el interior del tubo de sustrato esta de forma reciproca a lo largo del eje longitudinal de tubo de sustrato, como resultado de lo cual se depositan capas en el interior del tubo de sustrato. Después de que las capas hayan sido depositadas de esta manera el tubo de sustrato se contrae en una barra solida, sometimiendolo a un tratamiento de calor externo. El contenido de humedad del entorno en el que la formación de la mencionada barra tiene lugar, preferiblemente durante ambos procesos PCVD y de contracción, se reduce por medio de un sistema de aire acondicionado, en el que la humedad se extrae del aire para conseguir un contenido de humedad inferior a 5g/kg. Un gran numero de barras solidas se han fabricado, usando diferentes valores de contenido de humedad, cuyas barras fueron conformadas posteriormente en fibras óptica. Después, son medidas las perdidas por atenuación de la mencionada fibra óptica para una longitud de onda de 1385nm. Usando el procedimiento MCVD (que esta fuera del alcance de la invención) en el que la deposición en el interior del tubo de sustrato se efectúa por medio de una fuente de calor situada fuera del tubo de sustrato, por ejemplo un quemador de hidrógeno /oxígeno reciprocamente, horno o llama de plasma, y una subsiguiente etapa de contracción, se producen unas preformas ópticas, a partir de las cuales las fibras ópticas son estiradas, de cuyas fibras ópticas se mide las perdidas por atenuación para la longitud de onda arriba indicada. Una atmósfera acondicionada que tenga un contenido de humedad reducido es usado en ambas etapas de deposición y contracción. La Figura adjunta muestra las perdidas por atenuación como una función del contenido de humedad para ambos PCVD y MCVD. Los resultados de los experimentos muestran que para el MCVD las perdidas por atenuación son alrededor de 0.14 dB/km con un contenido de humedad de mas de 5g/Kg, cuyas perdidas se incrementan o disminuyen ligeramente en tanto el contenido de humedad se incrementa adicionalmente. Cuando el contenido de humedad se reduce a un valor inferior a 5g/kg, se observa una disminución significativa. La misma tendencia es medida con el PCVD, en el que las perdidas por atenuación fueron incluso reducidas a un valor inferior a 0.05 dB/km con un contenido de humedad inferior a 2g/kg.

30
35
40

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Método para fabricar una preforma para fibras ópticas, en el que se realiza una deposición de componentes de formación de vidrio en el interior de un tubo de sustrato de vidrio y en el que la etapa de deposición es una etapa de deposición PCVD (deposición química en fase de vapor asistido por plasma) caracterizado por que la etapa de deposición se lleva a cabo en un entorno en el que el tubo de sustrato se encuentra en una atmósfera acondicionada, cuya atmósfera acondicionada tiene un contenido de humedad inferior al de una atmósfera sin acondicionar.
- 10 **2.** Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que después de la mencionada deposición el tubo de sustrato es contraído en una preforma masiva.
- 15 **3.** Método de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que la mencionada etapa de contracción se lleva a cabo en un entorno en el que la atmósfera está acondicionada, cuya atmósfera acondicionada tiene un contenido de humedad inferior al de una atmósfera sin acondicionar.
- 20 **4.** Método de acuerdo con una o más de las anteriores reivindicaciones, caracterizada por que el contenido de humedad de la atmósfera acondicionada es inferior a 5 g/kg.
- 5.** Método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el contenido de humedad de la atmósfera acondicionada es inferior a 2 g/kg.
- 25 **6.** Método para fabricar fibras ópticas, en el que una preforma para fibras ópticas, es fabricada de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 2 a 5 donde un extremo de la mencionada preforma masiva es calentado, después de lo cual una fibra óptica es estirada a partir de ella.
- 30



REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 La lista de referencias citada por el solicitante lo es solamente para utilidad del lector, no formando parte de los documentos de patente europeos. Aún cuando las referencias han sido cuidadosamente recopiladas, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP rechaza toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patente citado en la descripción

- **US 6260510 B [0002]**
- **EP 0401742 A [0003]**
- **US 4162908 A [0004]**
- **DE 10155134 [0005]**
- **EP 0401741 A [0006]**

- **WO 2005011354 A [0007]**
- **WO 0105721 A [0008]**
- **US 4675038 A [0009]**
- **EP 0127227 A [0009]**

10