



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 1101844-5 A2



(22) Data de Depósito: 08/04/2011
(43) Data da Publicação: 07/01/2014
(RPI 2244)

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

(54) Título: PROCESSO DE DEPOSIÇÃO INTERNA EM FASE VAPOR

(30) Prioridade Unionista: 13/04/2010 NL 2004544

(73) Titular(es): Draka Comteq B.V.

(72) Inventor(es): Aldea, Eugen, Hartsuiker, Johannes Anton, Milicevic, Igor, Van Stralen, Mattheus Jacobus Nicolas

(57) Resumo: PROCESSO DE DEPOSIÇÃO INTERNA EM FASE VAPOR A presente invenção se refere a um processo de produção de uma pré—forma primária para fibras óticas usando um processo de deposição interna por vapor, compreendendo as etapas de: 1) fornecer um tubo de substrato de vidro oco tendo um lado de admissão e um lado de descarga; ii) envolver pelo menos parte do tubo oco de substrato de vidro por uma fornalha; iii) fornecer gases formadores de vidro dopados ou não dopados para o interior do tubo oco de substrato de vidro através do lado de admissão; iv) criar uma zona de reação na qual são criadas condições tais que a deposição de vidro vai ter lugar no interior do tubo de vidro oco; e v) deslocar a zona de reação em avanço e recuo ao longo do comprimento do tubo oco de substrato de vidro entre um ponto de inversão situado próximo ao lado de admissão e um ponto de inversão situado próximo ao lado de descarga do tubo oco de substrato de vidro, onde, durante pelo menos parte da etapa v), o fluxo de gás compreende uma primeira concentração de flúor, contendo compostos, quando a zona de reação está se movendo na direção do lado da descarga.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção:**PROCESSO DE DEPOSIÇÃO INTERNA EM FASE VAPOR**

A presente invenção refere-se a um método para a
5 manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas
utilizando um processo de deposição interna em fase
vapor, compreendendo as etapas de:

i) prover de um tubo substrato de vidro oco
apresentando um lado de alimentação e um lado de
10 descarga,

ii) circundar pelo menos parte do tubo substrato
de vidro oco por um forno,

iii) suprir gases de formação de vidro dopados ou
não dopados no interior do tubo substrato de vidro oco
15 através do lado de alimentação deste,

iv) criar uma zona reacional na qual são criadas
condições tais que a deposição de vidro irá ocorrer no
tubo de vidro oco, e

v) deslocar a zona reacional para frente e para
20 trás ao longo do comprimento do tubo substrato de vidro
oco entre um ponto de inversão localizado próximo ao
lado de alimentação e um ponto de inversão localizado
próximo ao lado de descarga do tubo substrato de vidro
oco, onde, durante pelo menos parte da etapa (v), o
25 fluxo de gás compreende uma primeira concentração de um
composto contendo flúor quando a zona reacional se
desloca na direção do lado de descarga lado de descarga.

A presente invenção refere-se adicionalmente a um
método para a manufatura de uma pré-forma final para
30 fibras óticas.

A presente invenção refere-se adicionalmente a um método para a manufatura de uma fibra ótica.

Tal método é conhecido per se do pedido de patente US 2005/0000253. Mais particularmente, o dito pedido de
5 patente descreve um processo de deposição interna em fase vapor de acordo com a tecnologia PCVD, em que um tubo substrato de vidro é parcialmente ou completamente circundado por uma cavidade ressonante ao longo de seu eixo cilíndrico, e onde uma mistura gasosa compreendendo
10 O_2 , $SiCl_4$, $GeCl_4$ é alimentada ao tubo substrato. Na dita cavidade ressonante é produzido um plasma local, provocando a reação entre os componentes da mistura gasosa no interior do tubo substrato, formando SiO_x dopado principalmente com germânio. A cavidade
15 ressonante se desloca para frente e para trás ao longo do eixo cilíndrico do tubo substrato, de tal forma que o dito tubo é revestido internamente com camadas de vidro. O dito pedido de patente US descreve adicionalmente a possibilidade de adição de freon (C_2F_6) à mistura gasosa
20 de maneira a reduzir a formação de grupos hidroxila no vidro depositado.

O documento JP 56-104735 descreve um método para a manufatura de uma pré-forma para fibras óticas por raios infravermelhos.

25 O documento US 2009/0004404 refere-se a um método para a manufatura de uma pré-forma para fibras óticas por um processo de deposição interna.

O documento US 2005/0081566 refere-se a um método para a manufatura de uma pré-forma em formato de bastão,
30 método este que ao final do processo de deposição a

quantidade de composto de flúor que é alimentada para o interior do tubo substrato é aumentada em um valor de pelo menos 10%.

5 Uma fibra ótica consiste em um núcleo e uma camada externa em volta do dito núcleo, camada externa esta que é também chamada de "cladding".

O núcleo de uma fibra ótica pode ser feito de uma ou mais camadas concêntricas diferentes, dependendo das propriedades óticas requeridas. Pelo menos parte do
10 núcleo usualmente apresenta um índice de refração mais alto que o do revestimento, de tal forma que luz pode ser transportada através da fibra ótica, principalmente através de seu núcleo.

Para uma fibra ótica feita de vidro, o índice de
15 refração mais alto do núcleo pode ser obtido por dopagem do vidro do núcleo com um dopante que aumenta o índice de refração, tal como germânio, por exemplo. No vidro, o germânio está presente principalmente como GeO_2 . É também possível se dopar o núcleo com um dopante que
20 aumenta o índice de refração, bem como com um dopante que reduz o índice de refração, caso em que as proporções relativas dos ditos dopantes são ajustadas de tal forma que é obtido o índice de refração requerido. Em particular é utilizado flúor como um dopante redutor
25 de índice de refração.

Durante o transporte de luz através da fibra ótica, vários fatores provocam a redução da força do sinal (capacidade ótica). A dita redução é chamada de "atenuação" e pode ser expressa em um coeficiente de
30 atenuação dB/km.

Uma primeira causa da atenuação é a assim chamada dispersão de Rayleigh, que depende em particular da quantidade e tipo dos dopantes no núcleo da fibra ótica. Por causa da dita dispersão de Rayleigh, um sinal luminoso sendo transportado através de uma fibra ótica compreendendo uma quantidade relativamente alta de dopante de germânio no núcleo será atenuado mais fortemente que um sinal luminoso sendo transportado através de uma fibra ótica compreendendo uma quantidade relativamente baixa de dopante de germânio.

O grau em que ocorre a dispersão de Rayleigh depende, além disto, do comprimento de onda. Mais particularmente, o grau da dispersão de Rayleigh é proporcional a λ^{-4} , onde λ é o comprimento de onda. A dispersão de Rayleigh causada por dopante de germânio é, além disto, muitas vezes mais forte que a dispersão de Rayleigh causada por dopante de flúor.

Uma segunda causa da atenuação é a presença de impurezas no vidro, impurezas estas que absorvem luz em um ou mais comprimentos de onda específicos. Em particular, a presença de grupos hidroxila, principalmente presentes como SiOH ou GeOH na fibra ótica, é importante, porque pelo menos um comprimento de onda de absorção fica dentro da faixa de comprimento de onda na qual fibras óticas, em particular fibras óticas de modo único, são utilizadas. Mais particularmente, um pico de absorção é observado em um comprimento de onda de cerca de 1385 nm. O dito pico de absorção é também chamado de pico de água ou atenuação de água.

O comprimento máximo no qual um sinal ótico pode

ser transportado por uma fibra ótica sem ser amplificado depende e está limitado por, entre outros fatores, ao grau no qual o sinal ótico é atenuado.

Conseqüentemente há uma necessidade por fibras
5 óticas nas quais a quantidade de impurezas, em particular grupos hidroxila é minimizada.

Além disto, há uma necessidade por fibras óticas nas quais, a atenuação causada pela dispersão de Rayleigh é minimizada.

10 É um objetivo da presente invenção, prover um método para a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas, utilizando um processo de deposição interna em fase vapor, no qual é possível influenciar a quantidade de grupos hidroxila que é incorporada durante
15 o processo de deposição em fase vapor.

Um outro objetivo da presente invenção é prover um método para a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas, utilizando um processo de deposição interna em fase vapor, onde a fibra ótica manufaturada
20 com base na pré-forma primária exhibe menos atenuação em um comprimento de onda de 1385 nm, e onde a dispersão de Rayleigh não é afetada negativamente.

Ainda um outro objetivo da presente invenção é prover um método para a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas, utilizando um processo de deposição interna em fase vapor, onde a fibra ótica manufaturada com base na pré-forma primária exhibe menos atenuação de Rayleigh e onde a atenuação em um comprimento de onda de 1385 nm não é afetado
30 negativamente.

Um outro objetivo da presente invenção é prover um método para a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas, utilizando um processo de deposição interna em fase vapor, onde é possível se influenciar a
5 incorporação de grupos hidroxila no vidro depositado como função da posição na direção longitudinal do tubo substrato de vidro oco.

A presente invenção tal como descrita na introdução é caracterizada pelo fato de um fluxo de gás compreender
10 uma segunda concentração do composto contendo flúor pelo deslocamento da zona reacional na direção do lado de alimentação seguindo-se seu deslocamento na direção do lado de descarga, onde a primeira concentração do composto contendo flúor é diferente da segunda
15 concentração do composto contendo flúor durante pelo menos parte da etapa (v).

Os presentes inventores encontraram surpreendentemente que em adição à concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás, também a
20 direção do deslocamento da zona reacional durante o processo de deposição interna em fase vapor tem influencia sobre o grau no qual o composto contendo flúor influencia o número de grupos hidroxila no vidro depositado.

25 Mais particularmente, os inventores encontraram que, utilizando um método do estado da técnica, isto é, utilizando uma primeira composição e uma segunda composição idênticas do composto contendo flúor no fluxo de gás, o número de grupos hidroxila no vidro depositado
30 é reduzido mais fortemente quando a zona reacional se

desloca na direção do lado de descarga que quando se desloca na direção do lado de alimentação. Desta forma, é assumido que há uma diferença no grau de eficiência com o qual o composto contendo flúor reduz a formação de
5 grupos hidroxila no vidro depositado.

Os presentes inventores, além disto, encontraram que a variação na quantidade de grupos hidroxila incorporados no vidro depositado difere na direção longitudinal do tubo substrato de vidro oco. Mais
10 particularmente, foi observado que a quantidade de grupos hidroxila varia de alta próximo ao lado de alimentação a baixa próximo ao lado de descarga na realização em que o composto contendo flúor é adicionado apenas quando a zona reacional se desloca na direção do
15 lado de descarga.

Além disto, foi observado que a quantidade de grupos hidroxila varia de próximo a parte mais baixa do lado de alimentação para próximo da parte mais alta do lado de descarga na realização na qual o composto
20 contendo flúor é adicionado apenas quando a reacional está se deslocando na direção do lado de alimentação.

Utilizando um método do estado da técnica, isto é, utilizando concentrações idênticas do composto contendo flúor no fluxo de gás, os presentes inventores foram
25 capazes de observar uma diferença entre a quantidade de flúor sendo incorporada como dopante no vidro depositado pelo deslocamento da zona reacional na direção do lado de descarga e a quantidade de flúor sendo incorporada no vidro depositado como dopante pelo deslocamento da zona
30 reacional na direção do lado de alimentação.

Estas observações levaram à presente invenção, que torna possível reduzir a quantidade de flúor que é incorporada no vidro depositado, sem que isto provoque um efeito negativo sobre a quantidade de grupos hidroxila no vidro depositado. Mais particularmente, é possível, utilizando-se uma quantidade inalterada de grupos hidroxila, se obter uma quantidade reduzida de dopante de flúor no vidro depositado fazendo-se uso da diferença em eficiência com a qual o composto contendo flúor reduz a formação de grupos hidroxila no vidro depositado.

Uma quantidade reduzida de dopante de flúor no vidro depositado resulta em uma menor redução do índice de refração do vidro depositado. Desta forma, se torna possível reduzir a quantidade do dopante que aumenta índice de refração, tal como germânio, que é necessário para se obter o índice de refração requerido. Isto torna possível reduzir a dispersão de Rayleigh, e, desta forma, a atenuação de um sinal ótico na fibra ótica.

Em adição, as observações mencionadas acima levaram à percepção de que a presente invenção torna possível reduzir a quantidade total de grupos hidroxila no vidro depositado sem que isto tenha um efeito adverso sobre a atenuação de um sinal ótico em uma fibra ótica final causada pela dispersão de Rayleigh. Mais particularmente, os presentes inventores perceberam que é possível, dada uma dispersão de Rayleigh constante, reduzir o pico de água, isto é, a atenuação a um comprimento de onda de 1385 nm.

Finalmente, os presentes inventores perceberam que

a presente invenção torna possível influenciar a variação da quantidade de grupos hidroxila no vidro depositado ao longo do comprimento da pré-forma primária.

5 Desta forma, um ou mais dos objetivos acima são alcançados pela implementação da invenção.

 Em uma realização preferida, a primeira concentração do composto contendo flúor é mais alta que a segunda concentração do composto contendo flúor. Os
10 presentes inventores encontraram que em tal realização o número de grupos hidroxila incorporado é reduzido mais fortemente em comparação com uma realização na qual a primeira concentração do composto contendo flúor é mais baixa que a segunda concentração.

15 Em uma realização específica, as ditas primeira e segunda concentrações do composto contendo flúor são ajustadas de tal forma que a quantidade total do composto contendo flúor que é alimentada ao tubo substrato de vidro oco durante um assim chamado a curso
20 permanece a mesma em comparação com um método do estado da técnica, no qual a concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás é a mesma para ambas as direções do deslocamento da zona reacional. O termo "curso" deve ser entendido como significando um deslocamento para
25 frente e para trás da zona reacional, iniciando e finalizando no ponto inverso próximo ao lado de alimentação.

 Utilizando-se uma quantidade total inalterada do composto contendo flúor durante um curso, nenhuma
30 influencia discernível sobre o índice de refração do

vidro depositado pode ser observada, no entanto a quantidade de grupos hidroxila no vidro depositado será reduzida.

Em uma outra realização preferida, o composto
5 contendo flúor é livre de átomos de hidrogênio e é preferivelmente selecionado do grupo consistindo nos compostos CF_4 , C_2F_6 , C_4F_8 , CCl_2F_2 , SiF_4 , Si_2F_6 , SF_6 , NF_3 , F_2 ou uma mistura de dois ou mais destes compostos. Em uma realização específica, o composto contendo flúor é C_2F_6
10 ou C_4F_8 ou uma mistura destes.

Em uma realização preferida, o fluxo de gás compreende adicionalmente pelo menos um dopante selecionado do grupo consistindo em germânio, nitrogênio, boro, titânio, fósforo e alumínio. Quando
15 incorporado ao vidro, o dito dopante aumenta o índice de refração. Conseqüentemente, o efeito redutor do índice de refração do flúor pode ser anulado pela presença de um ou mais dopantes que aumentam o índice de refração.

O germânio estará presente principalmente como GeO_2
20 no vidro depositado. O dopante de germânio pode ser adicionado ao fluxo de gás na forma de GeCl_4 , por exemplo.

O nitrogênio estará presente principalmente como SiO-N no vidro depositado. O dopante de nitrogênio pode
25 ser adicionado ao fluxo de gás na forma de N_2 .

O titânio estará presente principalmente como TiO_2 no vidro depositado. O dopante de titânio pode ser adicionado ao fluxo de gás na forma de TiCl_4 .

O fósforo estará presente principalmente como P_2O_3
30 no vidro depositado. O dopante de fósforo pode ser

adicionado ao fluxo de gás na forma de POCl_3 .

O alumínio estará presente principalmente como Al_2O_3 no vidro depositado. O dopante de alumínio pode ser adicionado ao fluxo de gás na forma de AlCl_3 .

5 Em uma realização especial, a primeira e/ou a segunda concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás são ajustadas de tal forma que o índice de refração do vidro depositado é reduzido em menos de 4×10^{-3} , preferivelmente menos de 2×10^{-3} . Os presentes
10 inventores encontraram que o efeito da direção do deslocamento da zona reacional sobre a incorporação de grupos hidroxila é reduzido quando concentrações relativamente altas do composto contendo flúor são utilizadas, isto é, concentrações que levam a uma
15 redução do índice de refração em mais de 4×10^{-3} .

Uma redução no índice de refração de 4×10^{-3} corresponde a uma concentração de cerca de $11,3 \times 10^{-3}$ por cento em peso de flúor no vidro depositado.

Em uma outra realização especial, a primeira
20 concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás é ajustada de tal forma que o índice de refração do vidro depositado é reduzido em mais de $0,1 \times 10^{-3}$. Uma redução no índice de refração de $0,1 \times 10^{-3}$ corresponde a uma concentração de cerca de $0,3 \times 10^{-3}$ por cento em peso
25 de flúor no vidro depositado.

O especialista no assunto pode determinar por experimentação qual concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás é necessária de maneira a obter uma redução requerida no índice de refração. Para este
30 fim, o especialista no assunto irá selecionar um

primeiro ajuste da concentração, produzir uma pré-forma primária que compreende uma camada de vidro dopado com flúor e uma camada de vidro não dopado, isto é, vidro de quartzo puro, e subseqüentemente medir o índice de refração das duas camadas, utilizando um analisador de pré-forma. Se a diferença no índice de refração entre a camada de vidro dopado com flúor e a camada de vidro não dopado não corresponder ao valor requerido, o especialista no assunto necessitará adaptar a concentração do composto contendo flúor produzindo uma nova pré-forma primária. O especialista no assunto pode, desta forma, relacionar a concentração de gás contendo flúor à redução do índice de refração que será obtida.

Em uma outra realização especial, a proporção R, em relação ao quociente da primeira concentração do composto contendo flúor e da segunda concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás, é ajustada de tal forma que a proporção R fica na faixa:

$1 < R < 100$, preferivelmente $1 < R < 10$.

Em uma outra realização preferida, a proporção R fica na faixa:

$1,5 < R < 10$, preferivelmente $1,5 < R < 3$.

O uso desta realização especial implica no fato da primeira concentração e da segunda concentração do composto contendo flúor serem diferentes de zero.

Em uma realização específica, nenhum composto contendo flúor é adicionado ao tubo substrato de vidro oco no deslocamento da zona reacional na direção do lado de alimentação. Nesta realização específica, a segunda

concentração é, desta forma, igual a zero.

Preferivelmente, o processo de deposição interna em fase vapor de acordo com a presente invenção é do tipo PCVD.

5 Em uma realização específica, a zona reacional na etapa (iv) é um plasma, preferivelmente um plasma de micro-onda.

Em uma outra realização, a zona reacional se desloca a uma velocidade de 5 - 40 metros por minuto
10 (m/min), preferivelmente 15 - 25 metros por minuto, especialmente 15 - 30 m/min, na etapa (v).

Em uma outra realização específica, o forno é ajustado para uma temperatura de 800 - 1200°C, preferivelmente 900 - 1100°C, na etapa (v).

15 Em uma outra realização específica, o forno compreende uma ou mais zonas de temperatura, as quais podem ser ajustadas a diferentes temperaturas, possivelmente independentemente entre si. Em adição, a temperatura em uma ou mais zonas pode variar durante o
20 processo de deposição interna em fase vapor.

Um processo de deposição interna em fase vapor do tipo PCVD, no qual é utilizado o forno compreendendo várias zonas de temperatura, é descrito no pedido de patente holandês n° 1037163, o qual ainda não havia sido
25 aberto à inspeção pública no momento do depósito original do presente pedido.

Um processo de deposição interna em fase vapor do tipo PCVD, no qual a temperatura do forno varia durante o processo de deposição, é descrito no pedido de patente holandês n° 1037164, o qual não havia ainda sido aberto
30

à inspeção pública no momento do depósito original do presente pedido.

Os métodos de acordo com os dois pedidos de patente holandeses mencionados acima são especificamente
5 incorporados aqui como referência.

A presente invenção refere-se adicionalmente a um método para a manufatura de uma pré-forma final para fibras óticas, compreendendo as etapa de:

i) manufatura de uma pré-forma primária de acordo
10 com a presente invenção, e subsequente

ii) colapso da pré-forma primária obtida na etapa (i) em uma pré-forma primária sólida utilizando-se uma fonte de calor,

iii) opcionalmente depósito de uma quantidade
15 adicional de vidro no exterior da pré-forma primária sólida de maneira a formar a pré-forma final.

A presente invenção refere-se adicionalmente a um método para a manufatura de uma fibra ótica, compreendendo a manufatura da pré-forma final, método
20 este que compreende as seguintes etapas:

i) manufatura de uma pré-forma primária de acordo com a presente invenção, e subsequente

ii) colapso da pré-forma primária obtida na etapa (i) em uma pré-forma primária sólida, utilizando-se uma
25 fonte de calor,

iii) opcionalmente aplicando uma quantidade adicional de vidro ao exterior da pré-forma primária sólida de maneira a formar a pré-forma final, e subsequente

30 iv) aquecimento de uma extremidade da pré-forma

final obtida na etapa (iii) e desenvolvendo a fibra ótica a partir da pré-forma final.

Em uma realização especial do método de acordo com a presente invenção, a concentração do composto contendo
5 flúor no fluxo de gás varia durante o deslocamento da zona reacional na direção de um ou ambos os pontos de inversão. Em tal realização, os termos "primeira" e "segunda " concentração devem ser entendidos como sendo os valores médios para a concentração durante o
10 deslocamento na direção em questão.

A presente invenção será agora explicada em mais detalhes com referência a um número de figuras e exemplos, em conexão com os quais deve ser observado, entretanto, que a presente invenção não se limita a
15 estes de forma alguma.

A Figura 1 é uma representação esquemática de um dispositivo para realizar um processo de deposição interna em fase vapor.

A Figura 2 é uma representação esquemática de um
20 dispositivo para realizar a presente invenção

A Figura 3 é uma vista mostrando a atenuação a 1385 nm para fibras óticas manufaturadas com base nas pré-formas primárias de acordo com uma realização da presente invenção.

25 A Figura 4 é uma vista mostrando a atenuação a 1385 nm para fibras óticas manufaturadas com base nas pré-formas primárias de acordo com uma realização da presente invenção.

A Figura 1 mostra esquematicamente um dispositivo
30 (100) para a realização de um processo de deposição

interna em fase vapor for a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas. O dispositivo (100) compreende um forno (1), que envolve pelo menos parte de um tubo substrato de vidro oco (2). O tubo substrato de vidro oco (2) apresenta um lado de alimentação (3) e um lado de descarga (4). O lado de alimentação (3) e o lado de descarga (4) podem ser posicionados entre uma entrada de gás e uma saída de gás, respectivamente (não mostradas). O lado de alimentação (3) e o lado de descarga (4) podem ser fixadas em uma passagem cilíndrica provida em um anel de vedação, de tal forma que o volume interno do tubo substrato de vidro oco (2) é isolado da atmosfera externa. Tal construção torna possível a realização de um processo de deposição interna em fase vapor a uma pressão reduzida quando uma bomba (não mostrada) é conectada à saída de gás.

A Figura 1, além disto, mostra esquematicamente uma zona reacional (7), zona reacional (7) esta que se desloca para frente e para trás durante o processo de deposição interna em fase vapor entre um ponto de inversão (5) localizado próximo ao lado de alimentação (3) e um ponto de inversão (6) localizado próximo ao lado de descarga (4). A distância entre os dois pontos de inversão é o comprimento do curso, isto é, o comprimento ao longo do qual as camadas de vidro são depositadas no interior do tubo substrato de vidro oco (2). Os dois pontos de inversão são circundados por um forno (1).

Durante o processo de deposição interna em fase vapor, gases formadores de vidro dopado ou não dopado

são alimentados ao tubo substrato de vidro oco (2) através do lado de alimentação (3). Na zona reacional (7), os ditos gases formadores de vidro são convertidos em vidro, o qual é depositado no interior do tubo substrato de vidro oco (2). Desta forma, um número de camadas de vidro pode ser depositado no interior do tubo substrato de vidro oco (2) fazendo com que a zona reacional se desloque para frente e para trás durante o processo de deposição interna em fase vapor. A zona reacional (7) apresenta uma largura de deposição (não mostrada), vista na direção longitudinal do tubo substrato de vidro oco (2), largura de deposição esta que é pelo menos 2 vezes, preferivelmente pelo menos 3 vezes, preferivelmente pelo menos 4 vezes menor que o comprimento do curso. O comprimento do curso pode ser, por exemplo, de 1,3 m. A largura de deposição pode ser na faixa de 30 cm - 10 cm, especialmente 25 - 15 cm.

A presente invenção é em particular adequada para um processo de deposição interna em fase vapor do tipo PCVD, no qual micro-ondas são aplicadas no interior do tubo substrato de vidro oco (2), de maneira a formar um plasma local, por intermédio de uma cavidade ressonante (também chamada de ressoador) que circunda parcialmente o tubo substrato de vidro oco (2), vista em sua direção longitudinal. A frase "plasma local" é entendida como significando um plasma apresentando um comprimento que corresponde mais ou menos ao comprimento do ressoador, ambos observados na direção longitudinal do tubo substrato de vidro oco (2). A cavidade ressonante é deslocada para frente e para trás ao longo do

comprimento do tubo substrato de vidro oco (2) entre os dois pontos de inversão (5, 6) em um processo PCVD.

Um processo PCVD é conhecido no estado da técnica, por exemplo, dos pedidos de patente n^{os} US 2005/0000253, 5 US 2008/0044150, US 2005/0120751, US 2008/0053812, US 2005/0041943 e patentes US 4.741.747 e US 4.493.721.

Ressoadores são conhecidos no estado da técnica, por exemplo, dos pedidos de patente publicados n^{os} US 2007/0289532, US 2003/0159781 e US 2005/0172902, e das 10 patente US 4.844.007, US 4.714.589 e US 4.877.938.

O processo PCVD é um assim chamado processo a baixa pressão, o que significa que a pressão é ajustada para um valor de 1 - 40 mbar, preferivelmente 5 - 30 mbar, durante o processo de deposição interna em fase vapor.

15 A Figura 2 mostra esquematicamente uma realização preferida de um dispositivo para conduzir o método de acordo com a presente invenção. Um fluxo de gás (10) sendo alimentado no lado de alimentação (3) do tubo substrato de vidro oco (2) é uma combinação de um fluxo 20 de gás principal (8) e um fluxo de vidro subsidiário (9). O fluxo de gás principal (8) compreende gases formadores de vidro dopado ou não dopado. O fluxo de gás principal (8) opcionalmente compreende um primeiro fluxo do composto contendo flúor.

25 Um segundo fluxo do composto contendo flúor pode ser adicionado durante o processo de deposição interna em fase vapor por meio de um fluxo de gás subsidiário (9). No duto através do qual o fluxo de gás subsidiário (9) é transportado, uma válvula (11), preferivelmente 30 uma válvula binária, pode ser comutada para a posição

"aberta" ou "fechada". Desta forma, é possível se adicionar um fluxo de gás subsidiário (9) ao fluxo de gás principal (8).

A utilização do dispositivo que é esquematicamente mostrada na figura 2, é possível se comutar entre um
5 fluxo de gás (10) consistindo apenas no fluxo de gás principal (8) e um fluxo de gás (10) consistindo em uma combinação do fluxo de gás principal (8) e o fluxo de gás subsidiário (9). A utilização do dispositivo que é
10 esquematicamente mostrado na figura 2, é possível se comutar entre uma primeira concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás (10) correspondendo à concentração resultante do primeiro fluxo opcional do composto contendo flúor no fluxo de gás principal (8), e
15 uma segunda concentração do composto contendo flúor correspondendo à concentração do composto contendo flúor resultante da combinação do fluxo de gás principal (8) com o fluxo de gás subsidiário (9).

O ajuste do fluxo do composto contendo flúor, e, desta forma, a concentração no fluxo de gás (10), pode
20 ser realizado de maneira rápida e precisa pelo ajuste da pressão de gás por trás da válvula (11), observando-se na direção a montante, e do tamanho da passagem (12). Na figura 2, a válvula (11) e a passagem (12) são
25 mostradas algo distantes entre si. É preferível, entretanto, se dispor a válvula (11) e a passagem (12) tão próximas quanto possível ou as integrar entre si.

Na figura 2 o fluxo de gás subsidiário (9) é representado como consistindo em um duto único
30 compreendendo uma válvula (11) e uma passagem (12). É

também possível, entretanto, se utilizar um número de dutos conectados em paralelo, cada um compreendendo uma válvula binária e uma passagem, de tal forma que o fluxo de composto contendo flúor no fluxo de gás subsidiário (9) e, desta forma, a concentração deste no fluxo de gás (10) pode ser ajustado a diferentes níveis.

Preferivelmente, o volume do duto através do qual o fluxo de gás subsidiário (9) é transportado entre a válvula (11) e o lado de alimentação (3) do tubo substrato de vidro oco (2) é tão pequeno quanto possível.

Em uma realização prática, é utilizado um duto apresentando um comprimento de no máximo 1,0 m e um diâmetro de 1/4 de polegada, correspondendo a 6,35 mm. O fluxo de gás subsidiário (9) é preferivelmente adicionado ao fluxo de gás principal (8) em um local próximo ao lado de alimentação (3) na medida do possível. É também possível se alimentar o fluxo de gás subsidiário (9) diretamente no lado de alimentação (3).

Um sistema compreendendo válvulas binárias que é adequado para a realização do método de acordo com a presente invenção é descrito no pedidos de patente US n° 12/642.784, o qual ainda não havia sido aberto à inspeção pública no momento do depósito original do presente pedido.

Embora um dispositivo tal como o esquematicamente mostrado na figura 2 seja preferido, a presente invenção de forma alguma está limitada a tal realização. É também possível se utilizar uma válvula ajustável ou um controlador de fluxo no lugar da válvula binária (11) e

da passagem (12). Além disto, é também possível se utilizar apenas um fluxo de gás, a saber, o fluxo de gás principal (8), caso em que a concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás principal (8) varia como
5 função da direção do deslocamento da zona reacional.

Exemplo 1

Cinco pré-formas primárias para fibras óticas com índice de gradiente multi-modo foram produzidas utilizando-se um processo de deposição interna em fase
10 vapor do tipo PCVD, por meio do dispositivo que é esquematicamente mostrado na figura 1 e na figura 2.

Durante o processo de deposição interna em fase vapor, uma quantidade do composto contendo flúor, mais particularmente C_2F_6 , foi alimentada ao tubo substrato de
15 vidro oco (2) apenas durante o deslocamento da zona reacional (7) na direção do lado de descarga (4). Isto foi obtido colocando-se a válvula (11) na posição "fechada" no deslocamento da zona reacional na direção do lado de alimentação (3) e na posição "aberta" no
20 deslocamento da zona reacional (7) na direção do lado de descarga (4). O fluxo de gás (8) não compreendia qualquer composto contendo flúor.

De maneira a se obter um a pré-forma primária sólida, cada um dos cinco tubos substrato de vidro ocos
25 com as camadas de vidro depositadas em seu interior foram quebrados, utilizando-se uma fonte de calor, após o término do processo de deposição interna em fase vapor.

Utilizando-se um analisador de pré-forma, o perfil
30 do índice de refração radial foi subsequente

determinado em algumas poucas posições ao longo do comprimento de cada pré-forma primária sólida. O termo "perfil do índice de refração radial" deve ser entendido como significando uma representação do índice de refração como função da posição radial em uma pré-forma (primária) ou em uma fibra ótica.

Subseqüentemente, uma camada adicional de vidro foi depositada na pré-forma primária sólida, utilizando-se uma técnica de "overcladding" de plasma, na qual pó de sílica natural foi depositado no exterior da pré-forma primária e vitrificado, utilizando-se um queimador de plasma.

A partir de cada pré-forma final assim obtida, foi desenvolvida uma fibra ótica com índice de gradiente multi-modo. A fibra ótica assim desenvolvida, a qual apresentava um comprimento total de cerca de 200 km, foi dividida em um número de partes menores (fibras óticas), e foi determinada a atenuação (expressa no coeficiente de coeficiente de atenuação) a um comprimento de onda de 1385 nm de cada uma das ditas partes.

Exemplo 2

Cinco pré-formas primárias para fibras óticas com índice de gradiente multi-modo foram produzidas utilizando-se um processo de deposição interna em fase vapor do tipo PCVD, por meio do dispositivo que é esquematicamente mostrado na figura 1 e na figura 2.

Durante o processo de deposição interna em fase vapor uma quantidade do composto contendo flúor, mais particularmente C_2F_6 , foi alimentada ao tubo substrato de vidro oco (2) apenas durante o deslocamento da zona

reacional (7) na direção do lado de alimentação (3). Isto foi realizado colocando-se a válvula (11) na posição "fechada" no deslocamento da zona reacional na direção do lado de descarga (4) e na posição "aberta" no deslocamento da zona reacional (7) na direção do lado de
5 alimentação (3). O fluxo de gás (8) não compreendia qualquer composto contendo flúor. No Exemplo 2, a concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás (8) no deslocamento da zona reacional na direção do lado
10 de alimentação foi ajustada para o mesmo valor da concentração no deslocamento da zona reacional na direção do lado de descarga no Exemplo 1.

De maneira a formar uma pré-forma primária sólida, cada um dos cinco tubos substrato de vidro ociosos com as
15 camadas de vidro depositadas em seu interior foi quebrado, utilizando-se uma fonte de calor, após o término do processo de deposição interna em fase vapor.

Utilizando-se um analisador de pré-forma, o perfil do índice de refração radial foi subsequente-
20 determinado em algumas poucas posições ao longo do comprimento de cada pré-forma primária sólida.

Subseqüentemente, uma camada adicional de vidro foi depositada na pré-forma primária sólida, utilizando-se uma técnica de "overcladding" de plasma, na qual pó de
25 sílica natural foi depositado na pré-forma primária e vitrificado, utilizando-se um queimador de plasma.

A concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás (10) de acordo com o Exemplo 2 foi ajustado para o mesmo valor da concentração do composto contendo flúor
30 no fluxo de gás (10) de acordo com o Exemplo 1.

A partir de cada pré-forma final assim obtida foi desenvolvida uma fibra ótica com índice de gradiente multi-modo. A fibra ótica assim desenvolvida, que apresentava um comprimento total de cerca de 200 km, foi dividida em um número de partes menores (fibras óticas), e foi determinada a atenuação (expressa no coeficiente de atenuação) a um comprimento de onda de 1385 nm de cada uma das ditas partes.

As cinco pré-formas primárias de acordo com o Exemplo 1 e as cinco pré-formas primárias de acordo com o Exemplo 2 foram produzidas em turnos.

Os presentes inventores não observaram diferença no perfil do índice de refração radial entre as pré-formas primárias sólidas manufaturadas de acordo com o Exemplo 1 e as pré-formas primárias sólidas manufaturadas de acordo com o Exemplo 2. Os presentes inventores concluíram deste fato que a quantidade de flúor incorporada no vidro depositado como dopante não depende da direção do deslocamento da zona reacional.

A Figura 3 é uma vista mostrando a atenuação a 1385 nm medida em fibras óticas manufaturadas de acordo com o Exemplo 1.

O eixo vertical mostra o coeficiente de atenuação expresso em dB/km.

O eixo horizontal mostra a posição da fibra ótica desenvolvida, expressa em quilômetros. Uma posição "0" corresponde à posição do ponto de inversão (6) próximo ao lado de descarga (4) do tubo substrato de vidro oco (2) durante o processo de deposição interna em fase vapor.

Desta forma, pode ser claramente discernido na figura 3 que a atenuação das fibras óticas mostra uma redução a partir da posição -200 para a posição 0. A partir disto, segue-se que a quantidade de grupos

5 hidroxila na fibra ótica apresenta uma redução a partir da posição -200 para a posição 0. Os presentes inventores, desta forma, concluem que a quantidade de grupos hidroxila que é incorporada no vidro depositado mostra uma redução na direção do lado de descarga (4) do

10 tubo substrato de vidro oco (2) durante o processo de deposição interna em fase vapor de acordo com o Exemplo 1.

A Figura 4 é uma vista mostrando a atenuação a 1385 nm medida em fibras óticas manufaturadas de acordo

15 com o Exemplo 2.

O eixo vertical mostra o coeficiente de atenuação expresso em dB/km.

O eixo horizontal mostra a posição da fibra ótica desenvolvida, expressa em quilômetros. Uma posição "0" na fibra ótica corresponda à posição do ponto de

20 inversão (6) próximo ao lado de descarga (4) do tubo substrato de vidro oco (2) durante o processo de deposição interna em fase vapor.

Desta forma, pode ser claramente discernível na

25 figura 4 que a atenuação das fibras óticas a um comprimento de onda de 1385 nm mostra um aumento a partir da posição -200 para a posição 0. A partir disto, segue-se que a quantidade de grupos hidroxila na fibra ótica mostra um aumento a partir da posição -200

30 para a posição 0. Os presentes inventores concluem a

partir disto que a quantidade de grupos hidroxila que é incorporada no vidro depositado mostra um aumento na direção do lado de descarga do tubo substrato de vidro oco durante o processo de deposição interna em fase vapor de acordo com o Exemplo 2.

A partir das figuras 3 e 4, segue-se que a atenuação das fibras óticas manufaturadas com base nas pré-formas primárias de acordo com o Exemplo 1 é mais baixa ao longo da parte maior de seus comprimentos que a atenuação das fibras óticas obtidas a partir das pré-formas primárias manufaturadas de acordo com o Exemplo 2. Mais particularmente, na parte aproximadamente entre as posições longitudinais "-150" e "-50" a atenuação a 1385 nm para as fibras óticas obtidas a partir das pré-formas primárias manufaturadas de acordo com o Exemplo 1 é em média mais baixa que a atenuação das fibras óticas obtidas a partir das pré-formas primárias manufaturadas de acordo com o Exemplo 2.

De acordo com os presentes inventores pode ser concluído a partir dos resultados mostrados nas figuras 3 e 4 que é possível reduzir a quantidade de grupos hidroxila incorporados em uma pré-forma primária manufaturada por meio de um processo de deposição interna em fase vapor em comparação com um método de acordo com o estado da técnica enquanto que utilizando-se a mesma quantidade de dopante de flúor no vidro depositado. Para este fim, a primeira concentração do composto contendo flúor deve ser mais alta que a segunda concentração, enquanto que a quantidade total do composto contendo flúor que é adicionada em um curso

durante o processo de deposição interna em fase vapor é mantida no mesmo nível.

De acordo com os inventores pode ser concluído também que é possível reduzir a atenuação causada pela dispersão de Rayleigh em uma pré-forma primária em comparação com um método de acordo com o estado da técnica enquanto que a quantidade de grupos hidroxila incorporados no vidro permanece inalterada. Para este fim a primeira concentração deve ser maior que a segunda concentração, enquanto que a quantidade total do composto contendo flúor que é adicionada em um curso durante o processo de deposição interna em fase vapor é reduzida.

Finalmente, pode ser concluído que a primeira e a segunda concentração do composto contendo flúor podem ser ajustadas de tal forma que a quantidade de grupos hidroxila incorporados no vidro seja substancialmente constante, vista ao longo do comprimento de uma pré-forma primária, em comparação com um método de acordo com o estado da técnica, no qual a concentração de composto contendo flúor não depende da direção do deslocamento da zona reacional.

Embora os exemplos refiram-se a fibras óticas com índice de gradiente multi-modo, a presente invenção não está limitada de forma alguma a tais fibras óticas. A presente invenção pode ser utilizada com todos os tipos de fibra ótica que é manufaturada por meio de um processo de deposição interna em fase vapor. A presente invenção é adequada em particular para fibras de módulo único, porque o comprimento de onda de 1385 nm é um dos

possíveis comprimentos de onda nos quais tal fibra é utilizada em uma rede de comunicação.

Na realização na qual uma pré-forma primária para fibras óticas é manufaturada na qual a fibra ótica exibe
5 um perfil de índice de refração radial compreendendo várias camadas concêntricas (também chamadas de "cascas"), que podem ou não apresentarem valores de índice de refração diferentes, a presente invenção pode ser aplicada a uma ou mais das correspondentes camadas
10 concêntricas na pré-forma primária durante o processo de deposição interna em fase vapor.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para a manufatura de uma pré-forma primária para fibras óticas utilizando um processo de deposição interna em fase vapor, compreendendo as etapas de:

i) prover um tubo substrato de vidro oco apresentando um lado de alimentação e um lado de descarga,

10 ii) envolver pelo menos parte do tubo substrato de vidro oco com um forno,

iii) alimentar gases formadores de vidro dopado ou não dopado ao interior do tubo substrato de vidro oco através de seu lado de alimentação,

15 iv) criar uma zona reacional na qual condições nas quais irá ocorrer deposição de vidro no interior do tubo de vidro oco são criadas, e

v) deslocar a zona reacional para frente e para trás ao longo do comprimento do tubo substrato de vidro oco entre um ponto de inversão localizado próximo ao lado de alimentação e um ponto de inversão localizado próximo ao lado de descarga do tubo substrato de vidro oco, onde, durante pelo menos parte da etapa (v), o fluxo de gás compreende uma primeira concentração do composto contendo flúor quando a zona reacional se desloca na direção do lado de descarga, **caracterizado** pelo fato do fluxo de gás compreender uma segunda concentração do composto contendo flúor no deslocamento da zona reacional na direção do lado de alimentação
25
30 seguindo-se o deslocamento desta na direção do lado de

descarga, onde a primeira concentração do composto contendo flúor é diferente da segunda concentração do composto contendo flúor durante pelo menos parte da etapa (v).

5 2. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da primeira concentração do composto contendo flúor ser maior que a segunda concentração do composto contendo flúor.

10 3. Método de acordo com uma ou ambas as reivindicações precedentes 1-2, **caracterizado** pelo fato do composto contendo flúor ser livre de átomos de hidrogênio e é preferivelmente selecionado do grupo consistindo em nos compostos CF_4 , C_2F_6 , C_4F_8 , CCl_2F_2 , SiF_4 , Si_2F_6 , SF_6 , NF_3 , F_2 ou uma mistura de dois ou mais destes
15 compostos.

4. Método de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo fato do composto contendo flúor ser C_2F_6 e/ou C_4F_8 .

20 5. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-4, **caracterizado** pelo fato do fluxo de gás compreender adicionalmente pelo menos um dopante, preferivelmente selecionado do grupo consistindo em germânio, nitrogênio, boro, titânio, fósforo, alumínio.

25 6. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-5, **caracterizado** pelo fato da primeira concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás ser ajustada de tal forma que o índice de refração do vidro depositado seja reduzido em menos de 4×10^{-3} , preferivelmente menos de 2×10^{-3} .
30

7. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-6, **caracterizado** pelo fato da primeira concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás ser ajustado de tal forma que o índice de refração do vidro depositado seja reduzido em mais de 0,1 x 10⁻³.

8. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-7, **caracterizado** pelo fato da proporção R, a saber, o quociente entre a primeira concentração do composto contendo flúor e a segunda concentração do composto contendo flúor no fluxo de gás, ser ajustado de tal forma que a proporção R fica dentro da faixa:

$$1 < R < 100, \text{ preferivelmente } 1 < R < 10.$$

9. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-8, **caracterizado** pelo fato da segunda concentração ser de 0%.

10. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-9, **caracterizado** pelo fato da zona reacional se deslocar a uma velocidade de 5 - 40 m/min, preferivelmente 15 - 25 m/min, especialmente 15 - 30 m/min, na etapa (v).

11. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-10, **caracterizado** pelo fato da zona reacional na etapa (iv) ser um plasma, preferivelmente um plasma de micro-onda.

12. Método de acordo com uma ou mais das reivindicações precedentes 1-11, **caracterizado** pelo fato do forno ser ajustado a uma temperatura de 800 - 1200°C, preferivelmente 900 - 1100°C, na etapa (v).

13. Método para a manufatura de uma pré-forma final para fibras óticas, **caracterizado** pelo fato de compreender as etapas de:

i) manufatura de uma pré-forma primária de acordo
5 uma ou mais das reivindicações precedentes 1-12,

ii) colapso da pré-forma primária obtida na etapa (i) em uma pré-forma primária sólida, utilizando-se uma fonte de calor,

iii) opcionalmente depósito de uma quantidade
10 adicional de vidro no exterior da pré-forma primária sólida de maneira a formar a pré-forma final.

14. Método para a manufatura de uma fibra ótica, **caracterizado** pelo fato de compreender a manufatura de uma pré-forma final para fibras óticas de acordo com a
15 reivindicação 13, seguida das etapas de aquecimento de uma extremidade da pré-forma final e desenvolvendo a fibra ótica a partir desta.

1/2

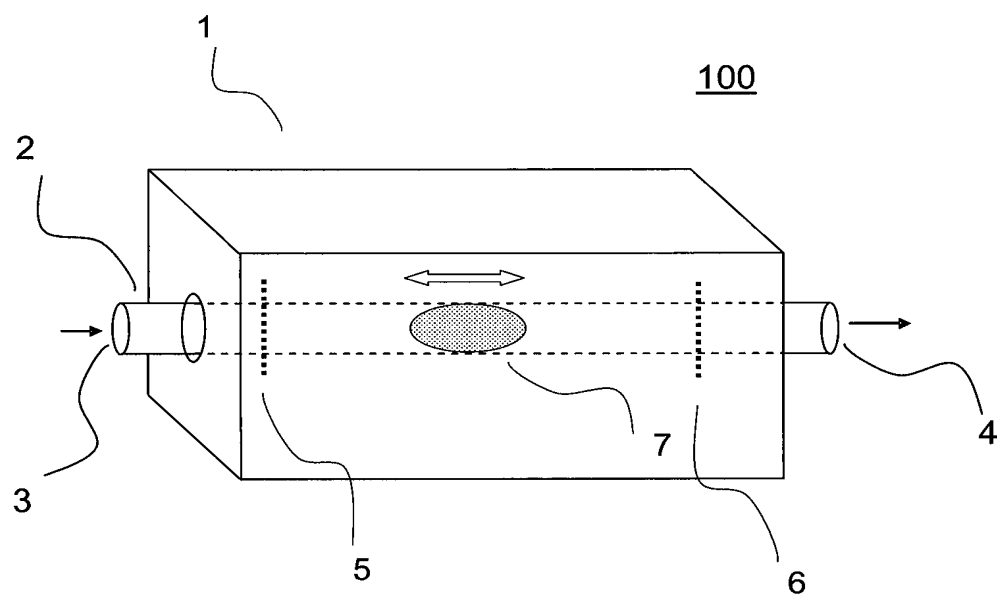


Fig. 1

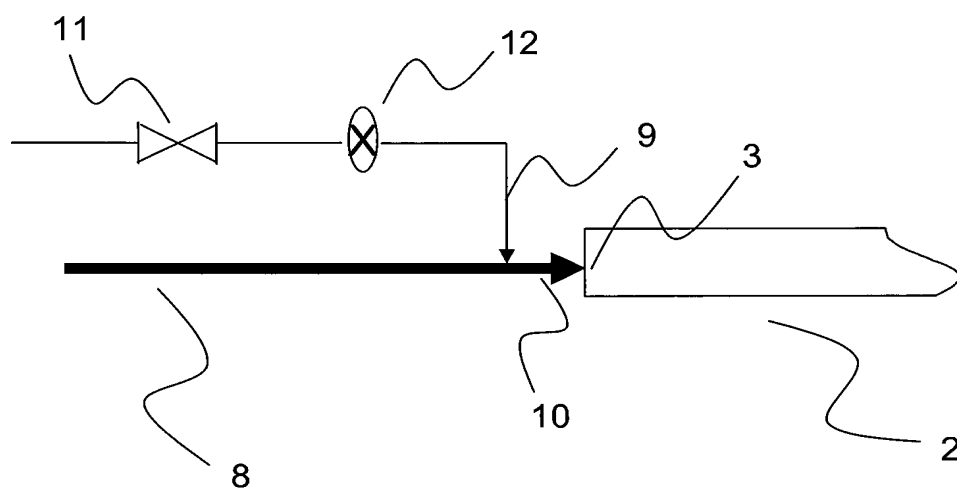


Fig. 2

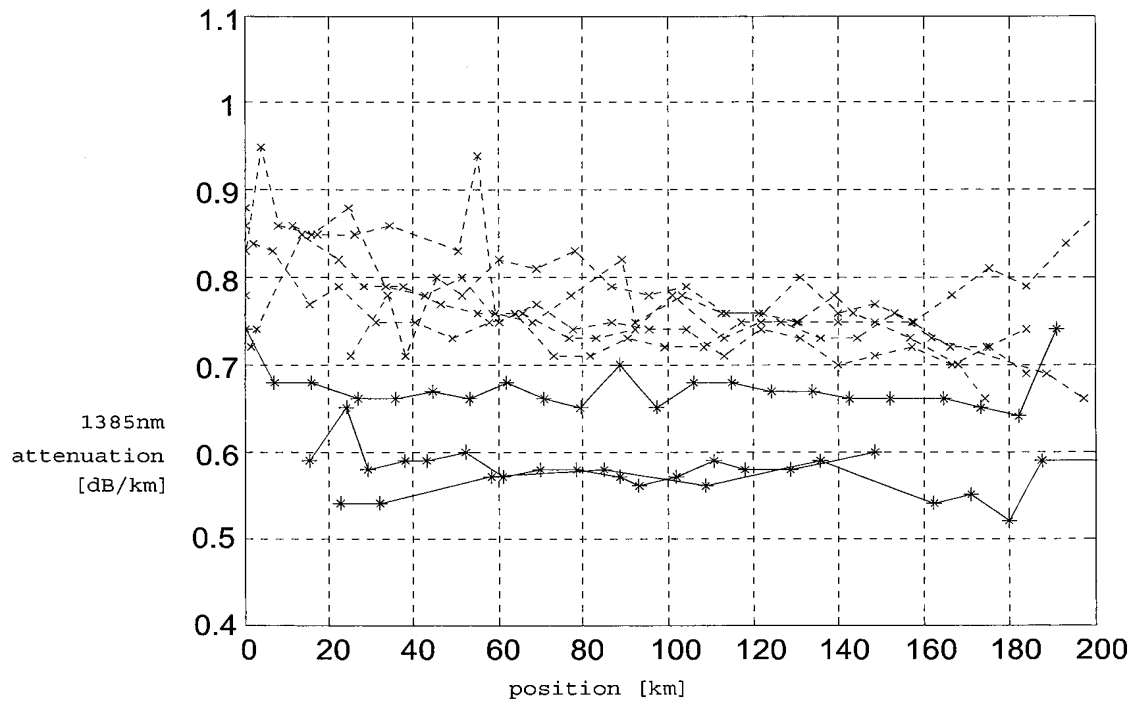


Fig. 3

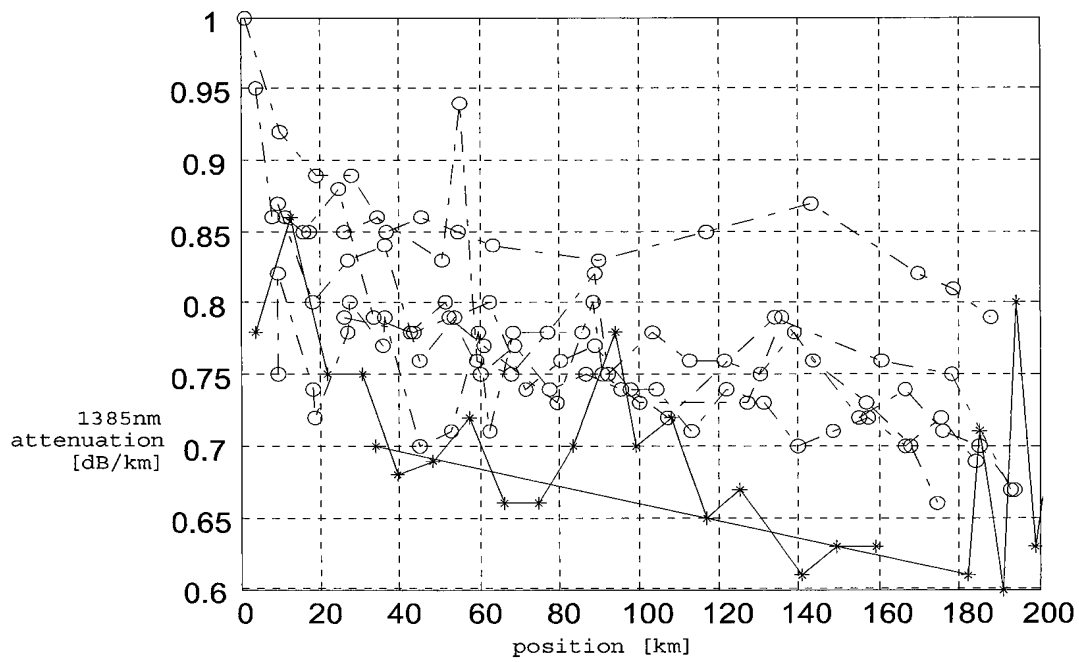


Fig. 4

Resumo da Patente de Invenção para:
"PROCESSO DE DEPOSIÇÃO INTERNA POR VAPOR"

5 A presente invenção se refere a um processo de produção de uma pré-forma primária para fibras óticas usando um processo de deposição interna por vapor, compreendendo as etapas de:

- i) fornecer um tubo de substrato de vidro oco tendo um lado de admissão e um lado de descarga;
- 10 ii) envolver pelo menos parte do tubo oco de substrato de vidro por uma fornalha;
- iii) fornecer gases formadores de vidro dopados ou não dopados para o interior do tubo oco de substrato de vidro através do lado de admissão;
- 15 iv) criar uma zona de reação na qual são criadas condições tais que a deposição de vidro vai ter lugar no interior do tubo de vidro oco; e
- v) deslocar a zona de reação em avanço e recuo ao longo do comprimento do tubo oco de substrato de vidro entre um ponto de inversão situado próximo ao lado de admissão e um ponto de inversão situado próximo ao lado de descarga do tubo oco de substrato de vidro, onde, durante pelo menos parte da etapa v), o fluxo de gás compreende uma primeira concentração de flúor, contendo compostos, quando
- 20 a zona de reação está se movendo na direção do lado da descarga.
- 25