

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 578 796**

51 Int. Cl.:

C03B 37/018 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2013** **E 13196177 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.04.2016** **EP 2743237**

54 Título: **Procedimiento para activar una superficie interior de un tubo de sustrato hueco para la fabricación de una preforma de fibra óptica.**

30 Prioridad:

11.12.2012 NL 2009962

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

01.08.2016

73 Titular/es:

DRAKA COMTEQ B.V (100.0%)
De Boelelaan 7
1083 HJ Amsterdam, NL

72 Inventor/es:

MILICEVIC, IGOR;
VAN STRALEN, MATTHEUS JACOBUS
NICOLAAS y
HARTSUIKER, JOHANNES ANTOON

74 Agente/Representante:

ARPE FERNÁNDEZ, Manuel

ES 2 578 796 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

Procedimiento para activar una superficie interior de un tubo de sustrato hueco para la fabricación de una preforma de fibra óptica

[0001] La presente invención se refiere a un procedimiento para la activación de una superficie interior de un tubo de sustrato de vidrio hueco para la fabricación de una preforma de fibra óptica, en donde dicha activación es un tratamiento previo de dicho tubo de sustrato de vidrio hueco anterior al comienzo del proceso de deposición.

Antecedentes

[0002] Uno de los procedimientos para fabricación de fibras ópticas comprende depositar múltiples películas o capas finas de vidrio (por ejemplo capas de vidrio) sobre la superficie interior de un tubo de sustrato (hueco). Posteriormente, dicho tubo de sustrato se colapsa para formar una varilla-núcleo, que está opcionalmente entubada o sobre-revestida para formar una preforma de fibra óptica a partir de la cual pueden ser estiradas las fibras ópticas.

[0003] Las capas de vidrio se aplican al interior del tubo de sustrato mediante la introducción de gases de formación de vidrio (por ejemplo, gases reactivos dopados o sin dopar) en el interior del tubo de sustrato desde un extremo (es decir, el lado de suministro del tubo de sustrato). Se depositan capas de vidrio dopado o sin dopar sobre la superficie interior del tubo de sustrato. Los gases se descargan o se retiran desde el otro extremo del tubo de sustrato (es decir, el lado de descarga del tubo de sustrato), opcionalmente utilizando una bomba de vacío. Una bomba de vacío tiene el efecto de generar una presión reducida en el interior del tubo de sustrato.

[0004] Durante un proceso de PCVD (plasma chemical vapour deposition [deposición química en fase de vapor asistida por plasma]) se genera un plasma localizado. En general, desde un generador de microondas, las microondas se dirigen hacia un aplicador a través de una guía de ondas. El aplicador, que rodea un tubo de sustrato de vidrio, acopla la energía de alta frecuencia al plasma. Además, el aplicador y el tubo de sustrato están generalmente rodeados por un horno a fin de mantener el tubo de sustrato a una temperatura de 900 a 1300° C durante el proceso de deposición. El aplicador (y por tanto el plasma que forma) se mueve en vaivén en la dirección longitudinal del tubo de sustrato. Con cada carrera o pasada del aplicador, una capa de vidrio delgada se deposita sobre la superficie interior del tubo de sustrato.

[0005] Por lo tanto, el aplicador se mueve en traslación sobre la longitud del tubo de sustrato dentro de los límites de un horno circundante. Con este movimiento de traslación del aplicador, el plasma también se mueve en la misma dirección. A medida que el aplicador se acerca a la pared interior del horno próxima a un extremo del tubo de sustrato, el movimiento del aplicador se invierte (este punto es un punto de inversión), de manera que se mueve hacia el otro extremo del tubo de sustrato hacia otra pared interior del horno (y otro punto de inversión). El aplicador y por lo tanto el plasma se desplaza en un movimiento en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato. Cada movimiento de vaivén se llama "pasada" o "carrera". Con cada pasada, una fina capa de vidrio es depositada en la superficie interior del tubo de sustrato.

[0006] Normalmente, se genera un plasma únicamente en una parte del tubo de sustrato (por ejemplo, la parte que está rodeada por el aplicador de microondas). Típicamente, las dimensiones del aplicador de microondas son menores que las respectivas dimensiones del horno y el tubo de sustrato. Tan sólo en la localización del plasma los gases reactivos son convertidos en vidrio sólido que se deposita sobre la superficie interior del tubo de sustrato.

[0007] Las pasadas aumentan el espesor acumulado de estas películas delgadas (es decir, el material depositado), lo que disminuye el diámetro interior restante del tubo de sustrato. En otras palabras, con cada pasada, el espacio hueco interior del tubo de sustrato se hace cada vez más pequeño.

[0008] Este plasma provoca la reacción de los gases de formación de vidrio (por ejemplo, O₂, SiCl₄ y por ejemplo GeCl₂ como gas dopante u otros gases) que se suministran al interior del tubo de sustrato. La reacción de los gases de formación de vidrio permite la reacción de Si (silicio), O (oxígeno) y por ejemplo, el dopante Ge (germanio), de manera que de este modo se efectúa la deposición directa en la superficie interior del tubo de sustrato de, por ejemplo, SiO_x dopado con Ge.

[0009] Cuando se completa la deposición, el tubo de sustrato es colapsado térmicamente en una varilla-núcleo maciza. Opcionalmente, la misma se puede recubrir externamente con una capa de vidrio adicional, por ejemplo mediante la aplicación de sílice por medio de un proceso de deposición exterior, o mediante la colocación de la varilla de preforma en un denominado tubo de camisa (o funda) - compuesto de sílice sin dopar - ello, antes del proceso de estirado de la fibra, a fin de aumentar así la cantidad de sílice sin dopar respecto de la cantidad de sílice dopado en la fibra final. Se obtiene así una preforma de fibra óptica. Si un extremo de la preforma se calienta de manera que se vuelva fluida, una fibra de vidrio fina puede ser estirada a partir de la varilla y enrollarse en un carrete; dicha fibra óptica tiene entonces una porción de núcleo y una porción de revestimiento con dimensiones e índices de refracción relativos y correspondientes a los de la preforma. La fibra puede funcionar como una guía de ondas, por ejemplo para utilizar en la propagación de señales de telecomunicación ópticas.

[0010] Ha de tenerse en cuenta que los gases de formación de vidrio que fluyen a través del tubo de sustrato también pueden contener otros componentes. La adición de un dopante tal como C₂F₆ a los gases de formación de vidrio dará lugar a una reducción del valor del índice de refracción de la sílice.

[0011] La utilización de una fibra óptica para fines de telecomunicaciones requiere que dicha fibra óptica, esté sustancialmente exenta de defectos (por ejemplo, discrepancias en el porcentaje de dopantes, indeseable forma

elíptica de la sección transversal y similares), ya que, cuando se considera sobre una longitud grande de la fibra óptica, tales defectos pueden provocar una atenuación significativa de la señal que está siendo transportada. Es importante, por lo tanto, realizar un proceso de PCVD reproducible muy uniforme y, porque la calidad de las capas depositadas por PCVD determinarán finalmente la calidad de las fibras.

[0012] Con el fin de tener una buena adhesión inicial de la capa de vidrio en la pared interior del tubo de sustrato y para evitar la formación de burbujas en estas capas de vidrio depositadas inicialmente, los fabricantes de preformas tienen que tratar previamente el interior del tubo de sustrato hueco antes de iniciar el proceso de deposición. Esto también se llama fase de pulido por plasma o grabado químico por plasma. Por lo tanto, en general, antes de iniciar la deposición de capas de vidrio en el interior del tubo de sustrato, la superficie interior del tubo de sustrato inicial es tratada o activada previamente para lograr una buena adhesión y/o para prevenir efectos no deseados de contaminantes que están presentes en el material de vidrio de partida del tubo de sustrato. Este tratamiento previo o activación, se lleva a cabo generalmente por medio de grabado químico. Este grabado químico se lleva a cabo generalmente por movimiento alternativo de un plasma en el tubo de sustrato mientras que fluye un gas de ataque químico - por ejemplo freón (C_2F_6) y, opcionalmente, un gas portador, tal como oxígeno (O_2) - a través del tubo de sustrato. Tal tratamiento grabará material de vidrio desde el interior del tubo de sustrato. Cabe señalar que cuando se utiliza freón en una mezcla gaseosa con los gases de formación de vidrio el flúor, el freón se incorporará en las capas de vidrio depositadas. En tal caso el freón no funcionará como un gas de ataque químico.

[0013] Los presentes inventores descubrieron que después de un tratamiento de grabado químico interior tal la superficie interior del tubo de sustrato no es grabado químicamente de manera uniforme, es decir, existen diferencias severas en la cantidad de material que se ha eliminado por grabado químico para diferentes posiciones radiales y/o longitudinales. Los presentes inventores han descubierto que este grabado químico no uniforme se produce por el grabado químico preferente del tubo de sustrato que puede variar entre tubos de sustrato (lotes).

[0014] Sin desear permanecer ligados a una teoría particular, se sugiere por los presentes inventores que existe una falta de homogeneidad de material dentro de la superficie interior del tubo de sustrato y que algunas partes se graban en un grado mayor que otras partes. El grabado químico preferente dará lugar a perturbaciones locales en el vidrio depositado en el proceso de PCVD posterior que forma dicha preforma de fibra óptica. Estas perturbaciones locales pueden adoptar la forma de pequeñas hendiduras o agujeros. El efecto de este proceso de grabado químico desigual es que se aumentará la rugosidad de la superficie interior del tubo de sustrato hueco. En otras palabras, las hendiduras o agujeros se aumentan.

[0015] Como se ha descrito anteriormente dichas perturbaciones locales son indeseadas, ya que podrían conducir a una disminución en la calidad de las fibras ópticas producidas. Esto es debido al hecho de que si la superficie inicial del tubo de sustrato tiene irregularidades, la deposición de capas de vidrio en la mayoría de los casos aumenta la rugosidad inicial. Los presentes inventores han observado que cuando se lleva a cabo una etapa de activación de la técnica anterior por grabado químico del tubo de sustrato, las hendiduras del interior del tubo de vidrio darán lugar a la formación de gotitas o salientes en las capas de vidrio que se depositan subsiguientemente.

[0016] Debido a este fenómeno, en el proceso de deposición de vapor interior de las capas de vidrio, al aumentar la cantidad de material de vidrio depositada, esta rugosidad inicial creará perturbaciones en el producto final, es decir, una guía de ondas óptica. Esto es especialmente grave para una fibra óptica de modos múltiples porque el perfil de índice de refracción también será modificado dando como resultado una degradación de la calidad, es decir, de propiedades ópticas uniformes. Con los procedimientos de activación de la técnica anterior se han observado desviaciones del índice de refracción deseado en dirección longitudinal. En otras palabras, el índice de refracción no es estable en dirección longitudinal lo cual resulta indeseable.

[0017] Varias publicaciones en la bibliografía de patentes se refieren a este aspecto.

[0018] El documento EP 2 008 978 A1, se refiere a un procedimiento para la deposición de capas de vidrio en la superficie interior del tubo de sustrato hueco, en el cual la deposición de capas de vidrio se interrumpe mediante la realización de una etapa intermedia, cuya etapa intermedia comprende suministrar un gas de ataque químico conteniendo flúor dentro del tubo de sustrato hueco. Esta etapa intermedia elimina hollín depositado fuera de la zona de deposición de vidrio, es decir, el hollín depositado fuera de la zona de plasma. Esta solicitud se refiere a un proceso de grabado químico de una pequeña porción del tubo de sustrato.

[0019] El documento US 4.493.721, se refiere a un procedimiento de fabricación de fibras ópticas, en cuyo procedimiento la superficie interior de un tubo de sustrato es grabado químicamente con un compuesto de flúor antes de iniciar el proceso de deposición propiamente dicho. Después de la etapa de grabado químico, se depositan las primeras capas de vidrio.

[0020] El documento JP62021724A, se refiere a un procedimiento para pulir la superficie interior de un tubo de vidrio por medio de una llama de plasma generada en el tubo de vidrio.

[0021] Otro procedimiento de grabado químico, es mediante lavado del interior de un tubo de sustrato hueco ácido fluorhídrico que es un material altamente peligroso e indeseable desde el punto de vista medio ambiental y de seguridad.

Objeto de la invención

[0022] Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para activar la superficie interior de un tubo de sustrato que no induzca un aumento de las irregularidades de la superficie interior.

[0023] Otro objeto de la presente invención, es proporcionar un procedimiento para fabricar una preforma para fibras ópticas por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interior, en el que la formación de burbujas en las capas de vidrio se reduce al mínimo.

[0024] Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para fabricar una preforma para fibras ópticas por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interior, en el que la unión inicial de capa de vidrio en el interior del tubo de sustrato hueco es tal que la formación de grietas en las capas de vidrio así depositados se reducen a un mínimo.

[0025] Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para fabricar una preforma para fibras ópticas por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interior en el que no se aumenta de manera sustancial la rugosidad del interior del tubo de sustrato hueco después de realizar una etapa de grabado químico.

[0026] Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para fabricar una preforma para fibras ópticas por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interior, en el que la rugosidad inicial de la superficie interior del tubo de sustrato hueco es tal que no está presente formación de capa de cristal alguna con irregularidades perturbadoras.

[0027] Existe por tanto necesidad de tener un tratamiento previo o de activación del tubo de sustrato que mejore la lisura de la superficie interior con el fin de aumentar la homogeneidad de las capas de vidrio depositadas posteriores.

Sumario de la invención

[0028] La presente invención se refiere en un primer aspecto a un procedimiento para activación de una superficie interior de un tubo de sustrato de vidrio hueco para la fabricación de una preforma de fibra óptica, cuyo procedimiento comprende las etapas de:

i) depositar varias capas de vidrio de activación sobre dicha superficie interior de dicho tubo de sustrato hueco por medio de un proceso de PCVD; en el que el espesor de las capas de vidrio de activación es de, al menos, 10 micrómetros y como máximo 250 micrómetros;

ii) eliminar, al menos, parcialmente dichas capas de activación depositadas en la etapa i) por medio de un proceso de grabado químico, en el que las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, al menos, el 30%.

[0029] En una forma de realización del presente procedimiento el proceso de grabado químico es grabado químico por plasma con un gas de ataque químico.

[0030] En otra realización del presente procedimiento dicho gas de ataque químico es un gas de ataque químico que contiene flúor.

[0031] Aún en otra realización de la presente invención, dicho gas de ataque químico comprende un compuesto fluorado exento de hidrógeno y un gas portador.

[0032] En otra realización del presente procedimiento dicho gas de ataque químico se selecciona del grupo, consistente en CCl_2F_2 , CF_4 , C_2F_6 , SF_6 , F_2 y SO_2F_2 , o una combinación de los mismos.

[0033] En aún otra realización del presente procedimiento, dicho gas portador se selecciona del grupo que consiste en oxígeno (O_2), nitrógeno (N_2) o argón (Ar). En otra una realización del presente procedimiento dicho gas de ataque químico que contiene flúor es una mezcla de, al menos, O_2 y C_2F_6 y/o SF_6 .

[0034] En aún otra realización del presente procedimiento, en el proceso de PCVD de la etapa i), se utilizan gases de formación de vidrio sin dopar.

[0035] En todavía otra realización del presente procedimiento, como los mencionados gases de formación de vidrio sin dopar se utiliza una mezcla de, al menos, O_2 y SiCl_4 .

[0036] Aún en otra realización del presente procedimiento, el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es de, al menos, 25 micrómetros.

[0037] Además en otra realización del presente procedimiento el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es de, al menos, 50 micrómetros.

[0038] En aún otra realización del presente procedimiento el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es como máximo de 125 micrómetros.

[0039] En todavía otra realización del presente procedimiento el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es como máximo de 75 micrómetros.

[0040] Aún en otra realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación tal como se depositaron en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, al menos, el 40%.

[0041] En otra realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i), se eliminan en una cuantía de, al menos, menos el 50%.

[0042] También en otra realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i), se eliminan en una cuantía de a lo sumo el 100%.

[0043] Además en otra realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i), se eliminan en una cuantía de, a lo sumo, el 90%, u opcionalmente en una cuantía del 95% o incluso del 99%.

[0044] Aún en otra realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i), se eliminan en una cuantía de a lo sumo el 80%.

[0045] En aún otra realización de la presente invención, la deposición de vidrio durante la etapa i) se lleva a cabo a lo largo de la longitud del tubo de sustrato hueco.

[0046] También en otra realización de la presente invención, la deposición de vidrio durante la etapa i) se lleva a cabo a lo largo de, al menos, el 80%, preferiblemente, al menos, el 90%, más preferiblemente, al menos, el 95% de la longitud del tubo de sustrato hueco.

[0047] Los presentes inventores han descubierto que uno o más de los objetos de la presente invención se alcanzan mediante el presente procedimiento.

Definiciones utilizadas en la presente descripción

[0048] Las siguientes definiciones se utilizan en la presente descripción y en las reivindicaciones para definir el objeto asunto indicado. Otros términos que no se citan a continuación se entienden que tienen el significado generalmente aceptado en el ámbito.

- "activación" tal como se utiliza en la presente descripción en combinación con el tubo de sustrato hueco significa: tratamiento previo de un sustrato tubular hueco antes de comenzar el proceso de deposición - por lo general antes de comenzar un proceso convencional CVD (deposición química en fase de vapor) en el interior del tubo de sustrato hueco. La activación se lleva a cabo en la superficie inicial, original o virgen del tubo de sustrato. Cabe señalar que durante la activación de acuerdo con la presente invención se deposita una pluralidad de capas de activación. Sólo la primera capa tendrá contacto directo con la superficie inicial, original o virgen del tubo de sustrato. Sin embargo, el proceso completo de deposición de una pluralidad de capas de activación se considera como "activación".

- "superficie interna" tal como se utiliza en la presente descripción significa: superficie interior o interna del tubo de sustrato hueco.

- "tubo de sustrato hueco" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un tubo alargado que tiene una cavidad interior; generalmente, durante la fabricación de una preforma se proporciona al interior de dicho tubo (o recubre) una pluralidad de capas de vidrio.

- "la longitud del tubo de sustrato hueco" tal como se utiliza en la presente descripción significa: la longitud efectiva del tubo total de sustrato hueco, siendo la longitud del tubo de sustrato en la que puede ser generado un plasma y en la que puede producirse la deposición de vidrio.

- "cavidad" tal como se utiliza en la presente descripción significa: el espacio rodeado por la pared del tubo de sustrato.

- "cristal" o "material de vidrio" tal como se utiliza en la presente descripción significa: óxido de material cristalino o vítreo (vítreo) - por ejemplo, sílice (SiO_2) o incluso cuarzo - depositado por medio de un proceso de deposición en fase de vapor.

- "sílice" tal como se utiliza en la presente descripción significa: cualquier sustancia en forma de SiO_x , sea o no estequiométrica, y sea o no cristalina o amorfa.

- "capas de vidrio de activación" como se utiliza en la presente descripción significa: capas de material de vidrio que se utilizan para activar la superficie interior del tubo de sustrato hueco. Se deposita una pluralidad de capas de activación. Sólo la primera capa tendrá contacto directo con la superficie inicial, original o virgen del tubo de sustrato. Pero todas las capas depositadas durante la etapa i) se consideran capas de activación.

- "Proceso de grabado químico" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un proceso de eliminación de los materiales de vidrio a través de acción química.

- "Gas de ataque químico" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un compuesto de grabado químico gaseoso utilizado durante el proceso de grabado químico; un gas de ataque químico es un gas, que en las condiciones apropiadas (por ejemplo, temperatura y concentración) es capaz de eliminar materiales de vidrio a través de acción química.

- "grabado químico por plasma" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un proceso de grabado químico en el cual las condiciones de grabado químico para un gas de ataque químico se crean o se mejoraron en un plasma.

- "gas de ataque químico conteniendo flúor" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un gas de ataque químico que contiene flúor y/o uno o más compuestos fluorados.

- "compuesto fluorado" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un compuesto que comprende unido al menos un átomo de flúor, por ejemplo, un hidrocarburo fluorado.

- "Compuesto fluorado exento de hidrógeno" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un compuesto per-fluorado; un compuesto fluorado en el que no están presentes átomos de hidrógeno, por ejemplo, un hidrocarburo fluorado en el que todos los átomos de hidrógeno han sido reemplazados por átomos de flúor.

- "gas portador" tal como se utiliza en la presente descripción significa: un gas que diluye la concentración de gas de ataque químico, sin reaccionar directamente con dicho gas de ataque químico.

- "gases de formación de vidrio" como se utiliza en la presente descripción significa: gases reactivos utilizados durante el proceso de deposición para formar capas de vidrio.

- "gases de formación de vidrio sin dopar" tal como se utiliza en la presente descripción significa: gases sin dopantes añadidos intencionalmente que son capaces de reaccionar con el vidrio de sílice esencialmente puro.

- "cuantía de eliminación de las capas de vidrio de activación" como se utiliza en la presente descripción significa: el porcentaje de las capas de vidrio de activación que se elimina; esto se puede calcular, por ejemplo, por la diferencia de espesor del número total de capas de vidrio de activación antes y después de la eliminación o calculando el peso del vidrio depositado y vidrio eliminado.

Descripción detallada de la presente invención

[0049] La presente invención se refiere por tanto a un procedimiento de activación del sustrato tubular hueco utilizado para la fabricación de una preforma de fibra óptica. Una capa de vidrio (delgada) (en forma de varias capas de vidrio de activación) se deposita y posteriormente se elimina parcial o totalmente por grabado químico.

[0050] Los presentes inventores han descubierto que la etapa de grabado químico – requerida para obtener una buena adherencia - tiene algunos efectos secundarios negativos. Los presentes inventores han descubierto que el tubo de sustrato tal como se suministra (es decir, el tubo de sustrato original), por ejemplo, puede ser no homogéneo en su composición. Esta falta de homogeneidad dará lugar a un grabado químico preferente, es decir, grabado químico de materiales que tienen un efecto diferente en diferentes partes de la superficie interior del tubo de sustrato.

[0051] En otras palabras, el grabado químico no es homogéneo sobre la superficie interior del tubo de sustrato. Esta falta de homogeneidad produce problemas graves durante las etapas de deposición. Los presentes inventores han descubierto que llevando a cabo la etapa de grabado químico sobre capas depositadas durante la PCVD en lugar de sobre el tubo de sustrato inicial en sí, se mantienen las ventajas del proceso de grabado químico (es decir, la adherencia mejorada) mientras que los efectos secundarios negativos del grabado químico (la creación de superficie sin homogeneidad) se ven disminuidos o incluso eliminados por completo.

[0052] Los presentes inventores suponen que cuando capas de vidrio de activación depositadas por PCVD, se retiran, la superficie interior del tubo de sustrato obtenido es mucho más lisa y uniforme que la superficie inicial (es decir, original o virgen) de un sustrato antes de la deposición de las capas de vidrio preliminares y el grabado químico de las mismas.

[0053] De acuerdo con el presente procedimiento, debe entenderse que la formación de capas de vidrio de activación (o preliminar) es una etapa de proceso esencial en la presente invención y la deposición de estas capas de vidrio de activación tiene lugar antes de llevar a cabo el proceso de deposición propiamente dicho.

[0054] Estas capas de vidrio de activación serán (parcial o de manera preferible casi completamente) retiradas del interior del tubo de sustrato hueco mediante la etapa de grabado químico anteriormente discutida. Y después de la eliminación de estas capas de vidrio de activación tendrá lugar el proceso de deposición de capas de vidrio propiamente dicho, es decir, la formación de capas de vidrio en el interior que da como resultado una preforma con un perfil de índice de refracción específico. Las capas de vidrio de activación no contribuyen al perfil de índice de refracción deseado. Estas capas de vidrio de activación han de ser eliminadas (parcial o totalmente) antes de realizar el proceso de deposición propiamente dicho. La función de la eliminación de estas capas de vidrio de activación, es crear una superficie del tubo de sustrato interior que sea lisa, sin irregularidades y ni alteraciones indeseadas y adecuada como superficie para la deposición subsiguiente de capas de vidrio para la creación del perfil de índice de refracción específico deseado.

[0055] Durante el proceso de PCVD realizado en la etapa i) de la presente invención, en general, se llevan a cabo varias etapas. Estas etapas son las siguientes:

- a) proporcionar un tubo de sustrato de vidrio hueco con una superficie interior;
- b) calentar dicho sustrato tubular hueco a una temperatura de, al menos, 1000 °C (grados Celsius),
- c) suministrar dentro de dicho tubo de sustrato hueco uno o más gases de formación de vidrio;
- d) depositar varias capas de vidrio de activación en dicha superficie interior de dicho tubo de sustrato hueco; y
- e) finalizar el suministro de gases de formación de vidrio a dicho tubo hueco sustrato.

[0056] En general, dicho tubo de sustrato hueco, tiene un lado de suministro y un lado de descarga. Dicho tubo de sustrato hueco se puede considerar como consistente en una pared que encierra una cavidad. En otras palabras, en el interior de dicho tubo de sustrato hueco está presente una cavidad.

[0057] Dicho tubo de sustrato hueco puede considerarse que tiene una superficie exterior (en otras palabras, la superficie exterior de la pared de dicho tubo de sustrato hueco) y una superficie interior (en otras palabras, la superficie interior de dicha pared de dicho tubo de sustrato hueco). Dicha superficie interior de dicho tubo de sustrato está en contacto con dicha cavidad presente en el interior del tubo de sustrato. En una realización, dicho tubo de sustrato hueco es de forma cilíndrica y por tanto proporciona (o encierra) una cavidad cilíndrica.

[0058] En general, dichos uno o más gases formadores de vidrio se introducen en dicho tubo de sustrato hueco a través del lado de suministro del mismo. Dichos gases se introducen en dicha cavidad presente en el interior de dicho tubo de sustrato hueco.

[0059] En otras palabras, se aumenta el espesor de la pared de dicho tubo de sustrato hueco. El aumento de espesor de la pared, está relacionado con el número y el grosor de las capas de vidrio de activación. Aún en otras palabras, la cavidad presente dentro de dicho tubo hueco sustrato se reduce de tamaño. La disminución, está relacionada con el número y el grosor de las capas de vidrio de activación. La deposición tiene lugar generalmente mediante la creación de ciertas condiciones de temperatura en, al menos, una parte de dicho tubo de sustrato hueco. Preferiblemente, una zona de reacción (o zona de plasma) está presente dentro de dicho tubo de sustrato hueco. Dicha zona de reacción se define como una zona o porción en la cual se lleva a cabo el depósito de vidrio. En otras palabras, en dicha zona de reacción se crean condiciones de temperatura adecuadas para la deposición de capas de vidrio. Preferiblemente, dicha zona de reacción tiene la longitud de sólo una parte de la longitud del tubo de sustrato hueco. En una realización de este tipo, con el fin de obtener la deposición de vidrio a lo largo de la longitud del tubo total de sustrato hueco dicha zona de reacción mueve - preferiblemente en vaivén - a lo largo del eje longitudinal de dicho tubo de sustrato hueco. Preferiblemente, entre un punto de inversión próximo al lado de suministro y un punto de inversión próximo al lado de descarga de dicho tubo de sustrato hueco.

[0060] Por finalización se significa suspender o detener el suministro de los gases de formación de vidrio al interior de dicho tubo de sustrato hueco. Esto detendrá el proceso de deposición. En otras palabras, esta etapa e) también se puede formular como finalización de la deposición de capas de vidrio de activación.

[0061] El proceso de grabado químico de la etapa ii) del presente procedimiento comprende preferiblemente la etapa de suministrar un gas de ataque químico (o varios gases de grabado químico) en dicho tubo de sustrato hueco. Este gas de ataque químico reacciona con las capas de vidrio de activación depositadas a través de un proceso conocido *per se*. Esto eliminará (parte de) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i).

[0062] Esta etapa de grabado químico, es por tanto una etapa de hacer pasar un compuesto gaseoso de ataque químico a través del interior de dicho tubo de sustrato hueco, preferiblemente a través del lado de suministro del mismo. Esta etapa asegura la eliminación de, al menos, una parte de o la totalidad de las capas de vidrio de activación que se han depositado previamente. Esta eliminación se lleva a cabo por medio de grabado químico. El resultado del procedimiento de acuerdo con la presente invención es por lo tanto un tubo de sustrato hueco que tiene una superficie interior activada.

[0063] La presente invención, se refiere además con un proceso de fabricación de una preforma para fibras ópticas por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interior, cuyo procedimiento comprende las etapas de proporcionar un tubo de sustrato hueco que tiene una superficie interior activada; suministrar gases de formación de vidrio dopados o sin dopar al tubo de sustrato hueco que tiene una superficie interior activada (preferentemente a través del lado de suministro del mismo); depositar varias capas de vidrio en el interior del tubo de sustrato hueco; colapsar o consolidar el tubo de sustrato obtenido de este modo en una preforma de fibra óptica.

[0064] Las siguientes formas de realización para la presente invención son aplicables a todos los aspectos de la presente invención.

[0065] En una realización de la presente invención se utiliza un gas de ataque químico que contiene flúor.

[0066] En otra realización, dicho gas de ataque químico conteniendo flúor, incluye un fluorocarbono libre de hidrógeno y un gas portador. La ventaja de esto es que la ausencia de átomos de hidrógeno, impide la introducción de grupos hidroxilo durante el proceso de deposición. Estos grupos hidroxilo producirían un aumento en la atenuación de la fibra óptica resultante de la preforma de fibra óptica preparada a partir del tubo de sustrato activado.

[0067] El gas de ataque químico se selecciona preferiblemente del grupo consistente CCl_2F_2 , CF_4 , C_2F_6 , SF_6 , F_2 y SO_2F_2 , o una combinación de los mismos.

[0068] Preferiblemente, dicho gas de ataque químico se utiliza en presencia de un gas portador, tal como oxígeno, nitrógeno o argón.

[0069] Cuando se utiliza un compuesto de fluorocarbono (compuesto de carbono fluorado) como gas de ataque químico, es posible que tenga lugar la deposición de carbono elemental. Sin desear estar ligado por una teoría, los inventores proponen que los átomos de flúor del gas de ataque químico se ocupan del proceso de grabado químico y los átomos de carbono del gas de ataque químico se depositan en la superficie interior del tubo de sustrato. En algunos casos se encontró que se forma una película negra. Se prefiere el uso de oxígeno (O_2) como gas portador cuando se utiliza un compuesto de fluorocarbono. Se ha descubierto por los inventores que el oxígeno reacciona con la parte de carbono del gas de ataque químico para evitar la deposición de carbono (C).

[0070] Ejemplos de gases de grabado químico preferidos incluyen, pero no sin limitarse, CF_4 , SF_6 , NF_3 , C_2F_6 , C_4F_8 , CHF_3 , CClF_3 , CCl_2F_2 , CCl_3F , SiF_4 y familia de combinaciones particularmente preferidas de gas reactivo de grabado químico que es compuesto gaseoso a base de flúor. Más preferiblemente, el primer gas de ataque químico se selecciona del grupo consistente en CF_4 , SF_6 , NF_3 , C_2F_6 , C_4F_8 , CHF_3 , SiF_4 y combinaciones de los mismos.

[0071] La concentración del gas de ataque químico y la temperatura a la que el gas fluye a través de la superficie del material de óxido presente en el interior del tubo de sustrato hueco, afecta a la tasa de eliminación del material de óxido depositado y/o región contaminada por el gas de ataque químico. Preferiblemente, la combinación de la temperatura y concentración de gas de ataque químico, son suficientes para permitir una tasa de grabado químico alta (tasa de eliminación) del material de óxido depositado, que de manera óptima resulta en la disminución del tiempo de procesamiento del tubo de sustrato. La temperatura de la etapa de grabado químico es menor de aproximadamente 1300°C , más preferiblemente menor de aproximadamente 1250°C y más preferiblemente menor de aproximadamente 1.200°C .

[0072] Con las tasas de eliminación altas, el flúor tiende a difundirse en el material de óxido depositado restante más rápidamente de lo que puede retirarse el material de óxido a través de grabado químico. Esto crea en el material de óxido depositado una capa de contaminación de flúor, que a su vez cambia el índice de refracción del material de óxido restante, y por tanto de la preforma resultante, y en última instancia de la fibra óptica extraída de este material. Esa capa contaminación debe ser eliminada durante la etapa de grabado químico.

[0073] En una realización del presente procedimiento, el gas de ataque químico conteniendo flúor es una combinación de C_2F_6 y O_2 . La ventaja de esta combinación se citó anteriormente.

[0074] De acuerdo con una forma de realización preferida en la etapa i), se utilizan gases de formación de vidrio sin dopar. Por tanto las capas de vidrio así depositadas no tendrán influencia alguna sobre las propiedades ópticas finales de las fibras. Además, las capas de vidrio preliminares formadas a partir de gases de formación de vidrio sin dopar pueden ser fácilmente eliminadas mediante la etapa de grabado químico. Un ejemplo preferido es una mezcla de SiCl_4 y O_2 .

[0075] Las capas de activación tienen un grosor mínimo de, al menos, 10 micrómetros, preferiblemente de, al menos, 25 micrómetros, más preferiblemente de, al menos, 50 micrómetros. Este espesor mínimo asegurará los

beneficios del proceso de grabado químico. Por tanto para que el grabado químico tenga un efecto suficiente, debe ser realizado preferiblemente a través de un espesor de, al menos, 10 micrómetros.

[0076] Las capas de activación tienen un grosor máximo de, a lo sumo, 250 micrómetros, preferiblemente de, como mucho 125 micrómetros, más preferiblemente de, como máximo, 75 micrómetros. El espesor máximo se selecciona porque no existe, con respecto al proceso de grabado químico, beneficio alguno en aumentar adicionalmente el espesor y un aumento adicional del espesor dará lugar a costes adicionales de material, desgaste del equipo y costes de mano de obra.

[0077] Existe por tanto un intervalo óptimo para el espesor de las capas de activación, equilibrando, por una parte un espesor mínimo para el efecto técnico y por otro lado el espesor máximo por razones de costes.

[0078] Las capas de activación se retiran por grabado químico parcial o totalmente. En la presente invención es muy importante que, durante la etapa de grabado químico el tubo de sustrato en sí, nunca sea objeto grabado químico. En otras palabras, sólo las capas de activación deben ser objeto de grabado químico.

[0079] Las capas de activación tal como se depositaron en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, al menos, el 30%.

[0080] En otra una forma de realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación tal como se depositaron en la etapa i), se eliminan en una cuantía de, al menos, el 40%, más preferiblemente, al menos, el 50%.

[0081] En aún otra una forma de realización del presente procedimiento, durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación tal como se depositaron en la etapa i), se eliminan en una cuantía de, a lo sumo, el 100%, preferiblemente como máximo el 99%, o incluso el 95%, o más preferentemente como máximo el 90% o incluso como máximo el 85% o el 80%.

[0082] Las capas de activación de este modo pueden ser totalmente retiradas por grabado químico, sin embargo debe tenerse cuidado de que el tubo de sustrato no se vea afectado por el proceso de grabado químico.

[0083] Si la totalidad de las capas de vidrio de activación depositadas no se puede quitar, en el interior del tubo de sustrato hueco se mantendrán algunas capas de vidrio. En tal situación, se prefiere tener capas de vidrio restantes, cuya composición no afecte al perfil de índice de refracción final, es decir, capas de vidrio construidas de materiales formadores de vidrio sin dopar.

[0084] Durante la deposición de las capas de vidrio de activación, se prefiere que la zona de reacción se mueva en vaivén entre un punto de inversión próximo al lado de suministro y un punto de inversión próximo al lado de descarga del tubo de sustrato hueco. Este movimiento dará lugar a una zona de reacción homogénea para la deposición varias capas de vidrio de activación.

[0085] La zona de reacción es, preferiblemente, un generador de plasma, en el que la potencia de plasma se ajusta preferiblemente a un valor comprendido entre 1 y 10 kW, de modo que se evita, en particular, la fusión del tubo de sustrato.

[0086] El presente procedimiento se ilustrará con uno o más ejemplos. Estos ejemplos se proporcionan solamente para ilustrar el propósito y no están destinados a limitar el alcance de la presente invención.

Ejemplo 1

[0087] Un tubo de sustrato hueco de cuarzo fue fabricado por medio de un proceso de PCVD estándar como se conoce por la patente holandesa NL 1 023 438 a nombre de la presente solicitante.

[0088] Un tubo de sustrato hueco que tiene un lado de suministro y un lado de descarga fue colocado en un horno, en cuyo horno está presente un aplicador, cuyo aplicador puede moverse en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato hueco dentro del horno. A través de una guía de ondas se suministra al aplicador energía de microondas, a fin de crear condiciones de plasma en el interior del tubo de sustrato hueco, cuyas condiciones de plasma sirven para depositar capas de vidrio en el interior del tubo de sustrato hueco. El plasma generado por el aplicador puede estar presente levemente fuera de la zona rodeada por el aplicador.

[0089] El tubo de sustrato de cuarzo hueco se calentó a una temperatura de 1.120° C y se inició la deposición de capas de vidrio preliminares mediante el suministro de una mezcla de SiCl_4 y O_2 al lado de suministro del tubo de sustrato. La fase de calentamiento duró varios minutos: 3 a 10 minutos.

[0090] Después calentar suficientemente el tubo de sustrato, se inicia la deposición de capas de sílice sin dopar que se lleva a cabo a una tasa de 2,5 gramos por minuto. Durante esta deposición se utilizó una pasada en longitud del aplicador, es decir desplazando el aplicador en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato hueco dentro del horno. Esta deposición de capas de vidrio sin dopar preliminares se llevó a cabo durante aproximadamente 5 minutos. La cantidad total de material depositado fue de alrededor de 12,5 gramos con un espesor de aproximadamente 100 micrómetros.

[0091] Después de la deposición de capas de vidrio sin dopar preliminares, se llevo a cabo una etapa de grabado químico mediante el suministro al interior del tubo de sustrato hueco de un gas de ataque químico conteniendo flúor, que es una combinación de C_2F_6 y O_2 .

[0092] Durante esta etapa de grabado químico las capas de vidrio preliminares depositadas, se eliminan de la superficie interior del tubo en una cuantía del 90%. La duración de esta fase de grabado químico fue de unos 9 minutos dando como resultado una superficie del tubo de sustrato que está suficientemente activada y preparada para la ulterior deposición de las capas de vidrio para crear el perfil de índice de refracción específico deseado.

[0093] Después de la fase de grabado químico de acuerdo con la presente invención, se llevó un proceso de deposición PCVD estándar. Tal proceso de deposición química en fase de vapor interna, se llevó a cabo moviendo

el plasma en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato hueco a una velocidad de 20 m/min, estando colocado dicho tubo de sustrato hueco, en el interior de un horno. El horno se ajustó a una temperatura de 1000° C, utilizando una potencia de plasma de 9 kW. La velocidad de deposición de capas de vidrio en el interior del tubo de sustrato hueco así posicionado fue de 3,1 g/min, a partir de SiO₂, ascendiendo la presión dentro del tubo de sustrato hueco a aproximadamente 10 mbar. Una composición de gas que consta de O₂, SiCl₄, GeCl₄ y C₂F₆, se suministró al interior del tubo de sustrato hueco. El tubo de sustrato así obtenido estaba listo para ser colapsado en una preforma maciza.

Ejemplo 2

[0094] Se siguió el procedimiento de acuerdo con el ejemplo 1. La diferencia fue que durante la etapa de grabado químico las capas de vidrio preliminares depositadas se eliminaron de la superficie interior del tubo en una cuantía del 45%. La duración de esta fase de grabado químico fue de alrededor de 4,5 minutos.

[0095] La diferencia entre el ejemplo 2 y el ejemplo 1, es que el tiempo total requerido para la activación se redujo, de modo que se aumentó la producción de varillas de núcleo a partir de un equipo.

[0096] Se encontró que las varillas de núcleo producidas con el procedimiento de la invención según el ejemplo 1 o el ejemplo 2, contenían menos burbujas, grietas u otras faltas de homogeneidad que varillas de núcleo producidas con tubos de sustrato que han sido objeto de grabado químico de plasma de acuerdo con la técnica anterior (a saber, grabado químico por plasma del tubo de sustrato en sí mismo).

[0097] Por lo tanto el proceso de acuerdo con la presente invención conduce a una reducción en la tasa de rechazo de preformas, lo cual resulta ventajoso.

[0098] Cuando se producen varillas de núcleo para las fibras ópticas de modo múltiple con el procedimiento de la invención según el ejemplo 1 o el ejemplo 2, el perfil de índice de refracción de las fibras de modo múltiple resultantes contenía menos perturbaciones o desviaciones del perfil ideal que las fibras ópticas obtenidas a partir de varillas de núcleo producidas con tubos de sustrato que han sido objeto de grabado químico por plasma de acuerdo con la técnica anterior (a saber, grabado químico por plasma del tubo de sustrato en sí mismo).

[0099] Por lo tanto el proceso de la presente invención da como resultado un mayor rendimiento de las fibras de modo múltiple de gama alta, tales como fibras de modo múltiple OM-3 u OM-4.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Procedimiento para activar una superficie interior de un tubo de sustrato de vidrio hueco para la fabricación de una preforma de fibra óptica, en el que dicha activación es un tratamiento previo de dicho tubo de sustrato de vidrio hueco antes de comenzar el proceso de deposición, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:
- 10 i) depositar varias capas de vidrio de activación en dicha superficie interior de dicho tubo de sustrato hueco por medio de un proceso de PCVD; en el que el espesor de las capas de vidrio de activación es de, como mínimo, 10 micrómetros y como máximo 250 micrómetros;
- 15 ii) eliminar, al menos parcialmente, dichas capas de activación depositadas en la etapa i) por medio de un proceso de grabado químico, en el que las capas de vidrio de activación tal como se depositaron en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, al menos, el 30%.
- 20 **2.** Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el proceso de grabado químico es un grabado químico por plasma con un gas de ataque químico.
- 25 **3.** Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que dicho gas de ataque químico es un gas de ataque químico que contiene flúor, que comprende preferiblemente un compuesto fluorado exento de hidrógeno y un gas portador.
- 30 **4.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 2 a 3, en el que dicho gas de ataque químico se selecciona del grupo, consistente en CCl_2F_2 , CF_4 , C_2F_6 , SF_6 , F_2 y SO_2F_2 o una combinación de los mismos y, opcionalmente, siendo seleccionado dicho gas portador del grupo consistente en oxígeno (O_2), nitrógeno (N_2) o argón (Ar).
- 35 **5.** Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque dicho gas de ataque químico conteniendo flúor es una mezcla de, al menos, O_2 y C_2F_6 y/o SF_6 .
- 40 **6.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en el que en el proceso de PCVD de la etapa i), se utilizan gases de formación de vidrio sin dopar, donde preferentemente como dichos gases formadores de vidrio sin dopar se utiliza una mezcla de, al menos, O_2 y SiCl_4 .
- 45 **7.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en el que el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es de, al menos, 25 micrómetros, preferiblemente de, al menos, 50 micrómetros.
- 50 **8.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en el que el espesor de las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) es, como máximo, de 125 micrómetros, preferiblemente, a lo sumo, de 75 micrómetros.
- 55 **9.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en el que durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, al menos, el 40%, preferiblemente, al menos, el 50%.
- 60 **10.** Procedimiento de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en el que durante la etapa ii) las capas de vidrio de activación depositadas en la etapa i) se eliminan en una cuantía de, a lo sumo, el 100%, preferiblemente, como máximo, el 90%, más preferiblemente a lo sumo el 80%.

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 citados en la descripción

- EP 2008978 A1 [0018]
- US 4493721 A [0019]
- JP 62021724 A [0020]
- NL 1023438 [0087]

10