



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101994900354872
Data Deposito	16/03/1994
Data Pubblicazione	16/09/1995

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
G	02	B		
Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	03	B		

Titolo

PROCEDIMENTO PER LA REALIZZAZIONE DI FIBRE OTTICHE MONOMODO IN VETRO FLUORURATO.

Descrizione dell'invenzione avente per titolo:

"Procedimento per la realizzazione di fibre ottiche monomodo in vetro fluorurato"

a nome CSELT - Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A., Via G. Reiss Romoli 274, 10148 Torino, nazionalità italiana.

Inventore : Marco BRAGLIA

Giuseppe COCITO

Domanda N.

TO 94A000186

Depositata il

16 MAR. 1994

=====

La presente invenzione si riferisce alle fibre ottiche per telecomunicazioni, e in particolare ha per oggetto un procedimento per la realizzazione di fibre ottiche monomodo in vetro fluorurato.

E' noto che le fibre ottiche monomodo in vetro fluorurato destinate a realizzare amplificatori ottici di elevata efficienza richiedono un rapporto tra i diametri del nucleo e del mantello che è dell'ordine di 1:100. Tenuto conto che il diametro del mantello di queste fibre deve corrispondere a quello delle convenzionali fibre ottiche per telecomunicazioni (tipicamente 125 μm), per ovvie ragioni di compatibilità, ciò significa che il diametro del nucleo deve essere di poco superiore a 1 μm (tipicamente, circa 1,5 μm).

I metodi attuali di realizzazione delle preforme per fibre in vetro fluorurato (p. es. quelli noti nella tecnica con i nomi di "rotational casting" o "build in casting" e altri) non consentono di ottenere rapporti di diametro dell'ordine di grandezza suddetto, ma solo rapporti dell'ordine di 2-3 : 10. In effetti, da un lato non si riescono a formare nuclei con diametro inferiore a qualche millimetro e, dall'altro lato, il

di diametro massimo del mantello non deve superare la decina di millimetri in quanto diametri superiori danno origine a problemi di stabilità del vetro e non permettono la filatura della preforma.

Per questo motivo, le tecniche generalmente utilizzate per realizzare fibre ottiche monomodo in vetro fluorurato prevedono, prima della filatura della preforma, uno "stiramento" della stessa e il successivo rivestimento della preforma stirata con un tubo, di composizione uguale a quella del mantello. Lo stiramento provoca una riduzione del diametro complessivo della preforma di partenza (e quindi del nucleo); il rivestimento con il tubo, che viene a far parte del mantello, permette di aumentare il rapporto tra i diametri del mantello e del nucleo. Può essere necessario ripetere più volte le operazioni di stiramento e rivestimento prima di ottenere il voluto rapporto tra i diametri. La preforma finale è poi filata, in generale dopo collassamento. Un esempio di questa tecnica è descritto nell'articolo "Fabrication of single mode ZBLAN optical fibres", di W. Andrews, D. Coulson e G. Rosman, Journal of Non-Crystalline Solids 140 (1992), pagg. 281-284.

Questa tecnica richiede ripetute operazioni a temperatura superiore alla temperatura di transizione vetrosa del materiale (in particolare, oltre alla fabbricazione della preforma e alla filatura, richiedono un riscaldamento ogni stiramento della preforma e ogni rivestimento con un tubo) che danno origine a processi di cristallizzazione o devetrificazione della matrice vetrosa, con conseguente peggioramento delle caratteristiche meccaniche e ottiche della fibra. Al peggioramento delle caratteristiche meccaniche e ottiche contribuisce anche la presenza delle interfacce supplementari, create con il rivestimento della preforma stirata.

Secondo l'invenzione, si fornisce un procedimento in cui si riduce al minimo il numero delle fasi di riscaldamento richieste per arrivare alla fibra finita e in cui non

è necessaria la formazione di interfacce supplementari.

Il procedimento secondo l'invenzione comprende le operazioni di:

- realizzare un tubo costituito da uno strato esterno di un primo vetro fluorurato di composizione adatta per formare il mantello della fibra e da uno strato interno di un secondo vetro fluorurato di composizione adatta per formare il nucleo della fibra;
- assottigliare lo strato interno mediante attacco chimico a temperatura ambiente, fino a ottenere un rapporto tra i volumi dello strato interno e dello strato esterno del tubo corrispondente al rapporto tra il diametro del nucleo e del mantello richiesto per una fibra monomodo;
- filare il tubo ottenuto come risultato del passo precedente.

L'invenzione sarà ora descritta con maggiori dettagli con riferimento ai disegni allegati, in cui:

- la fig. 1 è una rappresentazione schematica del processo di fabbricazione di un tubo con due strati in vetri fluorurati differenti;
- la fig. 2 è una sezione trasversale del tubo; e
- la fig. 3 è una rappresentazione semplificata di un impianto utilizzabile per l'assottigliamento dello stato interno del tubo di fig. 2 mediante attacco chimico.

Il procedimento secondo l'invenzione prevede, come prima fase, la realizzazione di un tubo composto da due strati coassiali, del materiale richiesto rispettivamente per il mantello e il nucleo di una fibra in vetro fluorurato. A titolo di esempio puramente indicativo, il mantello può essere costituito da un vetro ZHBLAN (cioè un vetro composto da fluoruri di Zr, Hf, Ba, La, Al, Na) mentre il nucleo può essere costituito da un vetro ZBLAYNP (cioè un vetro composto da fluoruri di Zr, Ba, La, Al, Y, Na, Pb). Sempre a titolo di esempio non limitativo, si supporrà che il tubo venga preparato

mediante la tecnica di "colata e rotazione" (rotational casting), sebbene si possano usare anche altre tecniche note abitualmente utilizzate per la realizzazione di preforme di fibre in vetro fluorurato. Una descrizione dettagliata di questo processo è data p. es. da D. C. Tran e altri in "Fluoride glass preforms prepared by a rotational casting process", Electronics Letters, Vol. 18 (1982), pagg. 657 e segg.

Ciò premesso, per la formazione del tubo si versa la miscela di costituenti del vetro del mantello in uno stampo 1, preriscaldato a temperatura prossima alla temperatura di transizione vetrosa. Lo stampo 1 avrà un diametro interno tale che il tubo risultante abbia diametro esterno compatibile con le esigenze della filatura, quindi dell'ordine della decina di millimetri (p. es. 8 - 12 mm). Lo stampo viene posto in rapida rotazione (p. es. a 3000 giri/min o più) in un crogiolo in modo da ottenere un tubo 2 (fasi a, b in fig. 1), che costituirà lo strato esterno del tubo finale. La quantità di materiale sarà tale da formare uno strato dello spessore di 3,5-4,5 mm: in questo modo non si hanno problemi per la successiva formazione dello strato destinato a originare il nucleo della fibra, tenendo conto che il diametro del foro assiale di un tubo ottenibile con questa tecnica non è in generale inferiore ad alcuni millimetri (p. es. 2-3 mm). Una volta che lo strato 2 è solidificato, lo si preriscalda alla temperatura di transizione vetrosa, si versa nel foro assiale 3 la miscela fusa di costituenti del vetro del nucleo, e si rimette in rotazione lo stampo 1, come prima, per dare origine allo strato interno 4 del tubo (fasi c, d). La quantità del materiale versato per la miscela del nucleo sarà tale da formare p. es. uno strato di spessore di 0,5 - 1 mm come massimo. Il tubo finale 5 è rappresentato in sezione in fig. 2.

La fase successiva consiste nell'assottigliamento dello strato interno 4 per ridurre lo spessore a un valore pari a circa 1/100 di quello dello strato esterno (quindi a circa 30 - 40 μm), in modo che, nel tubo collassato, il rapporto tra il



diametro del nucleo e del mantello sia quello richiesto per la realizzazione di una fibra monomodo.

L'impianto che permette di realizzare questo assottigliamento è rappresentato in forma estremamente schematica in fig. 3. Le due estremità del tubo 5 sono montate in raccordi 6, 7 di teflon per il collegamento a un condotto di adduzione 8 dei materiali necessari per il trattamento del tubo e a un condotto di scarico 9 del materiale usato. Il condotto 8 è collegato a una pompa 10, in particolare una pompa peristaltica, che, a seconda delle fasi di lavoro, preleva da rispettivi serbatoi 11, 12, 13 e invia nel tubo 5 una soluzione di attacco chimico, oppure acqua oppure ancora un alcool, come si spiegherà meglio in seguito. Il condotto 9 riporta nei rispettivi serbatoi la soluzione di attacco chimico, contenente il materiale via via asportato, l'acqua e l'alcool. Per la comprensione dell'invenzione non è necessario descrivere con maggiori dettagli la struttura dell'impianto.

Soluzioni di attacco chimico adatte sono p. es. soluzioni di HCl e $ZrOCl_2$ o di HNO_3 , H_3BO_3 e HCl. In esempi di realizzazione dell'invenzione, le concentrazioni dei componenti della prima soluzione erano 1 M per HCl e 0,4 M per $ZrOCl_2$, e quelle dei componenti della seconda soluzione erano 1 M per HCl, 0,5 M per H_3BO_3 e 1 M per HNO_3 . Con le concentrazioni indicate la prima soluzione di questo tipo ha una velocità di attacco nei confronti del materiale del nucleo dell'ordine di 400 $\mu m/h$ in assenza di mescolamento (cioè in caso di immersione nella soluzione), e la seconda ha una velocità di attacco dell'ordine di 1200 $\mu m/h$, sempre nelle stesse condizioni. Dati gli spessori iniziali indicati per lo strato interno 4, si vede che i tempi necessari per ottenere lo spessore finale sono ragionevolmente brevi, compatibili con le esigenze di una produzione industriale: si noti inoltre che la velocità di attacco nelle condizioni dinamiche adottate nella presente invenzione è ovviamente alquanto superiore a quella

che si ha in assenza di mescolamento della soluzione utilizzata.

La soluzione di attacco è fatta passare nel tubo a temperatura ambiente, e questa è una caratteristica essenziale della presente invenzione. Raggiunto lo spessore voluto, la pompa 10 è scollegata dal serbatoio 11 della soluzione di attacco e collegata al serbatoio 12 per far passare nel tubo 5 acqua di lavaggio, sempre a temperatura ambiente. Successivamente, si scollega la pompa dal serbatoio 12 e la si collega al serbatoio 13 per far passare nel tubo 5 l'alcool (vantaggiosamente alcool metilico o isopropilico) per la rimozione dell'acqua.

A questo punto il tubo è pronto per la filatura, per la quale si può applicare una lieve depressione all'interno per evitare la possibile formazione di bolle.

La filatura eseguita su un tubo anziché su una struttura piena come una convenzionale preforma presenta il vantaggio che si può filare un maggior volume di materiale ad una data temperatura ed a parità di gradiente termico tra la superficie e il centro del tubo o, viceversa, che a parità di quantità di materiale, è sufficiente un gradiente termico minore. Un maggior volume di materiale si traduce evidentemente nella possibilità di ottenere fibre più lunghe, mentre un minore gradiente aiuta a migliorare la qualità. .

Come si vede, le operazioni a caldo richieste dal processo secondo l'invenzione sono quelle inerenti alla formazione del tubo e alla filatura, come nei processi convenzionali in cui si realizza e si fila una vera e propria preforma. Le operazioni necessarie per ottenere il rapporto dimensionale voluto tra mantello e nucleo nel prodotto intermedio da filare sono invece effettuate a temperatura ambiente, eliminando quindi le fasi di riscaldamento necessarie, secondo la tecnica convenzionale, per lo stiramento della preforma e il rivestimento con un tubo dello stesso materiale del mantello. Inoltre la filatura diretta del tubo, senza collassamento, elimina

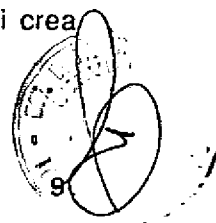
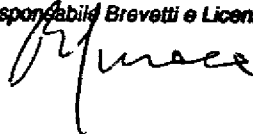
un'ulteriore fase di riscaldamento dei materiali.

E' evidente che quanto descritto è dato a titolo di esempio non limitativo e che varianti e modifiche sono possibili senza uscire dal campo di protezione dell'invenzione.

CSELT
Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per la realizzazione di fibre ottiche monomodo in vetro fluorurato, caratterizzato dal fatto di comprendere le operazioni di:
 - realizzare un tubo (5) costituito da uno strato esterno (2) di un primo vetro fluorurato di composizione adatta per formare il mantello della fibra e da uno strato interno (4) di un secondo vetro fluorurato di composizione adatta per formare il nucleo di una fibra;
 - assottigliare lo strato interno (4) mediante attacco chimico a temperatura ambiente, fino a ottenere un rapporto tra i volumi dello strato interno (4) e dello strato esterno (2) del tubo (5) corrispondente al rapporto tra il diametro del nucleo e del mantello richiesto per una fibra monomodo;
 - filare il tubo (5) ottenuto come risultato del passo precedente.
2. Procedimento secondo la riv. 1, caratterizzato dal fatto che lo strato esterno (2) e lo strato interno (4) del tubo (5) sono realizzati mediante una tecnica di colata e rotazione.
3. Procedimento secondo la riv. 1, caratterizzato dal fatto che per l'attacco chimico si utilizza una soluzione di HCl e $ZrClO_2$ o una soluzione di HNO_3 , H_3BO_3 e HCl.
4. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che l'attacco chimico è effettuato in condizioni dinamiche.
5. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che l'attacco chimico è seguito da un lavaggio del tubo con acqua a temperatura ambiente e da un trattamento con un alcool per eliminare l'acqua residua.
6. Procedimento secondo la riv. 1, caratterizzato dal fatto che per la filatura si crea una depressione all'interno del tubo (5).



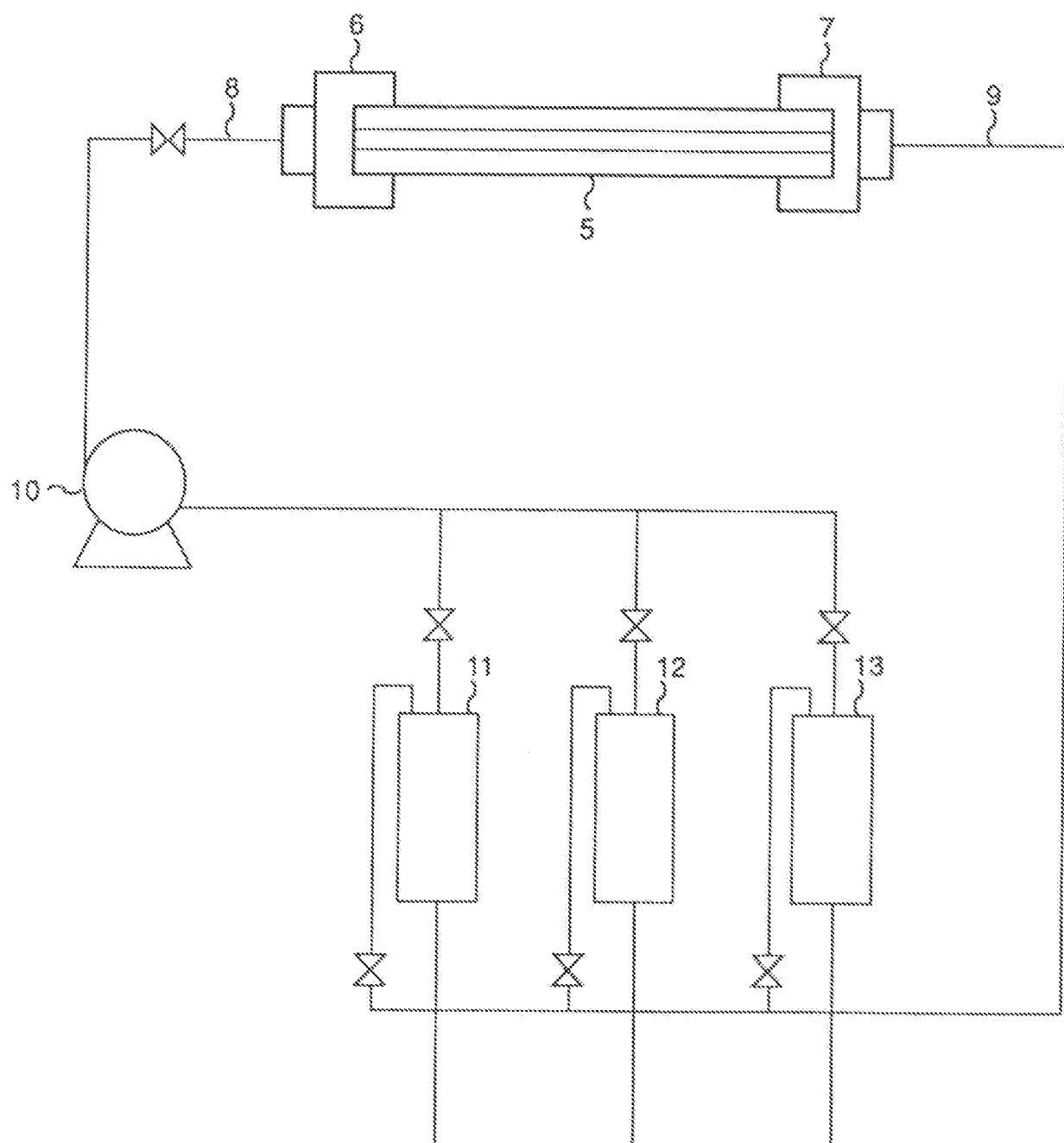
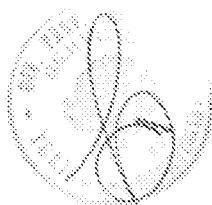


Fig. 3



CSELT
 Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.
 Brevetto di Invenzione e Licenza

[Handwritten signature]

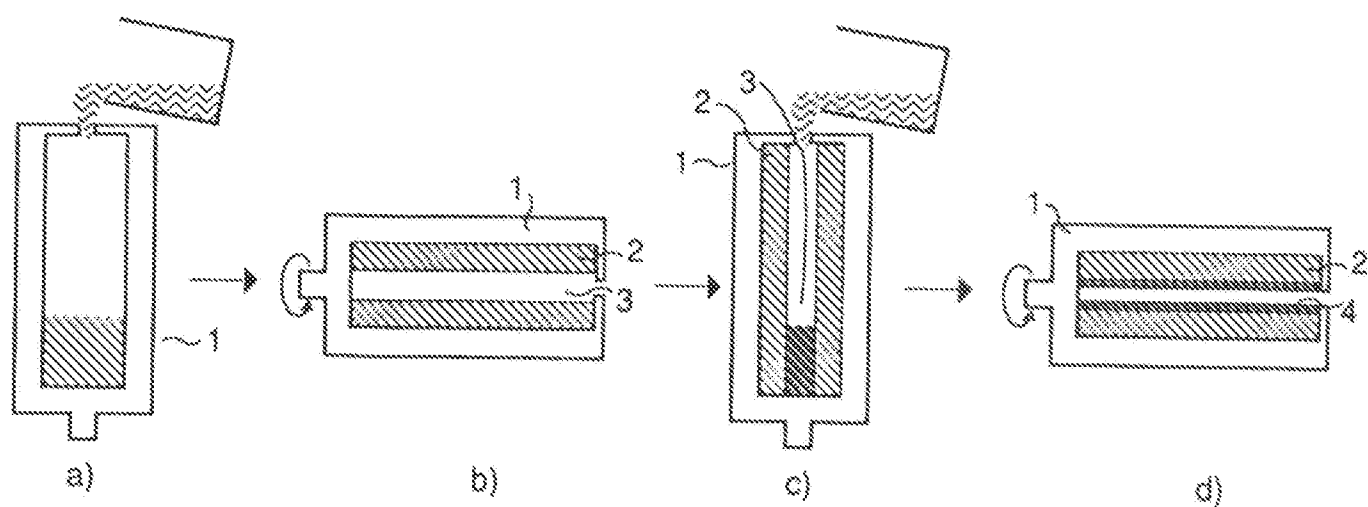


Fig. 1

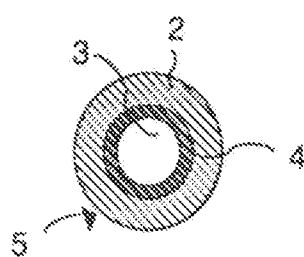


Fig. 2

CSELT
 Centro Studi e Ricerche Telecomunicazioni S.p.A.
 Il Responsabile Brevetti e Licenze

[Handwritten signature]

