

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 158507 B

(51) Int.Cl.⁵

C 03 C 13/04
G 02 B 6/22
C 03 B 37/027

(21) Patentansøgning nr.: 2157/84

(22) Indleveringsdag: 30 apr 1984

(41) Alm. tilgængelig: 03 nov 1984

(44) Fremlagt: 28 maj 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 02 maj 1983 JP 78036/83

(71) Ansøger: *SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES LTD.; 15, Kitahama 5-chome; Higashi-ku; Osaka, JP

(72) Opfinder: Gotaro *Tanaka; JP, Kunio *Fujiwara; JP, Yasuo *Matsuda; JP

(74) Fuldmægtig: Internationalt Patent-Bureau

(54) Optisk fiber og fremgangsmåde ved dens fremstilling

(56) Fremdragne publikationer

GB off.g. skrift nr. 2105488

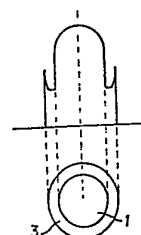
2157-84

(57) Sammendrag:

2157-84

Der fremstilles en optisk fiber med en kerne (1) af glas omgivet af en beklædning (3) af fluorholdigt kvartsglas. Beklædningen (3) fremstilles således, at den omfatter en indre part af given tykkelse med konstant fluorindhold og en ydre part, hvor fluorindholdet gradvis aftager i radial retning, således at det på yderfladen andrager en værdi på 0,7 vægtprocent eller mindre i relation til SiO₂.

Fig. 4



Opfindelsen angår en optisk fiber af den i krav 1's indledning angivne art og en fremgangsmåde ved dens fremstilling.

Hos optiske fibre af kvartsglas er det med henblik på opnåelse af fibre med stor numerisk apertur (NA) ved forøgelse af forskellen (Δn) i brydningsindex mellem kernen og beklædningen og med henblik på som kernemateriale at anvende rent SiO_2 -glas, der har en udmærket strålingsbestandighed, fra eksempelvis US patent nr. 4.082.420 og US patent nr. 4.161.505 kendt til beklædningen at anvende kvartsglas, der indeholder fluor, som nedsætter kvartsglassets brydningsindex. Imidlertid fremgår det af en forelæsning af K. Rau m.fl. ved "Topical Meeting on Optical Fiber Transmission" (1977), at kvartsglas, hvis brydningsindex ved tilsætning af en stor fluormængde reduceres med f.eks. 0,5% i forhold til brydningsindexen for rent SiO_2 -glas, gøres blødere og derfor nemmere kan ridses, og at det desuden bl.a. har en svagere kemisk modstand.

For at afhjælpe denne ulempe er det blevet foreslået at indsætte et fiber-udgangsemne bestående af en glasstav 1 til dannelsen af kernen og et glaslag 3 til dannelsen af en beklædning som vist i fig. 1 i et kvartsrør og at forene de to dele i ét legeme med henblik på opnåelse af et udgangsemne med et kvartsovertræk 5 som vist i fig. 2. Denne forbedrede metode giver imidlertid mange problemer, idet der ofte forekommer bobledannelse ved overgangsfladen mellem beklædningen og overtrækket, når fiber-udgangsemnet forenes med kvartsrøret. Fiberdiametere har tendens til at variere, og der kan forekomme fiberbrud, når udgangsemnet med sit overtræk trækkes til en fiber. Dertil kommer, at når flere fibre, der fremstilles ud fra det i fig. 1 viste udgangsemne, samles i et bundt til dannelsen af en

billedfiber, konstateres der ofte bobledannelse, når fibre ved det såkaldte "sammenklapningstrin" samles i et bundt, hvilket gør det vanskeligt at opnå tilfredsstillende produkter.

5 Fra beskrivelsen til GB patent no. 2 105 488 kender man en optisk fiber med en kerne af rent kvarts, eventuelt doteret med GeO_2 , og et overtræk af et fluorholdigt kvartsglas. Overtrækket er sammensat af et indre overtræk med konstant indhold af fluor og et ydre over-
10 træk med et lavere indhold af fluor.

En optisk fiber ifølge opfindelsen adskiller sig derfra ved, at den ydre part har et fluorindhold, der gradvis aftager i radial retning mod yderfladen, således at fluorindholdet på yderfladen andrager 0,7 vægtprocent
15 eller mindre i forhold til SiO_2 .

En optisk fiber i henhold til opfindelsen besidder en række fordele i forhold til en fiber af den ovenfor nævnte, kendte art.

For det første opnår man den fornødne forskel i
20 brydningsindeks til opnåelse af høj numerisk apertur.

For det andet opnår man en passende modstand eller bestandighed mod bestråling af fibren med radioaktive stråler, især γ -stråler. Når en optisk fiber udsættes for radioaktiv bestråling opstår der fejl i fibren og
25 absorption af UV-bestråling, hvorved der forekommer øget transmissionstab i det spektrale område fra synligt lys til det infrarøde. Man anser rent SiO_2 for at have den højeste bestandighed mod fejdannelse under bestråling, medens kvartsglas, der sædvanligvis doteres med GeO_2 og
30 som benyttes til dannelse af kernen har lav bestandighed mod bestråling. Med denne beklædning, hvor fluorindholdet ved yderfladen er stærkt reduceret opnår man derfor en passende bestandighed mod bestråling.

Opfindelsen angår også en fremgangsmåde ved frem-
35 stilling af en sådan optisk fiber, ved hvilken frem-

gangsmåde der om en kvartsglasstav til dannelse af en kerne tilvejebringes en beklædning i form af et kvartsglaslag med en indre part, der indeholder en konstant mængde fluor over en given tykkelse, og hvor der om den-
5 ne indre part tilvejebringes endnu et kvartsglaslag til dannelse af en ydre part, hvilken fremgangsmåde ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at den ydre part formes med gradvis i radial retning mod yderfladen aftagende fluorindhold ned til en værdi i relation til SiO_2 på
10 0,7 vægtprocent eller mindre ved yderfladen på kvartsglaslaget, og at den resulterende kerne-beklædningsstruktur trækkes til opnåelse af en ønsket diameter.

Fremgangsmåden har den særlige fordel i forhold til den kendte teknik, hvor der til frembringelse af fibren
15 anvendes to dele, nemlig kernen og et kvartsrør, at der ikke længere forekommer bobledannelse (ved overgangsfladen mellem kerne og kvartsrør).

I den kendte teknik, hvor fiberpræformen med kerne og beklædning, der i radial retning har konstant indhold
20 af fluor, indsættes i et kvartsrør, vil der fra beklædningens yderflade forekomme fordampning af SiF_4 , med bobledannelse til følge.

Da der ved fibren ifølge opfindelsen er stærkt reduceret fluorindhold ved yderfladen af beklædningen, er
25 risikoen for bobledannelse praktisk taget fjernet, hvorfor opfindelsen også giver mulighed for den yderligere hensigtsmæssige foranstaltning, at kerne-beklædningsstrukturen indsættes i et rør af kvartsglas og ved opvarmning forenes med dette kvartsglasrør med henblik på
30 opnåelse af en kerne-beklædning-overtræksstruktur, der derefter trækkes til opnåelse af en ønsket diameter.

Opfindelsen forklares nærmere i det følgende under henvisning til den skematiske tegning, hvor

fig. 1 og 2 viser strukturen hos et konventionelt
35 fiber-udgangsemne samt den tilhørende brydningsindexprofil,

fig. 3 et forstadium for en udførelsesform ifølge opfindelsen, som vist i fig. 4, med fiber-udgangsemne til dannelse af en optisk fiber og med den tilhørende brydningsindexprofil,

5 fig. 5 et forstadium for en anden udførelsesform for opfindelsen som vist i fig. 6, med et fiber-udgangsemne til frembringelse af en optisk fiber og med den tilhørende brydningsindexprofil,

10 fig. 7 en del af emnet ifølge fig. 4 i større målestok, og

fig. 8 en graf, der viser den foretrukne relation mellem en forskel i brydningsindex og tykkelsen af yderparten af en beklædning i overensstemmelse med opfindelsen.

15 Som eksempler på doteringsmaterialer, der kan anvendes til glaskernen ifølge opfindelsen, kan nævnes GeO_2 , P_2O_5 , Al_2O_3 og TiO_2 , og man anvender fortrinsvis GeO_2 . For en step-index-fiber kan der sædvanligvis tilføjes GeO_2 i en mængde fra ca. 15 til ca. 40 vægtprocent, 20 alt efter vægten af glaskernen. I henhold til en udførelsesform, der nedenfor beskrives under henvisning til Eksempel 3, er der en mængde på ca. 18 vægtprocent i en periferisk del af glaskernestaven og en mængde på 36 vægtprocent i en central del af glaskernestaven, alt efter 25 vægten af kernen.

Den indre part af beklædningen indeholder en konstant mængde fluor, sædvanligvis mellem ca. 1,5 til ca. 4 vægtprocent fluor.

30 Tykkelsesforholdet (t/t_0) mellem den indre part (t_0) af beklædningen, hvor fluorindholdet er konstant, og den ydre part (t) af beklædningen, hvor fluorindholdet gradvis aftager i radial retning, ligger normalt i området fra 0,04 til 0,2.

35 Tykkelsen af beklædningen og det eventuelle overtræk i forhold til kernerdiameteren kan variere inden for

vide grænser. For en fiber, der omfatter en kerne og en beklædning, har denne beklædning sædvanligvis en tykkelse i området fra $1/20$ til det halve af kernediameteren.

Overtrækket kan eksempelvis have en tykkelse, der er 1-3 5 gange tykkelsen af beklædningen.

For en glasstav med en kerne og en beklædning er tykkelsen af beklædningen, hvor fluorindholdet er konstant, fortrinsvis på 5-50% af kernediameteren. Hvis kernen f.eks. har en diameter på 25 mm, har beklædningen 10 en totaltykkelse på 5 mm, og den ydre part af beklædningen (t) har fortrinsvis en tykkelse på 0,2-1,25 mm. Forskellen (Δn) i brydningsindex mellem den indre part af beklædningen og den ydre part andrager fortrinsvis ca. 0,4 til 1,2%. Når yderparten af beklædningen eksempelvis 15 har en tykkelse på 0,2 mm, er brydningsindexforskellen (Δn) fortrinsvis på 0,4% eller mere, og når yderparten af beklædningen har en tykkelse på 1,2 mm, er forskellen (Δn) fortrinsvis på ca. 1,2%.

Den optiske fiber, der tilvirkes ved trækning af 20 glasstaven, har sædvanligvis en diameter på ca. 100 μm til ca. 500 μm , eksempelvis standarddiametre på 125 μm , 140 μm , 150 μm eller 280 μm .

Opfindelsen skal nu forklares nærmere under henvisning til den skematiske tegning.

25 Fig. 3-8 viser udførelsesformer ifølge opfindelsen og illustrerer en fremgangsmåde til fremstilling af en fiber i overensstemmelse med opfindelsen. I fig. 3 og 4 består glasstaven 1 af GeO_2 -holdigt SiO_2 -glas med henblik på opnåelse af en fiber med stor numerisk apertur 30 eller en fiber med stor billedlysstyrke. I fig. 5 og 6 består glasstaven 1 af meget rent SiO_2 -glas med henblik på fremstilling af en strålingsmodstandsdygtig fiber eller billedfiber.

Til fremstilling af et fiberudgangsemne i overens- 35 stemmelse med opfindelsen påføres glasstaven 1 et lag

3 af fluor-doteret SiO_2 -glas til dannelse af beklæd-
ningen som vist i fig. 3 og 5. Dette fluordoterede SiO_2 -
glaslag kan eksempelvis tilvejebringes ved i en høj-
frekvent plasmaflamme at indføre en fluorindeholdende
5 gas, såsom CCl_2F_2 eller CF_4 , SiCl_4 og O_2 med henblik på
i plasmaflammen at tilvejebringe fluordoteret glas,
der i smeltet tilstand blæses på overfladen af glassta-
ven 1, medens denne stav bringes til at dreje og føres
frem og tilbage, hvorved der dannes en glasfilm. Denne
10 operation fortsætter, indtil glaslaget får den ønskede
tykkelse (fig. 3 og 5). Under dette trin holdes forholdet
mellem den fluordoterede gas og drivgassen i hovedsagen
konstant, således at der opnås et i hovedsagen konstant
indhold af fluor i det akkumulerede glaslag over hele
15 dets tykkelse. For forklaringens skyld vil denne del af
glaslaget 3, der over hele sin tykkelse har konstant
fluorindhold, herefter betegnes den "indre part".

Derefter reduceres fluorkoncentrationen i gasfasen
i plasmaflammen gradvis, medens glaslagets tykkelse grad-
20 vis vokser, således at der er en sådan gradvis ændring
af beskaffenheden af den akkumulerede glasfilm, at fluor-
indholdet på yderfladen til sidst praktisk taget er lig
med nul. For forenklingens skyld betegnes denne del af
glaslaget 3, hvor fluorindholdet gradvis aftager i ra-
25 dial retning, som den "ydre part". Når fluorindholdet i
den ydre part af glaslaget 3 således reduceres til
praktisk taget nul på yderfladen, får fiber-udgangsemnet
og dermed også de fibre, der fremstilles ud fra dette
emne, en ujævn brydningsindexprofil som vist i fig. 4
30 og 6. Hvis fluorindholdet i den ydre part af glaslaget
reduceres for hurtigt, er der sandsynlighed for dannelse
af bobler på overfladen af udgangsemnet, når beklædnings-
laget tilvejebringes. Fig. 7 og 8 viser relationen mel-
lem glastykkelsen (t) og forskellen (Δ) i brydningsindex
35 i den ydre part, hvor fluorindholdet ændres. Med henblik
på undgåelse af en sådan bobledannelse bør man fortrins-

vis vælge værdiområderne som antydnet ved grafen i fig. 8.

Det resulterende fiber-udgangsemne med varierende indhold af fluor i yderparten af glasbeklædningen kan derefter trækkes til en fiber, uden at man får problemer med hensyn til diametervariationen, brud osv. Når dette udgangsemne derefter anbringes i et kvartsrør med henblik på herved at få en struktur med overtræk, konstaterer man, at der ikke dannes bobler mellem beklædningen og overtrækket, og at udgangsemnet kan trækkes til dannelsen af fibre, i det væsentlige uden problemer med hensyn til diametervariation og brud. Når flere fibre, der er fremstillet ud fra de ovenfor beskrevne udgangsemner, samles i bundter til dannelsen af billedfibre, konstaterer man, at der under kollaberingstrinet ikke dannes luftbobler, og at der kan opnås tilfredsstillende produkter.

Man formoder, at undgåelsen af bobledannelse ved overgangsfladen mellem beklædningen og overtrækket skyldes det forhold, at fluordoteret kvartsglas har en lavere viskositet og smelter ved en lavere temperatur end kvartsglas. Når man derfor skal smelte både fluordoteret glas og kvartsglas ved høj temperatur med henblik på sammensmeltning af grænsefladerne, er det nødvendigt at opretholde en temperatur, ved hvilken de begge smelter sammen, dvs. en temperatur på ca. 1600°C . I så fald, og da det fluordoterede glas i sig selv har en stærkt nedsat viskositet og i større omfang befinder sig i smeltet tilstand, fordampes der SiF_4 under højt damptryk, hvorved dette materiale er til stede mellem de to faser. Da glasbeklædningens komposition i henhold til opfindelsen varierer gradvis, således at den på ydefladen praktisk taget er den samme som for det kvartsglasrør, den skal smeltes sammen med, kan det antages, at der ikke dannes SiF_4 i dampform, og at der derfor ingen gas er til stede ved overgangsfladen, hvorved man undgår bobledannelse.

Indtil nu har man beskrevet opfindelsen under henvisning til en udførelsesform, hvor der praktisk taget intet fluor er til stede på yderfladen af beklædningen, men det skal forstås, at formålet ifølge opfindelsen og 5 så kan opnås, hvis fluorindholdet reduceres ned til 0,7 vægtprocent eller mindre.

Opfindelsen skal nu illustreres nærmere under henvisning til følgende eksempler.

Eksempel 1

10 I en højtrykspasmaflamme (udgangseffekt 3,4 MHz, 6 kV, 2,5 A) blev der indført CCl_2F_2 og SiCl_4 i mængder på henholdsvis $300 \text{ cm}^3/\text{min}$ og $400 \text{ cm}^3/\text{min}$, og flammen blev rettet mod en stav af kvartsglas, der var bragt i rotation og udførte en reciprocerende bevægelse, hvilken 15 stav dannede kernen med en diameter på 25 mm og en længde på 200 mm, således at der på yderfladen af staven dannedes et glaslag. På det tidspunkt, hvor diameteren af det således frembragte glaslag nåede op på 35 mm, blev mængderne af CCl_2F_2 og SiCl_4 gradvis reduceret til 20 $10 \text{ cm}^3/\text{min}$ henholdsvis $8 \text{ cm}^3/\text{min}$, hver gang staven vendte bevægelsesretningen. Endelig blev mængden af indført CCl_2F_2 reduceret til 0, og mængden af SiCl_4 til $160 \text{ cm}^3/\text{min}$. Tykkelsen af det lag, hvor fluorindholdet gradvis aftog, var 1 mm. Den således opnåede kerne med den 25 frembragte beklædning blev derefter i en ovn og ved en temperatur på 2000°C trukket til en fiber med en yderdiameter på $140 \mu\text{m}$. Den resulterende fiber udviste en variation af yderdiameteren for det meste inden for $\pm 0,5 \mu\text{m}$. Fibren med diameteren $140 \mu\text{m}$ blev skåret i 30 stykker med en længde på 30 cm, og 5000 fiberstykker blev samlet i et bundt. Fiberbundtet blev indført i et kvartsrør og forenet med dette rør ved opvarmning udefra under anvendelse af en H_2/O_2 -brænder med henblik på opnåelse af et samlet bundt (udgangsemne) til en billed- 35 fiber. Det resulterende udgangsemne var praktisk taget fuldstændigt transparent uden bobledannelse. Da dette

udgangsemne blev trukket til opnåelse af en fiber med en yderdiameter på 3 mm, blev der opnået en tilfredsstillende billedfiber praktisk taget fri for manglende billedelementer.

5

Eksempel 2

Den i henhold til Eksempel 1 frembragte struktur med kerne og beklædning blev trukket til opnåelse af en yderdiameter på 7,5 mm, og den blev indført i et kvartsrør med en yderdiameter på 15 mm og en inderdiameter på 10 mm. Kvartsglasrøret blev opvarmet med en H_2/O_2 -brænder med henblik på opnåelse af en transparent kerne- beklædning-overtræksstruktur helt fri for bobler. Den resulterende struktur blev trukket i en ovn ved en temperatur på $2000^{\circ}C$ med henblik på opnåelse af en optisk fiber med en yderdiameter på 250 μm . Den resulterende optiske fiber udviste en diametervariation inden for $\pm 1 \mu m$ og en brydningsindexforskel Δn mellem kernen og beklædningen på 0,9%, og den havde en udmærket modstandsdugtighed over for stråling, en udmærket styrke og en udmærket vejrbestandighed.

20

Eksempel 3

En billedfiber blev fremstillet på samme måde som angivet i Eksempel 1, bortset fra at der som glaskerne anvendtes en stav af GeO_2 -holdigt glas med en yderdiameter på 25 mm og en brydningsindexforskel på 2% i forhold til kvartsglasset i den centrale del. Brydningsindexforskellen (Δn) mellem kernen og beklædningen i den resulterende billedfiber var på ca. 3%, og billedfibren gav et billede med meget stor lysstyrke uden manglende billedelementer og uden pletter.

30

P A T E N T K R A V

1. Optisk fiber af den art, der omfatter en kvartsglaskerne, som kan indeholde et doteringsmateriale, hvilken kerne er omgivet af en beklædning af fluorholdigt kvartsglas, idet beklædningen består af en indre
5 part og en ydre part, hvor den indre part har en forudbestemt tykkelse og et konstant fluorindhold over denne tykkelse, k e n d e t e g n e t ved, at den ydre part har et fluorindhold, der gradvis aftager i radial retning mod yderfladen, således at fluorindholdet på yder-
10 fladen andrager 0,7 vægtprocent eller mindre i forhold til SiO_2 .

2. Fremgangsmåde ved fremstilling af en optisk fiber ifølge krav 1, ved hvilken fremgangsmåde der om en kvartsglasstav til dannelsen af en kerne tilvejebringes
15 en beklædning i form af et kvartsglaslag med en indre part, der indeholder en konstant mængde fluor over en given tykkelse, og hvor der om denne indre part tilvejebringes endnu et kvartsglaslag til dannelsen af en ydre part, k e n d e t e g n e t ved, at den ydre part for-
20 mes med gradvis i radial retning mod yderfladen aftagende fluorindhold ned til en værdi i relation til SiO_2 på 0,7 vægtprocent eller mindre ved yderfladen på kvartsglaslaget, og at den resulterende kerne-beklædningsstruktur trækkes til opnåelse af en ønsket diameter.

25 3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved, at kerne-beklædningsstrukturen indsættes i et rør af kvartsglas og ved opvarmning forenes med dette kvartsglasrør med henblik på opnåelse af en kerne-beklædning-overtræksstruktur, der derefter trækkes til op-
30 nåelse af en ønsket diameter.

Fig. 1

Brydningsindeks

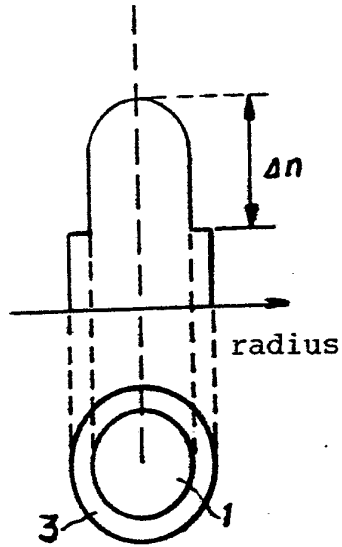


Fig. 2

Brydningsindeks

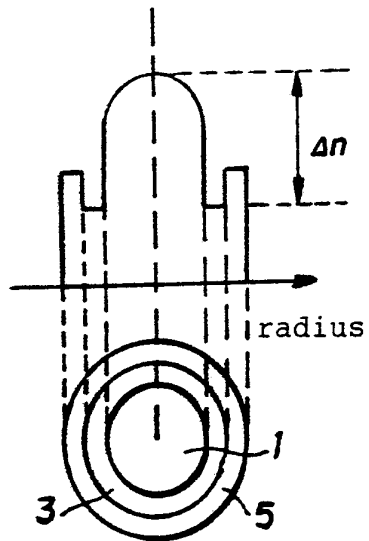


Fig. 3

brydningsindeks

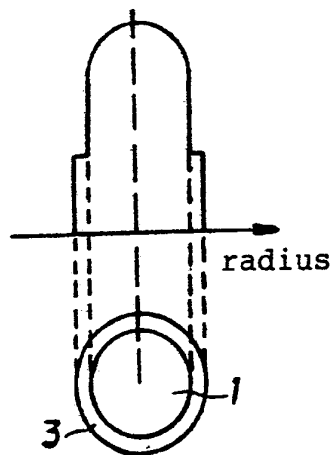


Fig. 4

brydningsindeks

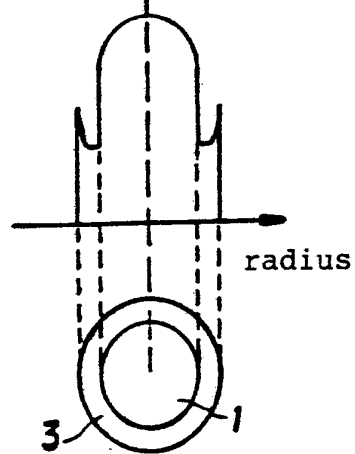


Fig. 5

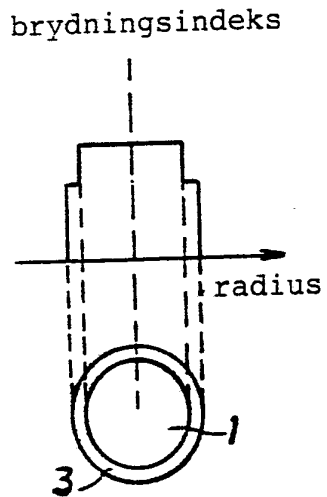


Fig. 6

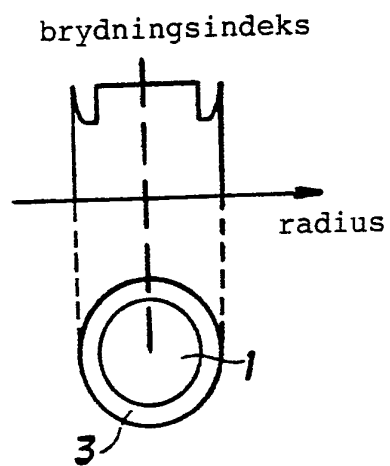


Fig. 7

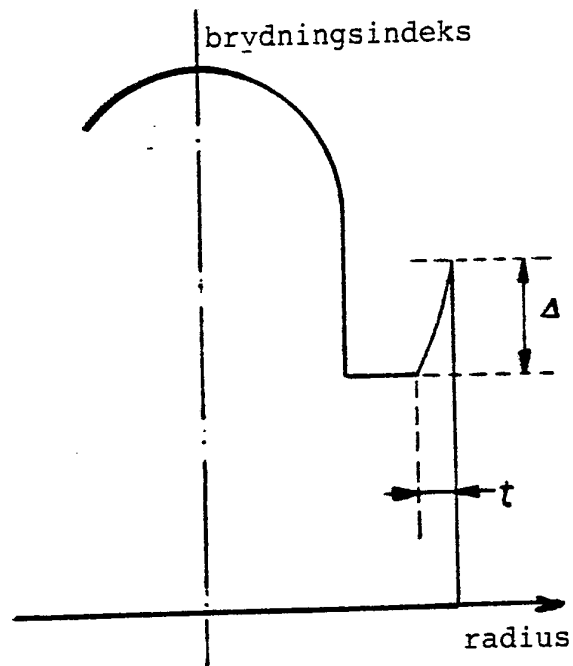


Fig. 8

