



Nederland

⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8103648**

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor de vervaardiging van voorvormen voor het trekken van optische vezels en voorvormen volgens deze werkwijze verkregen en inrichting voor het continu vervaardigen van optische vezels.**
- ⑤1 Int.Cl.³: C03B 37/075.
- ⑦1 Aanvrager: N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken te Eindhoven.
- ⑦4 Gem.: Ir. R.A. Bijl c.s.
Internationaal Octrooibureau B.V.
Prof. Holstlaan 6
5656 AA Eindhoven.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8103648.
- ②2 Ingediend 3 augustus 1981.
- ③2 --
- ③3 --
- ③1 --
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 1 maart 1983.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken te Eindhoven

"Werkwijze voor de vervaardiging van voorvormen voor het trekken van optische vezels en voorvormen volgens deze werkwijze verkregen en in-
richting voor het continu vervaardigen van optische vezels".

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de
continue vervaardiging van een voorvorm, waaruit door trekken een op-
tische vezel kan worden verkregen, door op een uitgangslichaam uit de
dampfaze kern- en mantelglas aan te brengen onder vorming van een voor-
5 vorm in staafvorm en het uitgangslichaam met dezelfde snelheid uit de
aanbrengzone weg te bewegen als waarop de voorvorm aangroeit.

De technische ontwikkeling op het gebied van de optische tele-
communicatie maakt het steeds meer gewenst te kunnen beschikken over
10 voorvormen van grote afmetingen voor het trekken van optische vezels.

Een werkwijze voor de vervaardiging van voorvormen is bekend
uit het Amerikaanse octrooischrift no. 4,062,665. Bij het in dit octrooi-
schrift beschreven proces worden op een uitgangslichaam glasdeeltjes
afgezet uit kern en mantelmateriaal. Op deze wijze wordt een poreuze
15 voorvorm verkregen, die vervolgens door verhitting moet worden verglaasd.
Eerst na deze behandeling kan de voorvorm tot een vezel worden uitge-
trokken.

De onderhavige uitvinding stelt zich een werkwijze voor de
vervaardiging van een voorvorm van grote afmetingen tot doel, waarmee
onmiddellijk een massieve voorvorm kan worden verkregen, die zonder
20 tussenbehandeling tot een vezel kan worden uitgetrokken. Volgens de uit-
vinding wordt aan deze opgave voldaan met een werkwijze die het kenmerk
draagt, dat massief kernglas direct op het uitgangslichaam wordt afgezet
onder vorming van een kolom uit kernglas door middel van een niet-
isotherm plasma-geactiveerd C.V.D. proces en dat massief mantelglas di-
25 rekt op de kernglaskolom onder vorming van een mantel wordt afgezet
eveneens door middel van een niet isotherm plasma-geactiveerd C.V.D.-
proces. Onder een niet-isotherm plasma-geactiveerd C.V.D. proces wordt
een depositie proces verstaan, waarbij een zogenaamd koud plasma toe-
gepast wordt om het depositie proces te activeren. In een dergelijk
30 plasma bezitten alleen electronen een hoge kinetische energie. Met een
dergelijk plasma kunnen zelfs gasmengsels tot reactie worden gebracht,
die niet thermisch geactiveerd kunnen worden. Er is verder gebleken dat
bij toepassing van een niet-isotherm plasma geactiveerd C.V.D. proces

bij tamelijk lage temperatuur direct uit de gasfase glaslagen worden afgezet. Een aansluitende verhitting met het doel het afgezette materiaal te verglazen, zoals bij de bekende processen (vlamhydrolyse, V.A.D.) waarbij een glasroet wordt afgezet, noodzakelijk is, kan bij het
5 volgende de uitvinding toegepaste proces achterwege blijven. Dit betekent tijd en energiewinst ten opzichte van de bekende processen.

Met de werkwijze volgens de uitvinding kunnen zowel voorvormen geschikt voor het trekken van optische vezels van het zogenaamde stepped index type als voorvormen geschikt voor het trekken van
10 optische vezels van het zogenaamde graded index type worden vervaardigd. In het eerste geval wordt kernglas van constante samenstelling afgezet met een brekingsindex groter dan die van het mantelglas. In het tweede geval wordt de samenstelling van het kernglas zodanig gevarieerd dat naar de as van de gevormde kernglas-kolom toe de brekingsindex van het
15 kernglas toeneemt.

Het is heel goed mogelijk de werkwijze zodanig te modificeren dat een voorvorm wordt vervaardigd die continu aan een einde aangroeit en aan het andere einde wordt uitgetrokken tot een optische vezel.

20 In principe kunnen met de uitgevonden werkwijze voorvormen van elke gewenste afmeting worden vervaardigd. In de werkwijze volgens de uitvinding kunnen de gebruikelijke uitgangsstoffen worden toegepast en voorvormen van gebruikelijke samenstelling worden vervaardigd. De uitgangsmaterialen zijn zuurstof en siliciumtetrachloride,
25 waaraan ter verhoging of verlaging van de brekingsindex een constante of variërende hoeveelheid GeCl_4 , PoCl_3 , of BCl_3 , SiF_4 kan zijn toegevoegd. Ook combinaties van deze en eventueel andere zogenaamde doteringsstoffen zijn mogelijk.

Bij de beschrijving van de V.A.D. techniek (zie het bovengenoemde USP 4,062,665) wordt aangegeven dat voor het produceren van
30 de glasdeeltjes ook plasmabranders kunnen worden toegepast, deze plasma's zijn isotherm van karakter. Het plasma wordt verkregen door hoog verhit argon te mengen met de reactiegassen. Een dergelijk proces bezit eveneens het nadeel dat de voorvorm moet worden gesinterd al-
35 vorens deze tot een optische vezel kan worden uitgetrokken.

Een ander nadeel van de bekende VAD techniek is dat bij toepassing van dit proces er voor moet worden gezorgd dat de thermische uitzettingscoëfficiënt van het kernglas gelijk is aan die van het

mantelglas omdat anders bij het sinteren scheuren optreden. Dit wordt volgens het genoemde USP 4,062,665 daardoor bewerkstelligd dat het kernglas wordt gedoteerd met GeO_2 en het mantelglas met B_2O_3 . De moeilijkheden bij graded index vezels kunnen hierdoor niet worden opgelost tenzij een overgangszone met zowel dotering van GeO_2 en B_2O_3 wordt toegepast. Bij de werkwijze volgens de uitvinding is deze maatregel niet nodig. Noch bij de fabricage van de voorvorm, noch bij het uittrekken tot optische vezels treden scheuren in de voorvorm op, wanneer bijvoorbeeld het mantelglas bestaat uit zuiver SiO_2 en het kernglas uit een mengsel van SiO_2 en GeO_2 .

Aan de hand van de bijgaande tekening zal een aantal uitvoeringsvormen van de uitvinding nader worden toegelicht. De betekenis van de figuren is als volgt:

Fig. 1 toont schematisch een uitvoeringsvorm van een inrichting voor het uitvoeren van de werkwijze voor de vervaardiging van een voorvorm voor de vervaardiging van een optische vezel van het zogenaamde stepped index type.

Fig. 2 toont schematisch een uitvoeringsvorm van een inrichting voor het uitvoeren van een werkwijze voor de vervaardiging van een voorvorm voor de vervaardiging van een optische vezel van het graded index type.

Fig. 3 toont schematisch een uitvoeringsvorm van een inrichting waarmee continu een optische vezel kan worden gevormd uit een tegelijkertijd gevormd wordende voorvorm.

25 Uitvoeringsvoorbeeld 1 (zie fig. 1)

In een buisvormige reactiekamer 1 bijvoorbeeld uit kwarts om metalen verontreinigingen te vermijden en om de voortgang van het afzettingsproces visueel te kunnen volgen en optische metingen te kunnen verrichten aan de zich vormende preform wordt een staafvormig uitgangselichaam 2 uit zuiver kwarts gestoken. Rondom de reactiekamer 1 bevinden zich de trilholten (microwave cavities) 3 en 4, die met een microgolfgenerator (niet getekend) zijn verbonden. De buisvormige reactiekamer 1 is verder voorzien van een drietal gas inlaatbuizen waarvan er twee (5A/5B) zijn weergegeven, waarvan de openingen 120° ten opzichte van elkaar versprongen zijn gerangschikt langs de omtrek van de reactiekamer 1. Door deze buizen (5A/5B) worden de uitgangsstoffen voor de vorming van mantelglas 6 geleid. De buisvormige reactiekamer 1 is verder voorzien van een inlaatbuis 7, waarvan de as in de

uitvoeringsvorm volgens fig. 1 samenvalt met de as van de reactiekamer 1. Door deze buis 7 worden de uitgangsstoffen voor de vorming van kern-
glasmateriaal 8 in de reactiekamer 1 geleid. Het andere einde van de
reactiekamer is voorzien van een gasuitlaatbuis 9 en een pomp 10 voor
5 de afvoer van gasvormige reactieproducten (Cl_2/O_2).

Bij het begin van het proces bevindt een einde van de sub-
straatstaaf 2 (uitgangslichaam) zich op de plaats in de reactiekamer
1, waar door middel van de trilhaute 3 een plasma wordt gevormd. Ver-
volgens wordt een mengsel van zuurstof en siliciumtetrachloride en een
10 doteringsmateriaal zoals GeCl_4 in de buis geleid. Het plasma 3A wordt
ontstoken met het gevolg dat een kernglas bestaande uit een innig
mengsel van SiO_2 en GeO_2 wordt afgezet op de substraatstaaf 2. De staaf
2 wordt met een zodanige snelheid naar rechts bewogen (zie horizontale
pijl) dat bij continu toevoer van de uitgangsstoffen een kolom 8
15 uit kernglasmateriaal wordt gevormd. Het biedt voordeel de substraat-
staaf 2 tijdens het afzettingsproces te roteren. Nadat een kolom van
een bepaalde lengte is gevormd wordt door de inlaatbuizen (5A/5B) waar-
van de openingen tussen de trilhauten 3 en 4 zijn gelegen, uitgangs-
stoffen voor de vorming van mantelglasmateriaal geleid en het plasma
20 binnen de trilhaute 4 ontstoken. Het verdient aanbeveling het proces-
verloop zodanig in te richten dat ook mantelglasmateriaal op de sub-
straatstaaf 2 wordt afgezet. Op deze wijze wordt een stevige verbinding
tussen de zich vormende voorvorm (8, 6) en de substraatstaaf 2 ver-
kregen. Ook kan dit verbindingsdeel dienen om naderhand de voorvorm
25 in te klemmen bij het uittrekken tot een optische fiber. Door middel
van niet getekende ovens wordt de temperatuur op plaatsen waar
materiaal wordt afgezet tussen 1000 en 1200°C gehouden, bij voorkeur
op 1150°C. Tijdens het hele afzettingsproces wordt de substraatstaaf 2
en de zich vormende voorvorm bij voorkeur geroteerd.

30 In een praktisch geval bedroeg de binnendiameter van de buis-
vormige reactiekamer 1:3 cm. De kamer bestond uit een kwartsbuis met
een wanddikte van 1 mm. Een gasmengsel bestaande uit O_2 (200 n cm^3/min),
 SiCl_4 (30 n cm^3/min), GeCl_4 (3 n cm^3/min) werd door de gasinlaatbuis
7 in de reactiekamer geleid. De frequentie van het electrisch veld in
35 de trilhaute 3 bedroeg 2.45 GHz. Vervolgens werden door de inlaatbuizen
een gasmengsel bestaande uit O_2 (600 n cm^3/min) en SiCl_4 (120 n cm^3/min)
in de reactiekamer geleid.

De frequentie van het electrisch veld in de trilhole 4 bedroeg eveneens 2.45 GHz. Door middel van de gevormde plasma's 3A en 4A werd het depositieproces geactiveerd. Er werd met een snelheid van 0,15 cm/min een voorvorm gevormd met een totale diameter van 10 mm.

5 De diameter van de substraatstaaf 2 bedroeg 5 mm. Uit de gevormde voorvorm (lengte 20 cm) werd een stepped index fiber getrokken met een kern van 50 μ m en een totale diameter van 125 μ m en een lengte van 1 km. Het is duidelijk, dat de reactiekamer 1 ook verticaal kan zijn opgesteld. Verder is het mogelijk meer dan twee trilholtes toe te

10 passen en op meer dan twee plaatsen mengsels van uitgangsstoffen in de reactiekamer 1 te laten binnenstromen. Op deze wijze kunnen een aantal lagen kernglas met verschillende samenstelling en brekingsindex over elkaar worden afgezet bijvoorbeeld voor de vorming van een voorvorm voor het trekken van een optische vezel van het graded index

15 type.

Uitvoeringsvoorbeeld 2 (zie fig. 2)

Fig. 2 toont schematisch een uitvoeringsvorm van een werkwijze voor het continue vervaardigen van een voorvorm voor het trekken

20 van optische vezels van het graded index type. Bij deze werkwijze wordt één plasma toegepast, dat wordt gegenereerd met behulp van de trilholtte 29. De depositie reactie wordt uitgevoerd in een cilindrische reactieruimte 28 uit kwartsglas voorzien van een aantal inlaatbuizen 21 tot en met 27, resp. 1" tot en met 6". Door de buizen 21 tot en met

25 24 (en 21" tot en met 24") wordt een mengsel van SiCl_4 en GeCl_4 geleid, waarbij de verhouding SiCl_4 tot GeCl_4 in het mengsel van 21 naar 24 (en 21" en 24") toeneemt. Zuurstof wordt toegevoerd door de buis 27. Door de buizen 25 en 26 (en 25" en 26") wordt SiCl_4 toegevoerd voor de vorming van mantelglas. Door de samenstelling van de toegevoerde gassen

30 zorgvuldig op elkaar af te stemmen kan de mate van dotering van het afgezette kernglas materiaal worden geregeld. Bij toepassing van meer inlaatbuizen en vergroting van de snelheid van de gastoevoer kan de afzetsnelheid worden vergroot. De temperatuur op het oppervlak van de zich vormende voorvorm wordt gehandhaafd op een temperatuur tussen

35 1100 en 1200°C. Hierdoor wordt voorkomen, dat chloor in het afgezette glas wordt ingebouwd. De temperatuur kan worden ingesteld door middel van het vermogen dat in het plasma wordt gedissipeerd. Het proces wordt overigens op dezelfde wijze uitgevoerd als beschreven in uit-

voeringsvoorbeeld 1, de zich vormend voorvorm 8/6 wordt ook hier tijdens het afzettingsproces geroteerd. In de schematisch weergegeven inrichting volgens figuur 3 hebben overeenkomstige cijferaanduidingen dezelfde betekenis als in de figuren 1 en 2. In de figuur is verder

5 schematisch een microgolfgenerator 31, ondersteuningswielen 32 en 33 en een oven 34 aangegeven. De figuur laat zien, dat aan een einde een voorvorm voor het trekken van een optische fiber van het stepped index type wordt gevormd terwijl aan het andere eind deze voorvorm wordt uitgetrokken tot een fiber hiertoe wordt in de reactiekamer 28 zuurstof

10 (via inleidbuis 27) en een mengsel van SiCl_4 en GeCl_4 (via de inleidbuizen 21 en 21¹) en SiCl_4 (via de inleidbuizen 25 en 26 resp. 25¹ en 26¹) geleid. Er wordt een kern 8 uit $\text{GeO}_2/\text{SiO}_2$ glas en een mantel uit SiO_2 gevormd. Het plasma wordt gegenereerd met behulp van de trilholte 29 die verbonden is met een schematisch aangegeven microgolfgenerator 31.

15 Met behulp van de pomp 10 worden reactiegassen uit de reactieruimte 28 weggepompt en een onderdruk gehandhaafd. Dank zij deze onderdruk en geleidewielen die met een regelbare snelheid kunnen worden geroteerd (waarvan er twee in de figuur zijn aangegeven: 32 en 33) is het mogelijk de voorvorm met een constante snelheid uit de reactiekamer 28 te be-

20 wegen en tegelijkertijd aan de onderzijde een fiber te trekken waartoe een oven 33 de voorvorm ter plaatse tot de trektemperatuur (ca. 2000°C) verhit en een trekinrichting (niet getekend) aanwezig is. Met een inrichting van deze aard kunnen continu optische vezels van goede kwaliteit met hoge snelheid worden vervaardigd.

25

30

35

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor de continu vervaardiging van een voorvorm waaruit door trekken een optische vezel kan worden verkregen, door op een uitgangslichaam uit de dampfase kern- en mantelglas aan te brengen onder vorming van een voorvorm in staafvorm en het uitgangslichaam met dezelfde snelheid uit de aanbrengzone weg te bewegen als waarop de voorvorm aangroeit, met het kenmerk, dat massief kernglas direkt op het uitgangslichaam wordt afgezet onder vorming van een kernglas kolom door middel van een niet-isotherm-plasma geactiveerd C.V.D. proces en dat massief mantelglas direkt op de kernglaskolom onder vorming van een mantelglaslaag wordt afgezet eveneens door middel van een niet-isotherm plasma-geactiveerd C.V.D. proces.
2. Werkwijze volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat kernglas van constante samenstelling wordt afgezet met een hogere brekings-index dan het mantelglas.
3. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de samenstelling van het kernglas dat wordt afgezet zodanig wordt gevarieerd dat de brekingsindex naar de as van de kernglaskolom toeneemt.
4. Werkwijze volgens conclusie 1-3 met het kenmerk, dat de zich vormende voorvorm wordt uitgetrokken tot een fiber.
5. Inrichting voor het continu vervaardigen van optische vezels uit een voorvorm, met het kenmerk, dat de inrichting omvat:
 - a. een reactieruimte waarin een niet-isotherm plasma kan gegenereerd met behulp van een trilholte, die de depositieruimte omgeeft, en gasinlaatbuizen voor het toevoeren van de uitgangsstoffen aan de reactieruimte.
 - b. Middelen om de voorvorm met een geregelde snelheid uit de reactieruimte te bewegen.
 - c. Middelen om de reactieruimte op onderdruk te behouden.
 - d. Een de voorvorm omringende trekoven.
 - e. Een trekinrichting voor het uittrekken van de voorvorm tot een fiber.

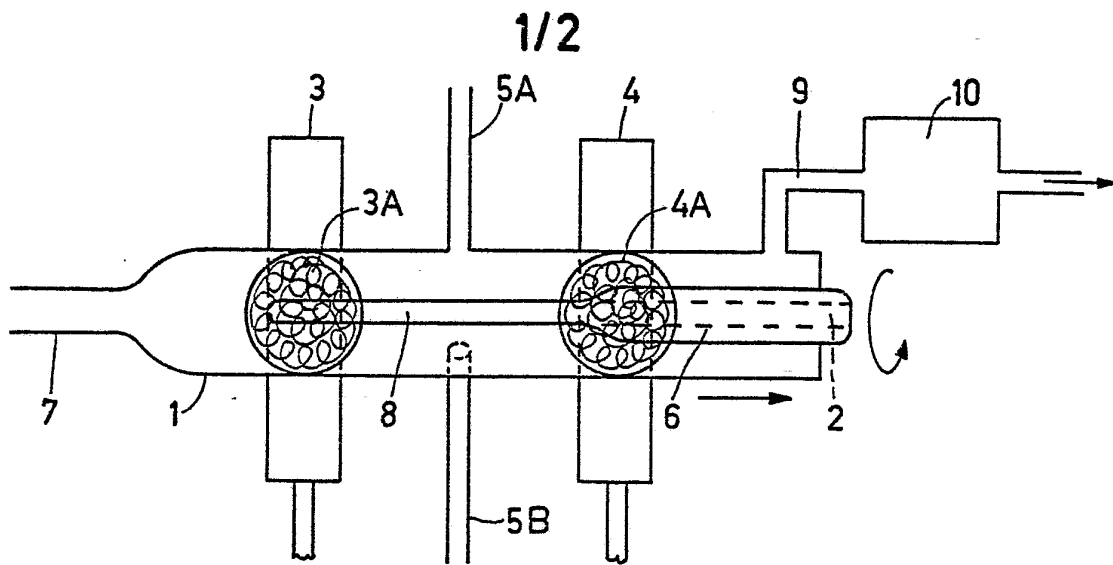


FIG. 1

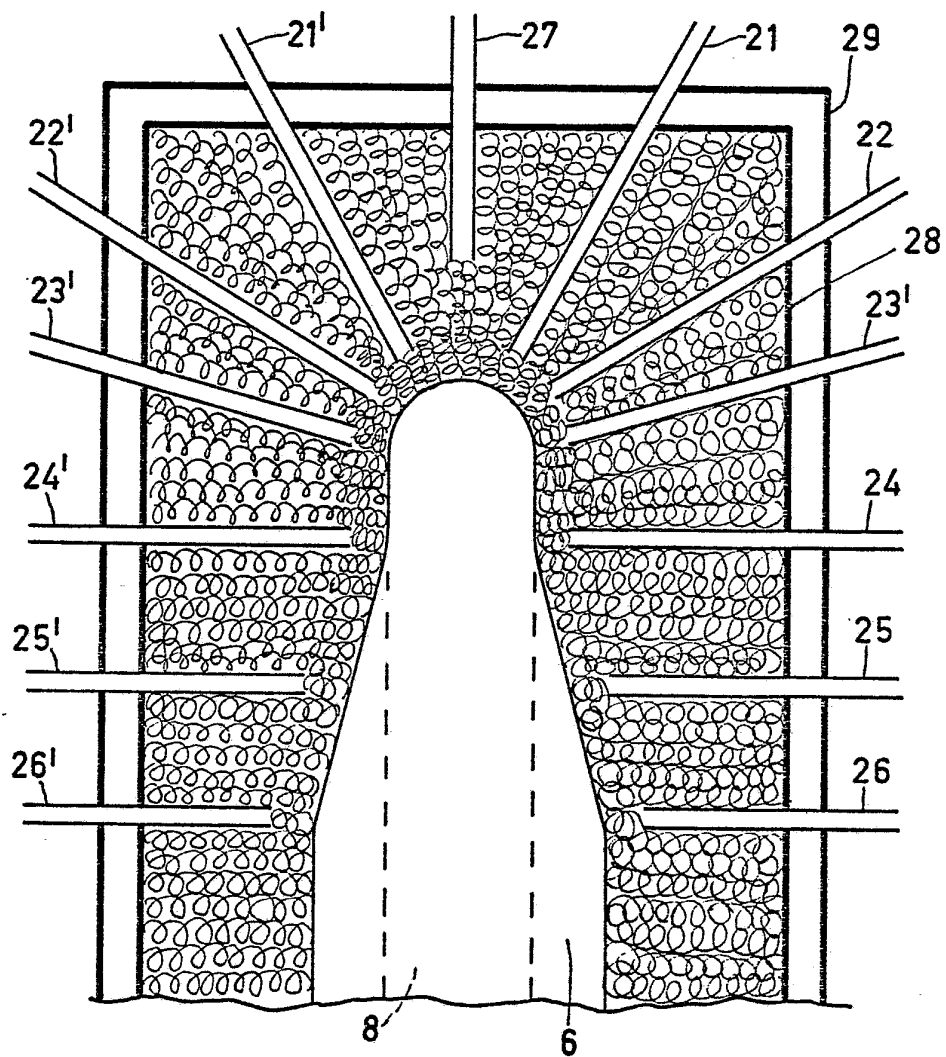


FIG. 2

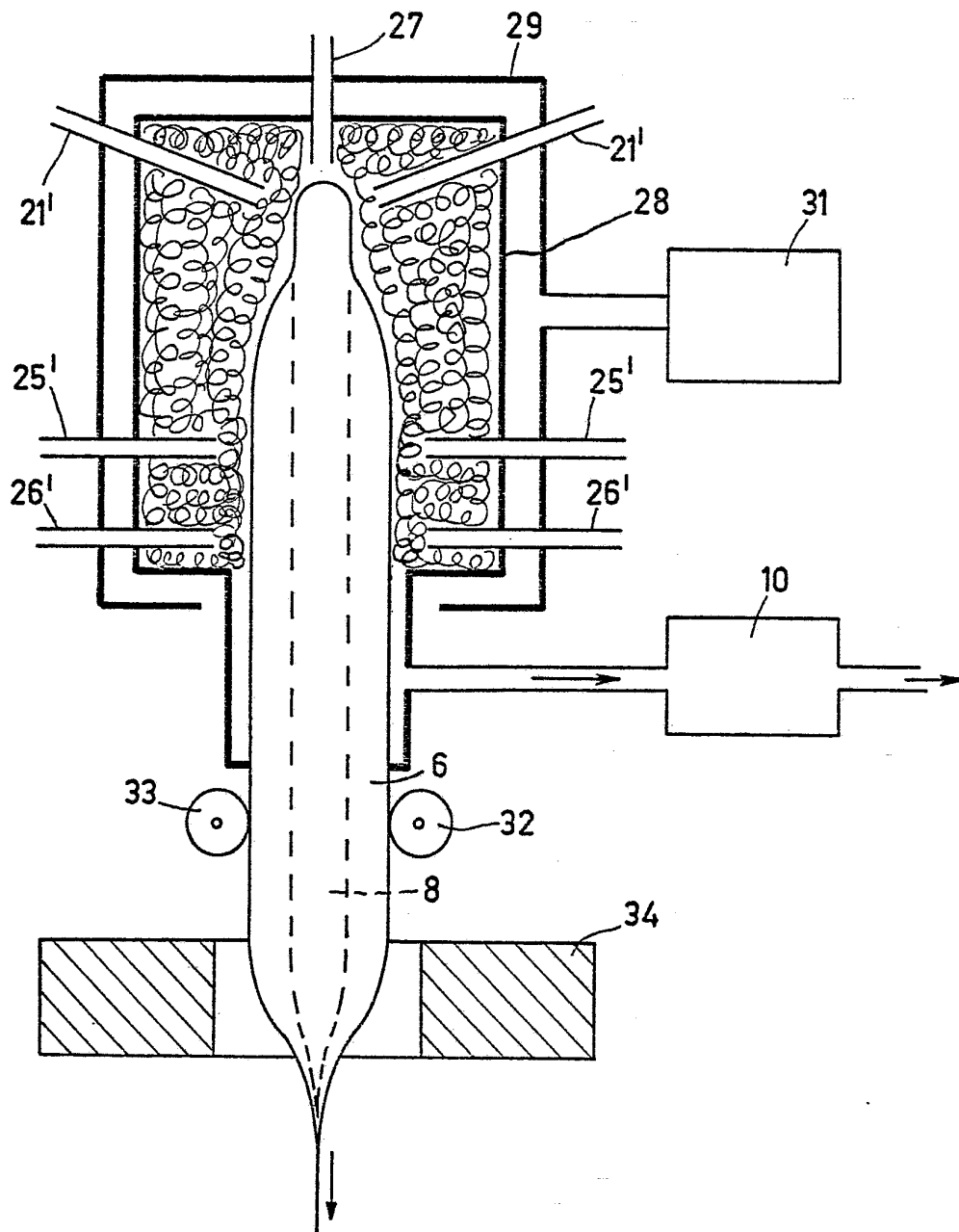


FIG.3