

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 697 907**

51 Int. Cl.:

**C03B 37/012** (2006.01)

**C03B 37/018** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.06.2016** **E 16175188 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2018** **EP 3118171**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de una preforma primaria mediante grabado y colapso de un tuno depositado**

30 Prioridad:

**13.07.2015 NL 2015161**

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

**29.01.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

**ARPE FERNÁNDEZ, Manuel**

**ES 2 697 907 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 la preparación de una preforma primaria mediante grabado y colapso de un tubo depositado

5 [0001] La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar una preforma primaria para una fibra óptica mediante grabado y el colapso de un tubo depositado.

[0002] La presente invención se refiere al campo de las fibras ópticas. Más específicamente, se relaciona con el campo de la fabricación de fibras ópticas mediante deposición química en fase de vapor (CVD) en la que se depositan capas de sílice sobre un sustrato; ejemplos son la deposición química en fase de vapor modificada (MDVD), la deposición química en fase de vapor asistida por plasma (PECVD o PCVD) y la deposición de vapor externa (OVD).

10 [0003] Un proceso para fabricar fibras ópticas generalmente comprende las siguientes cuatro etapas. Sin embargo, pueden estar presentes otras etapas. En una primera etapa, un tubo hueco (también llamado tubo de sustrato) se somete a un proceso de deposición en fase de vapor interna para proporcionar un tubo depositado. En una segunda etapa, que es la etapa a la que se refiere el procedimiento de acuerdo con la presente invención, este tubo depositado se convierte en una barra sólida, denominada preforma primaria, calentando el tubo hasta que se contrae y se cierra la cavidad central. En una tercera etapa, la preforma primaria así obtenida se convierte en la llamada preforma final aumentando su diámetro a través de la aplicación de una capa exterior de sílice. En una cuarta etapa, las fibras ópticas se estiran a partir de la preforma primaria o final.

15 [0004] Como se discutió anteriormente, típicamente después de haber obtenido un tubo hueco de capas de sílice vitrificada (primera etapa), el tubo se contrae posteriormente mediante calentamiento ("colapso") en una barra sólida, la preforma primaria (segunda etapa). En una realización, las capas de sílice vitrificada se han depositado sobre el interior de un tubo de sílice hueco y el tubo que comprende las capas de sílice vitrificada se contrae posteriormente mediante calentamiento. En otra realización, el tubo hueco usado como sustrato para las capas de sílice vitrificada se retira primero de las capas de sílice vitrificada antes de la contracción por calentamiento. En otra realización más, se depositan capas de sílice sin vitrificar sobre la superficie exterior de un mandril cilíndrico. Después de retirar el mandril, la sílice sin vitrificar se vitrifica y se contrae posteriormente mediante calentamiento. En todas las realizaciones, se obtiene una barra sólida. La presente invención está relacionada con un procedimiento de colapso. La preforma primaria obtenida después del colapso puede además ser provista externamente con una cantidad

20 adicional de vidrio para aumentar su diámetro; por ejemplo, por medio de un proceso de deposición de vapor externa o revestimiento de vidrio directo (denominado "sobre revestimiento") o utilizando uno o más tubos de vidrio preformados (llamados "fundas"), obteniendo así una preforma final (tercera etapa). A partir de la preforma final producida de este modo, un extremo de la cual se calienta, las fibras ópticas se obtienen estirando en una torre de estirado (cuarta etapa). El perfil de índice de refracción de la preforma consolidada (final) corresponde al perfil de

25 índice de refracción de la fibra óptica estirada a partir de dicha preforma.

[0005] A partir de la patente de EE.UU. 5.970.083 se conoce un dispositivo de colapso que comprende un horno de grafito que rodea una envoltura cilíndrica, con un tubo portador que se desplaza dentro de la envoltura cilíndrica en la dirección longitudinal de la misma. Dicho dispositivo se usa para colapsar una varilla hueca de aproximadamente 30 mm de diámetro, que se debe transformar en una preforma que se puede usar para estirar la fibra óptica, es decir, una varilla sólida con un diámetro de aproximadamente 20 mm. Esta transformación se produce principalmente hacia la mitad del horno (zona caliente), donde reina una temperatura de aproximadamente 2000° C. La envoltura cilíndrica comprende una abertura de entrada y una abertura de salida, ambas aberturas incluyen dos anillos de conductos a través de los cuales se pasa un gas no oxidante. Dichos conductos anulares están inclinados bajo un ángulo con respecto a la dirección axial de la envoltura, y el gas no oxidante se inyecta en dos cortinas de gas cónicas por los conductos anulares. El gas que se inyecta de este modo se dirige fuera de la envoltura, de manera que se evita cualquier entrada de aire en la envoltura que pueda causar combustión del horno de grafito.

35 [0006] Una desventaja de este procedimiento es que las impurezas que están presentes en el exterior del tubo depositado (por ejemplo, en forma de hollín) y/o que se introducen durante el proceso de colapso se incorporan a las capas de vidrio externas de la preforma primaria durante la etapa de colapso; el hollín también puede formar burbujas durante el proceso de colapso lo que resulta indeseable. Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento de colapso mejorado que proporcione preformas primarias que tengan un contenido de contaminación reducido.

[0007] A partir de la solicitud de patente internacional WO 2004/043870, se conoce un procedimiento para fabricar una preforma de fibra óptica, que incluye un proceso de deshidratación por reacción fotoquímica. El procedimiento realiza la formación de un revestimiento y un núcleo de acuerdo con un perfil de índice de refracción predeterminado mediante deposiciones repetidas y sinterización de partículas de hollín por medio de la oxidación del gas de generación de hollín, y una etapa de deshidratación para eliminar la humedad y los grupos hidroxilo de una región de deposición de hollín por medio de reacción fotoquímica. En este procedimiento, la superficie exterior de la preforma de fibra óptica puede grabarse químicamente con fluoruro de hidrógeno, para eliminar impurezas de la superficie exterior de la preforma de fibra óptica.

60 [0008] A partir de la solicitud de patente estadounidense US 2008/0028799 A1 se conoce un procedimiento para fabricar una preforma de fibra óptica, en el que se deposita una capa revestida de gran espesor, de modo que la relación entre el diámetro exterior de un núcleo y el diámetro exterior de un revestimiento depositado es mayor de 2,5 después de un colapso en la deposición de una capa de revestimiento y un núcleo. Además, este procedimiento describe el grabado de la superficie exterior de la preforma, antes y después del colapso.

[0009] El documento JP H01 183433 enseña cómo establecer un cilindro protector de vidrio de cuarzo entre los elementos metálicos y la preforma, para evitar la migración de los elementos desde el resonador.

[0010] Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para colapsar un tubo depositado en una preforma primaria que tenga una contaminación reducida. Otro objeto de la presente invención es proporcionar un proceso de colapso modificado que proporcione una calidad mejorada de las preformas primarias sin la necesidad de una modificación exhaustiva de los aparatos utilizados. Uno o más de estos objetos se logran mediante la presente invención mediante un proceso de grabado y colapso.

#### Sumario de la invención

[0011] La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar una preforma primaria para una fibra óptica grabando y colapsando un tubo depositado, siendo dicho tubo depositado un tubo que comprende o está hecho de capas de sílice vitrificada, en donde al menos parte de las capas de sílice vitrificada comprenden un dopante, comprendiendo el procedimiento las etapas de

\* montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado sobre el torno en el que el horno y el tubo depositado son desplazables en dirección axial uno con respecto al otro;

\* crear dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén sobre la longitud del tubo durante uno o más ciclos en los que:

- grabar, al menos, parte del exterior del tubo depositado, durante al menos un ciclo, suministrando un gas de grabado que contiene flúor a una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno; y

- colapsar el tubo depositado durante al menos un ciclo; para obtener una preforma primaria.

[0012] En una realización, el procedimiento comprende al menos dos ciclos, preferiblemente entre 3 y 5 ciclos. Al menos uno de cuyos ciclos es un ciclo de colapso y al menos uno de los ciclos es un ciclo de grabado. En una realización, al menos uno, preferiblemente todos, los ciclos son ciclos de colapso y grabado.

[0013] En una realización, el gas que contiene flúor se suministra durante al menos uno, preferiblemente todos los ciclos.

[0014] En una realización, el gas que contiene flúor se suministra durante todo el ciclo, a saber, durante la duración total de un ciclo. En otra realización, el gas que contiene flúor se suministra durante parte del ciclo, a saber, durante solo una parte de la duración total del ciclo. En otra realización, el gas de grabado que contiene flúor se selecciona de entre C2F6, C4F8, CF4, CCl2F2, SF6, NF3, F2, y es preferiblemente C2F6. Se pueden utilizar otros gases que contienen flúor conocidos.

[0015] En una realización, el gas que contiene flúor está exento de oxígeno, preferiblemente con un contenido de oxígeno inferior a 1 ppm.

[0016] En una realización, el gas que contiene flúor se mezcla con un gas inerte, tal como argón.

[0017] En una realización, el gas que contiene flúor y el gas inerte están exentos de oxígeno, preferiblemente con un contenido de oxígeno inferior a 1 ppm.

[0018] En una realización, la región anular está exenta de oxígeno durante los ciclos, preferiblemente con un contenido de oxígeno inferior a 100 ppm, más preferiblemente inferior a 10 ppm.

[0019] En una realización, la velocidad de traslación del desplazamiento del horno con respecto al tubo depositado se encuentra entre 15 y 45 mm/segundo, más preferiblemente entre 25 y 35 mm/segundo.

[0020] En una realización, el tubo depositado se prepara por deposición química en fase de vapor interna sobre un tubo hueco (en otras palabras, en un tubo de sustrato), preferiblemente un tubo de vidrio, más preferiblemente un tubo de cuarzo.

[0021] En una realización, la temperatura de la zona caliente durante un ciclo de grabado en el que se graba el exterior del tubo depositado es de, al menos, 1400° C, preferiblemente de, al menos, 1500° C.

[0022] En una realización, la temperatura de la zona caliente durante un ciclo de colapso en el que se colapsa el tubo depositado es de, al menos, 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C.

[0023] En una realización, la temperatura de la zona caliente durante un ciclo de grabado y colapso en el que simultáneamente se graba y colapsa el tubo depositado es de, al menos, 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C.

[0024] En otro aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una fibra óptica según la reivindicación 13.

[0025] La presente invención se discutirá con más detalle a continuación.

#### Definiciones utilizadas en la presente descripción

[0026] Las siguientes definiciones se utilizan en la presente descripción y reivindicaciones para definir el objeto asunto revelado. Otros términos que no se citan a continuación tienen el significado generalmente aceptado en el campo.

[0027] "Tubo de sustrato" o "tubo hueco" como se utiliza en la presente descripción significa: un tubo hueco alargado que tiene una cavidad interior utilizada para la deposición interna de vapor químico.

[0028] "Tubo depositado" como se utiliza en la presente descripción significa: un tubo que comprende o está hecho de capas de sílice vitrificada, en donde al menos algunas de las capas de sílice vitrificada comprenden un dopante. Un tubo depositado según la presente invención comprende un tubo hueco en el que se proporcionan varias capas de sílice vitrificada en la superficie interior del mismo. En este caso, tanto el tubo hueco como las capas de sílice vitrificada aplicadas durante el proceso de deposición interna de vapor químico forman el tubo depositado. Un tubo depositado de acuerdo con la presente invención también comprende un diseño en el que se ha eliminado el tubo hueco en la superficie interior del cual se han proporcionado varias capas de sílice vitrificada. En ese caso, solo las capas de sílice vitrificada aplicadas durante el proceso de deposición de vapor químico interna (pero no el tubo del sustrato) forman el tubo depositado. Un tubo depositado de acuerdo con la presente invención también comprende un diseño en el que se depositan capas de sílice sin vitrificar sobre la superficie exterior de un mandril cilíndrico. Después de retirar el mandril, la sílice sin vitrificar se vitrifica por calentamiento. Un tubo depositado puede comprender asas en forma de tubos en uno o ambos extremos del tubo depositado.

[0029] "Preforma primaria" como se utiliza en la presente descripción significa: una barra sólida obtenida mediante el colapso de un tubo depositado.

[0030] "Preforma final" como se utiliza en la presente descripción significa: una barra sólida obtenida al proporcionar externamente una preforma primaria con vidrio adicional.

[0031] "Superficie interna" como se utiliza en la presente descripción significa: la superficie interior o la superficie interior del tubo de sustrato.

[0032] "Superficie externa" tal como se utiliza en la presente descripción significa: la superficie exterior o la superficie exterior del tubo depositado.

[0033] "Vidrio" o "material de vidrio" como se utiliza en la presente descripción significa: material de óxido cristalino o vítreo (vidrioso), por ejemplo sílice ( $\text{SiO}_2$ ) o cuarzo, depositado mediante un proceso de deposición en fase de vapor. "Sílice" tal como se utiliza en la presente descripción significa: cualquier sustancia en forma de  $\text{SiO}_x$ , sea o no estequiométrica, y sea o no cristalina o amorfa, que posiblemente contenga dopantes.

[0034] "Dopante", como se utiliza en la presente descripción, significa: un compuesto o composición que está presente en el vidrio de la fibra óptica y que tiene un efecto sobre el índice de refracción de dicho vidrio. Por ejemplo, puede ser un dopante descendente, a saber un dopante que disminuye el índice de refracción, tal como flúor o boro. Puede ser, por ejemplo, un dopante ascendente, a saber, un dopante que aumenta el índice de refracción, tal como el germanio. Los dopantes pueden estar presentes en el vidrio, ya sea en los intersticios del vidrio (por ejemplo, en el caso de flúor) o pueden estar presentes como un óxido (por ejemplo, en el caso de germanio, aluminio, fósforo o boro).

[0035] "El horno y el tubo depositado se pueden desplazar relativamente entre sí en dirección axial", tal como se utiliza en la presente invención, significa que el horno puede moverse en dirección axial sobre el tubo depositado y/o que el tubo depositado se desplace en dirección axial dentro de la abertura central del horno. En otras palabras, el horno y el tubo depositado se desplazan uno respecto de otro. Preferiblemente, el horno se mueve sobre el tubo depositado.

[0036] "Zona caliente" como se utiliza en la presente descripción significa: una zona dentro del horno que tiene una temperatura alta. La zona caliente comprende parte de la longitud del tubo depositado y se efectúa por el calor del horno; dicha zona caliente se encuentra típicamente en el centro del horno en dirección axial.

[0037] "Una zona caliente que se desplaza trasladándose en vaivén atrás a lo largo de la longitud del tubo" como se utiliza en la presente descripción significa: ya sea por el desplazamiento del horno sobre el tubo depositado bien por el desplazamiento del tubo depositado en el interior de la abertura central del horno, la zona caliente se desplaza en vaivén. Incluso si el horno (y, por lo tanto, la zona caliente del interior) se considera estacionario y el tubo depositado se desplaza, se considera que esta es una zona caliente que se desplaza en traslación en vaivén según la presente invención.

[0038] "Desplazado en vaivén" como se utiliza en la presente descripción significa: un movimiento recíproco o movimiento hacia atrás y hacia adelante según una línea recta.

[0039] "Ciclo" tal como se utiliza en la presente descripción significa: una parte del proceso de grabado y de colapso definido por un desplazamiento en vaivén del horno a lo largo del tubo depositado o viceversa. El horno comienza en un extremo de la longitud disponible del tubo depositado y avanza hacia un punto de inversión cerca del otro extremo de la longitud disponible del tubo depositado y luego retrocede hacia un extremo para completar un ciclo. Un ciclo puede ser un ciclo de colapso en el que se produce el colapso pero sin grabado; puede ser un ciclo de grabado en el que se produce el grabado pero no se colapsa; o puede ser un ciclo de grabado y colapso en el que tanto el grabado como el colapso tienen lugar simultáneamente. Se considera que la longitud disponible del tubo depositado es la longitud del tubo depositado sobre el cual se puede desplazar el horno, excluyendo ambos extremos del tubo depositado que están montados en las abrazaderas del torno.

[0040] "Hollín" como se utiliza en la presente descripción significa: una sustancia vítrea producida por una vitrificación incompleta de compuestos formadores de vidrio.

#### 60 Descripción detallada de la invención

[0041] En el proceso de fabricación de fibras ópticas, una vez finalizado el proceso de deposición en fase de vapor interna, el tubo depositado se monta en un torno. Normalmente, ambos extremos del tubo depositado se sujetan mediante abrazaderas. Para el colapso, el tubo depositado se calienta localmente (en la zona caliente del horno) hasta que se alcanza una temperatura suficientemente alta para ablandar el vidrio. Cuando el vidrio comienza a

ablandarse, adopta un diámetro menor, cerrándose la cavidad central. Este proceso se lleva a cabo hasta que el tubo depositado está completamente cerrado, a saber, hasta que ya la cavidad no esté presente.

[0042] Desafortunadamente, debido a la alta temperatura durante esta reacción de colapso y debido a la contaminación procedente del horno (por ejemplo, cobre de elementos de cobre o hierro, tungsteno, níquel y/o cromo de las partes de acero inoxidable del horno), así como del ambiente (tal como contaminación presente en los gases, como el hidrógeno o el metano), la superficie exterior del vidrio de la preforma primaria se contamina parcialmente, ya que los contaminantes quedan atrapados en el vidrio al enfriarse y solidificarse. Además, el hollín ya presente en el tubo depositado puede proporcionar burbujas en el vidrio al colapsar. Esta contaminación y/o burbujas pueden conducir a una mayor atenuación en la fibra óptica estirada a partir de esta preforma primaria. Los presentes inventores han observado que las contaminaciones por metales, tales como el cobre y el hierro, son especialmente perjudiciales y podrían conducir a un gran aumento en la atenuación de la banda de 1310 y 1550 nm.

[0043] Los presentes inventores han encontrado un procedimiento para minimizar este efecto, aplicando un procedimiento de grabado (químico) en el exterior del tubo depositado durante el proceso de colapso (ya sea antes o simultáneamente a o después de los ciclos de colapso). Los presentes inventores han observado que la contaminación durante el inicio del proceso de colapso está presente principalmente en y cerca de la superficie exterior de la preforma primaria, por ejemplo, en los 3/10 milímetros más externos de la misma. Además, los presentes inventores han observado, sin querer vincularse a ninguna teoría particular, que a medida que avanza el proceso de colapso, la contaminación, especialmente las partículas metálicas, tiende a migrar a través del vidrio radialmente hacia el centro.

[0044] Se conocen procedimientos de grabado químico en húmedo, por ejemplo utilizando FH, que se lleva a cabo después de que el proceso de colapso haya finalizado. El grabado en húmedo no es deseable ya que el FH es un ácido muy peligroso y deja la superficie de la preforma primaria llena de pequeñas mellas e irregularidades. El proceso de grabado después de haber finalizado el proceso de colapso podría proporcionar solo resultados limitados, ya que mediante dicho procedimiento solo se elimina la capa exterior, mientras que la contaminación puede haber migrado radialmente hacia el interior. Además, el grabado en húmedo se lleva a cabo después del proceso de colapso, e introduce una etapa de procesamiento adicional que es indeseable. El presente procedimiento permite el grabado previo y/o simultáneamente con y/o después del colapso, lo que elimina la necesidad de una etapa de proceso adicional.

[0045] El grabado del interior del tubo depositado para eliminar algunas de las capas de vidrio depositadas se conoce a partir del documento EP 0 117 009, que utiliza una mezcla de oxígeno y gas conteniendo flúor.

[0046] La solución que los presentes inventores han encontrado para los problemas citados previamente de la técnica anterior es proporcionar un proceso de grabado exterior *in situ* directamente antes y/o simultáneamente a y/o después del proceso de colapso en el torno utilizando un gas de grabado conteniendo flúor. En otras palabras, un proceso de grabado se combina con el proceso de colapso en lugar de separarse de dicho proceso de colapso en un dispositivo diferente. Además, la invención proporciona un proceso de grabado que comprende un gas de grabado en lugar de un grabado en húmedo.

[0047] La presente invención se refiere, en un primer aspecto, a un procedimiento para preparar una preforma primaria para una fibra óptica grabando y colapsando un tubo depositado, siendo dicho tubo depositado un tubo que comprende o está hecho de capas de sílice vitrificada, en donde al menos algunas de las capas de sílice vitrificada comprenden un dopante, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de

\* montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado sobre el torno en el que el horno y el tubo depositado son relativamente desplazables entre sí en dirección axial;

\* crear dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén sobre la longitud del tubo durante uno o más ciclos en el que:

- grabar al menos parte del exterior del tubo depositado, durante al menos un ciclo, suministrando un gas de grabado que contiene flúor a una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno; y

- colapsar el tubo depositado durante al menos un ciclo;

para así obtener una preforma primaria.

[0048] En una realización de este aspecto, dicho procedimiento comprende las etapas de montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado en el torno en el que el horno y el tubo depositado son desplazables uno respecto a otro en dirección axial; creando dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén a lo largo de la longitud del tubo durante uno o más ciclos en el que: durante al menos un ciclo, se graba al menos parte del exterior del tubo depositado, suministrando un gas de grabado conteniendo de flúor en una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno; y posteriormente, durante al menos un ciclo, el tubo depositado ya grabado se colapsa para obtener una preforma primaria.

[0049] En una realización de este aspecto, este procedimiento comprende las etapas de montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado en el torno en el que el horno y el tubo depositado son mutuamente desplazables en dirección axial; creando dentro del horno una zona caliente que se desplaza en traslación en vaivén a lo largo de la longitud del tubo durante uno o más ciclos en donde: durante al menos un ciclo el tubo depositado se colapsa; y simultáneamente, al menos parte del exterior del tubo depositado se graba, suministrando un gas de grabado que contiene flúor a una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno para obtener una preforma primaria.

- 5 [0050] En una realización de este aspecto, este procedimiento comprende las etapas de montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado en el torno en el que el horno y el tubo depositado son mutuamente desplazables en dirección axial; creando dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén a lo largo de la longitud del tubo durante uno o más ciclos en el que: durante al menos un ciclo, se graba al menos parte del exterior del tubo depositado, suministrando un gas de grabado conteniendo flúor en una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno; y posteriormente, durante al menos un ciclo, el tubo depositado se colapsa y simultáneamente, al menos parte del exterior del tubo depositado se graba, suministrando un gas de grabado que contiene flúor a la región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la apertura parte central para obtener una preforma primaria.
- 10 [0051] En una realización de este aspecto, este procedimiento comprende las etapas de montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado en el torno, en el que el horno y el tubo depositado son mutuamente desplazables en dirección axial; creando dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén a lo largo de la longitud del tubo durante uno o más ciclos en el que: durante al menos un ciclo el tubo depositado se colapsa y simultáneamente al menos parte del exterior del tubo depositado es grabado mediante el suministro de un gas de grabado que contiene flúor a una región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno; y posteriormente, durante al menos un ciclo, se graba al menos parte del exterior de la preforma primaria así obtenida suministrando un gas de grabado que contiene flúor a la región anular entre la superficie exterior de la preforma primaria y la abertura central del horno.
- 15 [0052] El procedimiento de acuerdo con la presente invención comprende habitualmente varios ciclos en los que el horno o el tubo depositado se desplazan uno con respecto al otro. El horno induce una zona de alta temperatura (llamada zona caliente) en parte de la longitud del tubo depositado; dicha zona caliente está típicamente localizada en el medio -axialmente- del horno. Dicha zona caliente generalmente tiene una longitud de entre 5 y 20 centímetros, preferiblemente entre 7 y 15 centímetros, dependiendo del horno utilizado.
- 20 [0053] Se debe tener en cuenta que existe una especie de fase de retraso entre la introducción del gas conteniendo flúor y el instante en que tiene un efecto de grabado. El efecto de esta fase de retraso es el siguiente. En general, el grabado solo se observa - como fue empíricamente encontrado por los presentes inventores - en una posición axial que es la posición axial en la que se inicia el suministro del gas que contiene flúor más aproximadamente el ancho de la zona caliente. Un experto en la materia podrá determinar ese retraso y ajustar el punto de inicio y final de la adición del gas que contiene flúor.
- 25 [0054] La temperatura de la zona caliente que se prefiere para efectuar el proceso de grabado con el gas que contiene flúor es al menos 1400° C, preferiblemente al menos 1500° C. La temperatura de la zona caliente que se prefiere para efectuar el proceso de colapso es al menos 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C. En otras palabras, el proceso de grabado ya tendrá lugar a temperaturas más bajas que el proceso de colapso. Sin embargo, el grabado puede llevarse a cabo a la temperatura más alta del proceso de colapso.
- 30 [0055] Se prefiere que la temperatura del horno durante un ciclo de colapso o un ciclo de grabado y colapso simultáneos, se establezca de manera que la contracción del tubo depositado tenga lugar dentro del rango de procesamiento de la composición de vidrio en cuestión. En particular, se prefiere que la temperatura de la zona caliente se encuentre por debajo del punto de fusión del tubo de soporte depositado y por encima de la temperatura de reblandecimiento del tubo de soporte. La combinación de la temperatura del horno y el movimiento del horno en relación con el tubo depositado o viceversa proporciona la temperatura en la zona caliente.
- 35 [0056] En el caso de que un ciclo de acuerdo con la presente invención sea un ciclo de grabado, la temperatura de la zona caliente es preferiblemente de, al menos, 1400° C, preferiblemente de, al menos, 1500° C. En caso de que un ciclo de acuerdo con la presente invención sea un ciclo de colapso, la temperatura de la zona caliente es preferiblemente al menos 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C. En el caso de que un ciclo de acuerdo con la presente invención sea un ciclo de grabado y colapso, la temperatura de la zona caliente es preferiblemente al menos 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C. En una realización, la temperatura máxima de la zona caliente es 2100° C, más preferiblemente 2050° C, tal como 2000° C.
- 40 [0057] El horno utilizado para el proceso de grabado y colapso puede ser cualquier horno adecuado para ese propósito, tal como un horno de inducción a alta temperatura o un horno de resistencia eléctrica. Se prefiere que el horno efectúe un calentamiento simétrico mediante rotación del tubo depositado que está presente en la abertura central de dicho horno para evitar que en el tubo depositado se produzcan tensiones axiales y radiales. En una realización, dicho calentamiento simétrico por rotación se lleva a cabo girando en dirección axial el tubo depositado dentro de la abertura central del horno.
- 45 [0058] La velocidad de traslación del movimiento relativo del horno y/o el tubo depositado, está comprendida preferiblemente entre 15 y 45 mm/segundo, más preferiblemente entre 25 y 35 mm/segundo. El tubo depositado es girado preferiblemente alrededor de su eje con una velocidad de rotación de, al menos, 10 revoluciones por minuto, preferiblemente al menos 15 revoluciones por minuto, tal como entre 20 y 35 revoluciones por minuto, por ejemplo, 25 revoluciones por minuto.
- 50 [0059] La temperatura de la zona caliente asegurará que el proceso de grabado se llevará a cabo mediante la disociación del gas que contiene flúor en iones de flúor. Sin querer limitarse a ninguna teoría, los inventores suponen que estos iones de flúor reaccionarán con la sílice de la superficie exterior del tubo depositado para formar SiF<sub>4</sub> y CO<sub>2</sub>. En otras palabras, el SiO<sub>2</sub> se elimina de la superficie exterior del tubo depositado y cualquier impureza que esté presente dentro de ese vidrio se liberará y se transportará con la corriente de gas y, por lo tanto, se eliminará de la superficie exterior y de las capas exteriores de vidrio del tubo depositado.
- 55
- 60
- 65

[0060] El gas que contiene flúor puede estar presente en la región o espacio anular entre el horno de abertura central y la superficie exterior del tubo depositado sobre la longitud del horno, a saber, en la región de la zona caliente y en ambos lados axiales de la zona caliente. Sin embargo, solo cuando la temperatura es suficiente, a saber, al menos 1400° C, existirá un buen efecto de grabado; que estará en la zona caliente. Cualquier gas que contenga flúor que no se active para proporcionar un efecto de grabado se eliminará del horno junto con cualquier otro gas formado durante el proceso de grabado (como CO<sub>2</sub> y SiF<sub>4</sub>), por ejemplo, mediante un conducto de presión disminuida o una bomba de vacío ubicada en uno o ambos extremos del horno. Esto asegurará la eliminación segura de cualquier gas peligroso.

[0061] A partir del documento WO02/40415, se conoce un aparato y un proceso para limpiar el espacio entre el elemento de calentamiento y el tubo depositado con un gas inerte. Por el documento US 5.970.083 se conoce un aparato que comprende un elemento de grafito. Los aparatos descritos en estas dos publicaciones también pueden usarse en el procedimiento de acuerdo con la presente invención. Sin embargo, también se pueden usar otros aparatos. Ambas publicaciones y especialmente la descripción de los apéndices se incorporan por referencia en la presente solicitud.

[0062] En una realización de la presente invención, se utiliza un horno de inducción con un revestimiento de grafito en la superficie interior del horno adyacente a la abertura central y, por lo tanto, la región anular entre la superficie exterior del tubo depositado y la abertura central del horno. Dicho revestimiento de grafito puede comprender una pluralidad de orificios; tal aparato es conocido en la técnica, por ejemplo a partir del documento US 5.970.083 como se discutió anteriormente. El gas que contiene flúor se suministra preferiblemente a la región anular a través de los orificios del revestimiento de grafito.

[0063] El gas que contiene flúor se suministra durante al menos una parte de, al menos, un ciclo, preferiblemente durante el ciclo completo o entero desde un extremo hasta el punto de inversión en el otro extremo y atrás. En una realización, el gas que contiene flúor se suministra solo cuando el horno se encuentra entre ciertas posiciones longitudinales en vista de los extremos de la longitud disponible o, por ejemplo, solo durante el avance o solo durante el movimiento de retroceso.

[0064] Se debe tener en cuenta que solo la parte media de un tubo depositado es sometida a colapso, denominada longitud disponible. Las partes restantes a ambos lados se utilizan para montar (sujetar) el tubo depositado en el torno. Alternativamente, se pueden usar asas para alargar el tubo por ambos lados y el tubo alargado se monta con ambas asas en el torno.

[0065] El gas que contiene flúor se suministra preferiblemente en una cantidad de, al menos 100 sccm (centímetro cúbico estándar por minuto) en condiciones estándar (20° C; 1 atmósfera), más preferiblemente al menos 150 sccm, tal como 200 sccm. El gas conteniendo flúor se suministra preferiblemente como una mezcla con un gas inerte, tal como argón.

[0066] Durante un ciclo de colapso, se usa un gas inerte para descargar la región anular entre el exterior del tubo depositado y el interior del horno. El flujo de dicho gas inerte puede ser, por ejemplo, al menos 20 slm (litro estándar por minuto), tal como al menos 30 slm, preferiblemente entre 30 y 50 slm, por ejemplo 40 slm en un ciclo de colapso.

[0067] En un ciclo de grabado o en un ciclo de grabado y colapso simultáneos, el flujo total de gas (ya sea gas(es) puro(s) conteniendo flúor o una mezcla de gas(es) conteniendo flúor y un gas inerte) es al menos 20 slm ( litro estándar por minuto), tal como al menos 30 slm, preferiblemente entre 30 y 50 slm, por ejemplo 40 slm.

[0068] Durante un ciclo de grabado y colapso, el gas conteniendo flúor se añade preferiblemente a dicho gas inerte; o parte de la cantidad de gas inerte se reemplaza por el gas que contiene flúor. En otras palabras, se utiliza una mezcla de un gas conteniendo flúor y un gas de descarga inerte. Sin embargo, el gas inerte también puede ser reemplazado completamente por uno o más gases que contengan flúor. En una realización preferida, se usa una mezcla de 200 sccm de freón en 40 slm de argón.

[0069] En una realización, la cantidad de gas que contiene flúor es sustancialmente la misma durante la duración del ciclo. En una realización, cuando el gas que contiene flúor se suministra durante más de un ciclo, la cantidad de gas que contiene flúor es sustancialmente la misma durante cada uno de estos ciclos.

[0070] En una realización, la cantidad de gas que contiene flúor es variable durante el ciclo. En otras palabras, la cantidad de gas que contiene flúor varía en función de la posición axial. Por ejemplo, se puede reducir, cerca del punto de inversión del horno.

[0071] En una realización, la etapa de grabado proporciona una preforma primaria que tiene un diámetro reducido en vista de una preforma primaria que se habría sometido al mismo tratamiento de colapso sin grabado. En otras palabras, el grabado elimina el vidrio (sílice) de la superficie exterior del tubo depositado y disminuye el diámetro exterior del mismo.

[0072] La disminución del diámetro exterior debido al grabado puede determinarse mediante una medición del área de sección transversal (CSA); calculando la diferencia entre el CSA del tubo depositado antes del colapso y el grabado y el CSA de la preforma primaria obtenida.

[0073] El área de la sección transversal para el tubo depositado (CSA<sub>dp</sub>) se puede calcular de la siguiente manera:

$$CSA_{dp} = \frac{\pi}{4} (d_u^2 - d_i^2)$$

en donde d<sub>u</sub> es el diámetro exterior del tubo depositado y en donde d<sub>i</sub> es el diámetro interior del tubo depositado.

[0074] El área de la sección transversal para la preforma primaria (CSA<sub>p</sub>) se puede calcular de la siguiente manera:

$$CSA_p = \frac{\pi}{4} (d_p^2)$$

en donde  $d_p$  es el diámetro exterior de la preforma primaria.

[0075] La disminución del CSA en el grabado ( $CSA_\Delta$ ) se calcula de la siguiente manera:

$$CSA_\Delta = CSA_{dp} - CSA_p = \left[ \frac{\pi}{4} (d_u^2 - d_i^2) \right] - \left[ \frac{\pi}{4} (d_p^2) \right]$$

[0076] La disminución en CSA ( $CSA_\Delta$ ) es en una realización al menos 5 mm<sup>2</sup>. La disminución en CSA ( $CSA_\Delta$ ) es en una realización al menos 10 mm<sup>2</sup>. La disminución de CSA ( $CSA_\Delta$ ) en una realización se encuentra al menos 15 mm<sup>2</sup>.

[0077] La presente invención es adecuada para tubos depositados preparados para fabricar fibras ópticas modos múltiples o para fabricar fibras ópticas de modo único.

[0078] La presente invención no requiere cambios significativos en la configuración instrumental o aparato que ya están en uso. Por lo tanto, la solución al problema presentado en la presente invención es fácil y rentable de implementar.

[0079] La presente invención se explicará ahora en base a una serie de ejemplos, en cuyo caso debe observarse, sin embargo, que la presente invención no está limitada de ninguna manera a tales ejemplos especiales.

#### Ejemplos

[0080] Para probar el concepto de la presente invención, dos tubos depositados se sometieron a los mismos ciclos de colapso con y sin un gas de grabado. El gas de grabado solo se suministró durante ciertas posiciones longitudinales para ver claramente el efecto, así como un posible retardo.

#### Ejemplo comparativo 1

[0081] Se introdujo un tubo de modos múltiples depositado con un diámetro exterior de 46 milímetros en un torno de colapso. El colapso se llevó a cabo con un horno de resistencia eléctrica, con un revestimiento de grafito provisto de orificios; dicho horno proporciona una zona caliente que tiene una anchura de aproximadamente 10 cm y una temperatura de 2000° C. El horno fue desplazado sobre el tubo depositado a una velocidad de traslación de 20 milímetros por minuto. El tubo depositado se hizo girar dentro del horno a una velocidad de rotación de 25 revoluciones por segundo. El colapso se realizó en tres ciclos de colapso en los que no se suministró gas de grabado. Los gases restantes se eliminaron mediante una línea que tenía una presión reducida de aprox. 0,9 bar. Después del proceso de colapso en una barra sólida, se obtiene la preforma primaria que se somete a una medición del CSA en la que se obtiene el valor CSA para cada posición axial. El  $CSA_\Delta$  fue de 0 mm<sup>2</sup>.

#### Ejemplo 1

[0082] Se introdujo un tubo de modos múltiples depositado que tiene un diámetro exterior de 46 milímetros en un torno de colapso. El colapso se llevó a cabo con un horno de resistencia eléctrica que tiene un revestimiento de grafito provisto de orificios; dicho horno proporciona una zona caliente que tiene una anchura de aproximadamente 10 cm y una temperatura de 2000° C. El horno se desplazó sobre el tubo depositado a una velocidad de traslación de 20 milímetros por minuto. El tubo depositado se hizo girar dentro del horno a una velocidad de rotación de 25 revoluciones por segundo. El colapso se realizó en tres ciclos simultáneos de grabado y colapso. Se introdujeron gas freón (C2F6) 200 sccm y argón 40 slm a través de los orificios en el revestimiento de grafito del horno cuando el horno estaba entre determinadas posiciones axiales milimétricas con respecto a la posición inicio/parada del horno. Los gases restantes se eliminaron mediante una línea que tenía una presión reducida de aprox. 0,9 bar. Después del proceso de colapso en una barra sólida, se obtiene la preforma primaria que se somete a una medición del CSA en la que se obtiene el valor CSA para cada posición axial. El CSA se redujo considerablemente para la preforma primaria de acuerdo con el ejemplo 1 entre las posiciones axiales cuando se llevó a cabo el grabado; el CSA fue de 15 mm<sup>2</sup>. Esto muestra que el proceso de grabado según la presente invención puede eliminar parte del vidrio de la superficie exterior del tubo depositado durante el proceso de colapso y eliminar simultáneamente cualquier impureza contenida en dicho vidrio. Se observó un retraso de aproximadamente 100 milímetros después del inicio y final de la adición del gas conteniendo flúor.

#### Ejemplo 2

[0083] Se introdujo un tubo de modos múltiples depositado con un diámetro exterior de 46 milímetros en un torno de colapso. El colapso y el grabado se llevaron a cabo con un horno de resistencia eléctrica que tiene un revestimiento de grafito provisto de orificios; dicho horno proporciona una zona caliente que tiene una anchura de aproximadamente 10 cm y una temperatura de 2000° C para el colapso y una temperatura de 1500° C para grabado. El horno se desplazó sobre el tubo depositado a una velocidad de traslación de 20 milímetros por minuto. El tubo depositado se hizo girar dentro del horno a una velocidad de rotación de 25 revoluciones por segundo. El colapso se

realizó en dos ciclos de grabado y posteriormente tres ciclos de colapso. Durante los ciclos de grabado, se introdujeron gas freón ( $C_2F_6$ ) 200 sccm y argón 40 slm a través de los orificios del revestimiento de grafito del horno cuando el horno estaba entre ciertas posiciones axiales milimétricas con respecto a la posición de inicio/parada del horno. Los gases restantes se eliminaron mediante una línea que tenía una presión reducida de aprox. 0,9 bar.

5 Después del proceso de colapso, se obtiene una barra sólida, la preforma primaria con un diámetro exterior total de aproximadamente 34 milímetros, que se somete a una medición del CSA en la que se obtiene el valor de CSA para cada posición axial. El CSA se redujo para la preforma primaria de acuerdo con el ejemplo 2 entre las posiciones axiales cuando se realizó el grabado; el  $CSA_{\Delta}$  fue de  $11 \text{ mm}^2$ .

10 [0084] Por lo tanto, se han alcanzado uno o más de los objetivos de la presente invención mencionados anteriormente. Más realizaciones de la presente invención se citan en las reivindicaciones adjuntas.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar una preforma primaria para una fibra óptica grabando y colapsando un tubo depositado, siendo dicho tubo depositado un tubo que comprende o está hecho de capas de sílice vitrificada, en donde al menos algunas de las capas de sílice vitrificada comprende en un dopante, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:
- 5 \* montar un tubo depositado en un torno e introducir el tubo depositado en una abertura central de un horno montado alrededor del torno en que el horno y el tubo depositado son móviles entre sí en dirección axial;
- 10 \* crear dentro del horno una zona caliente que se desplaza en vaivén sobre la longitud del tubo depositado durante uno o más ciclos en el que:
- se graba, al menos parte del exterior del tubo depositado, durante al menos un ciclo, suministrando un gas de grabado que contiene flúor a la región anular entre el tubo depositado y la abertura central del horno; y
- se colapsa el tubo depositado, durante al menos un ciclo;
- 15 para obtener una preforma primaria.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende i) al menos un ciclo de grabado en el que el exterior del tubo depositado se graba, seguido de, al menos, un ciclo de colapso en el que el tubo depositado se colapsa o ii) al menos un ciclo de grabado y de colapso en el que el exterior del tubo depositado está grabado y simultáneamente colapsado.
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende al menos dos ciclos, preferiblemente entre 3 y 5 ciclos.
4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el gas que contiene flúor se suministra durante al menos parte de al menos un ciclo, preferiblemente durante el(los) ciclo(s) completo(s).
- 25 5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el gas de grabado que contiene flúor se selecciona de entre  $C_2F_6$ ,  $C_4F_8$ ,  $CF_4$ ,  $CCl_2F_2$ ,  $SF_6$ ,  $NF_3$ ,  $F_2$ , y siendo preferiblemente  $C_2F_6$ , y/o en donde el gas que contiene flúor está exento de oxígeno, más preferiblemente con un contenido de oxígeno inferior a 1 ppm.
- 30 6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el gas que contiene flúor se mezcla con un gas inerte, preferiblemente argón y/o en el que el gas que contiene flúor y dicho gas inerte están exentos de oxígeno, más preferiblemente con un oxígeno contenido de menos de 1 ppm.
- 35 7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la velocidad de translación del desplazamiento se encuentra entre 15 y 45 mm/segundo, más preferiblemente entre 25 y 35 mm/segundo.
- 40 8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tubo depositado se prepara por deposición química en fase de vapor interna de un tubo, preferiblemente un tubo de vidrio, más preferiblemente un tubo de cuarzo.
9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la temperatura de la zona caliente durante un ciclo de grabado en el que se graba el exterior del tubo depositado es de, al menos, 1400° C, preferiblemente, al menos, 1500° C.
- 45 10. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 i) y las reivindicaciones 3 a 10, en el que la temperatura de la zona caliente durante un ciclo de colapso en el que se colapsa el tubo depositado es de, al menos, 1700° C, preferiblemente de, al menos 1800° C, más preferiblemente, al menos 1900° C.
- 50 11. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 ii) y las reivindicaciones 3 a 10, en el que la temperatura de la zona caliente durante un grabado y un ciclo de colapso en el que el tubo depositado se graba y se colapsa, es de al menos 1700° C, preferiblemente al menos 1800° C, más preferiblemente al menos 1900° C.
- 55 12. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la región anular se encuentra exenta de oxígeno durante los ciclos.
- 60 13. Procedimiento para fabricar una fibra óptica que comprende preparar una preforma primaria de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, preparar una preforma final a partir de la preforma primaria obtenida, y posteriormente estirar dicha preforma final en una fibra óptica.

**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**

- US 5970083 A [0005] [0061] [0062]
- WO 2004043870 A [0007]
- US 20080028799 A1 [0008]
- JP H01183433 B [0009]
- EP 0117009 A [0045]
- WO 0240415 A [0061]

10