

ESTÉ EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Juliana Santiago
dos Santos E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 25.10.2005

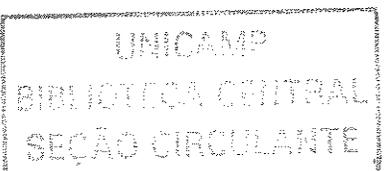
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Automação e Monitoramento para o Controle do Perfil de Índice de Refração de Preformas VAD para Fibras Ópticas

Autor: **Juliana Santiago dos Santos**
Orientador: **Carlos Kenichi Suzuki**

02/05



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

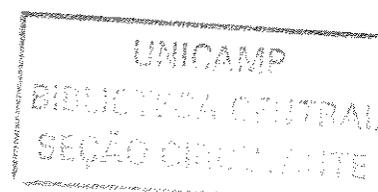
Automação e Monitoramento para o Controle do Perfil de Índice de Refração de Preformas VAD para Fibras Ópticas

Autor: **Juliana Santiago dos Santos**
Orientador: **Carlos Kenichi Suzuki**

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de mestrado acadêmico apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2005
S.P. - Brasil



UNIDADE	BE
Nº CHAMADA	T/UNICAMP
	Sa 59a
V	EX
TOMBO BC/	63606
PROC.	16.P.00086-05
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	11,00
DATA	12/05/05
Nº CPD	

349173

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Sa59a Santos, Juliana Santiago dos
Automação e monitoramento para o controle do perfil de índice de refração de preformas VAD para fibras ópticas / Juliana Santiago dos Santos. --Campinas, SP: [s.n.], 2005.

Orientador: Carlos Kenichi Suzuki.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Fibras ópticas. 2. Automação. 3. Vapor-deposição.
I. Suzuki, Carlos Kenichi. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Automation and monitoring for refractive index profile control of VAD preforms for optical fibers.

Palavras-chave em Inglês: Optical fibers, Automation e Vapor-Phase deposition

Área de concentração: Engenharia de Materiais

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Younes Messaddeq e Paulo Roberto Gardel Kurka

Data da defesa: 25/02/2005

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

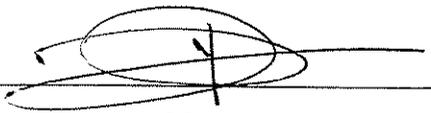
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Automação e monitoramento para o controle
do perfil de índice de refração de preformas
VAD para fibras ópticas**

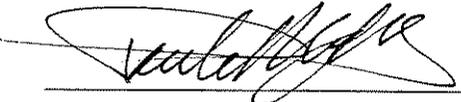
Autor: **Juliana Santiago dos Santos**
Orientador: **Carlos Kenichi Suzuki**



Prof. Dr. Carlos Kenichi Suzuki, Presidente
Faculdade de Engenharia Mecânica – UNICAMP



Prof. Dr. Younes Messaddeq
Instituto de Química – UNESP/Araraquara



Prof. Dr. Paulo Roberto Gardel Kurka
Faculdade de Engenharia Mecânica – UNICAMP

Campinas, 25 de fevereiro de 2005

200509443

Dedicatória

*Dedico este trabalho à minha família
Que muito me incentivou e apoiou.*

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser finalizado sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto minha homenagem:

Ao meu orientador Prof. Dr. Carlos K. Suzuki, pela escolha do tema e orientação ao longo do desenvolvimento do trabalho.

Ao Msc. Eduardo Ono, pelas discussões que muito contribuíram no desenvolvimento deste trabalho.

Aos colegas Edmilton Gusken, Edson H. Sekiya, Fábio B. Pinho, Nadia Marcuz, Rodrigo G. Tomazi, Danilo L. Dalmon, pela ajuda experimental e discussão.

Ao Prof. Dr. Delson Torikai pelas valiosas discussões.

Ao Prof. Dr. Paulo R.G. Kurka pelas sugestões e discussões.

Ao técnico Cláudio R. Silveira, pela ajuda na parte experimental do processo VAD.

À técnica Rita H. B. Jacon, pelas medidas de FRX.

Às instituições FAPESP, CNPq/RHAE, FINEP/PADCT-III, CAPES, pelo apoio financeiro.

Ao CNPq, pelo apoio financeiro através da bolsa de mestrado.

A todos que direta e indiretamente contribuíram no desenvolvimento deste trabalho.

*Deus: muito mais do que a ciência e
a sabedoria é o criador delas*

Resumo

SANTOS, Juliana Santiago, *Automação e Monitoramento para o Controle do Perfil de Índice de Refração de Preformas VAD para Fibras Ópticas*, Campinas, : Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005. 75p. Dissertação (Mestrado)

No Laboratório Ciclo Integrado do Quartzito (LIQC), FEM, UNICAMP, está em andamento o desenvolvimento do processo VAD ("Vapor-phase Axial Deposition") para a fabricação de preformas para fibras ópticas de alta qualidade. Para isto, os parâmetros do processo de fabricação devem ser cuidadosamente controlados, incluindo o perfil de índice de refração, determinado pelo perfil de dopagem de germânio e responsável pelas características de transmissão de dados pela fibra óptica. Neste trabalho estudou-se o efeito da variação dos parâmetros de fabricação de preformas VAD principalmente, da geometria da preforma no perfil de dopagem de germânio, que foi obtido através da caracterização de amostras de preformas consolidadas por espectrometria de fluorescência de raios-X. Também foram apresentados uma metodologia e um sistema de automação em LabVIEW para a quantificação do perfil da superfície de deposição da preforma e determinação do perfil de dopagem de germânio em tempo real. Este estudo possibilitou a fabricação de preformas com perfil de dopagem com formato parabólico e triangular. Além disso, a implantação do sistema de automação permitiu determinar o tipo de fibra a ser produzida no início da deposição da preforma como também, reproduzir o perfil de dopagem, que é essencial para a viabilização comercial do processo VAD.

Palavras Chave

-Tecnologia VAD, fibras ópticas, preformas de sílica-germânia, perfil de dopagem de GeO₂, perfil de índice de refração, automação

Abstract

SANTOS, Juliana Santiago, *Automation and Monitoring for Refractive Index Profile Control of VAD Preforms for Optical Fibers*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005. 75p. Dissertação (Mestrado)

Fabrication of preforms for special optical fiber using VAD, “Vapor-phase Axial Deposition” technique has been in progress at the LIQC, UNICAMP/FEM. In this method, the processing parameters must be accurately controlled, particularly the refractive index profile determined by the germanium doping profile, which controls the data transmission characteristics in optical fiber. In the present research, a study of VAD deposition parameters on the germanium doping profile of nanostructured preform was conducted. The quantitative analysis of germanium concentration was performed by X-ray fluorescence spectrometry. An automation system using LabVIEW was developed for data acquisition and analysis of the deposition surface profile of the preform and on-line determination of the germanium doping profile. As a result, the present development allowed the manufacture of various types of doping profile, such as parabolic and triangular shapes. Moreover, the determination of the type of fiber to be produced and its uniformity control during the process, as well as the reproduction of a specific doping profile were made possible using this system. Applications for industrial use becomes strategic.

Key Words

- Automation process, Special optical fiber, VAD technology, Silica-Germania, Doping Profile, Deposition Surface

Índice

ÍNDICE	I
ÍNDICE DE FIGURAS	III
ÍNDICE DE TABELAS	VI
NOMENCLATURA	VII
CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 FUNDAMENTOS	4
2.1 HISTÓRIA DA FIBRA ÓPTICA	4
2.2 FIBRA ÓPTICA	5
2.2.1 Índice de refração	6
2.2.2 Perfil de índice de refração	6
2.2.3 Dispersão e atenuação em fibras ópticas	10
2.3 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO	11
2.3.1 Processo MCVD	12
2.3.2 Processo PCVD	12
2.3.3 Processo OVD	13
2.3.4 Processo VAD	13
2.3.4.1 Vantagens e desvantagens do processo VAD	15
2.3.4.2 Formação do perfil de dopagem de germânio	15
2.4 RELAÇÃO ENTRE O PERFIL DA SUPERFÍCIE DE DEPOSIÇÃO DA PREFORMA E O PERFIL DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO	16
CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1 PROCESSO VAD DESENVOLVIDO NO LABORATÓRIO CICLO INTEGRADO DE QUARTZO	19
3.2 INFRA-ESTRUTURA UTILIZADA	21
3.2.1 Câmara de deposição	21
3.2.2 Maçarico	22
3.2.3 Forno para desidratação e consolidação de preforma nano-estruturada	23
3.2.4 Sistema de automação para o controle da uniformidade geométrica da preforma	25

3.2.5	<i>Monitoramento da temperatura da superfície de deposição</i>	27
CAPÍTULO 4	FABRICAÇÃO DE PREFORMAS E METODOLOGIA DE AUTOMAÇÃO	29
4.1	PARAMETRIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE DE DEPOSIÇÃO DA PREFORMA	31
4.1.1	<i>Estudo da região para a parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma</i>	33
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	35
4.3	AUTOMAÇÃO PARA MONITORAMENTO EM TEMPO REAL DOS PARÂMETROS α E H	36
4.3.1	<i>LabVIEW</i>	36
4.3.2	<i>Automação para o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma</i>	37
CAPÍTULO 5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
5.1	CORRELAÇÃO ENTRE O PERFIL DA SUPERFÍCIE DE DEPOSIÇÃO E O PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	40
5.1.1	<i>Uniformidade axial do perfil de dopagem de germânio</i>	40
5.2	EFEITO DA DESIDRATAÇÃO NO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	42
5.2.1	<i>Efeito do controle do fluxo de cloro na desidratação na direção axial do perfil de dopagem de germânio</i>	44
5.3	INFLUÊNCIA DO PARÂMETRO H NA DISTÂNCIA ALVO-MAÇARICO E NO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	46
5.4	INFLUÊNCIA DO PARÂMETRO α NO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	49
5.5	PERFIS DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	50
5.6	EFEITO DO ÂNGULO DO MAÇARICO NO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	52
5.7	EFEITO DO FLUXO DE $GeCl_4$ NO PERFIL DE DOPAGEM DE GERMÂNIO	54
5.8	AUTOMAÇÃO PARA O MONITORAMENTO DO PERFIL DA SUPERFÍCIE DE DEPOSIÇÃO DA PREFORMA	57
5.8.1	<i>Quantidade de pontos para a automação da parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma</i>	57
5.8.2	<i>Região que melhor quantifica o perfil da superfície de deposição da preforma</i>	59
5.8.3	<i>Desenvolvimento da interface para o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma em tempo real</i>	60
5.9	INTERPOLAÇÃO PARABÓLICA	62
CAPÍTULO 6	CONCLUSÕES	67
6.1	SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS	68
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	70

Índice de Figuras

Figura 1.1. Método a laser para o controle da uniformidade geométrica da preforma (NAKAHARA, 1983).....	2
Figura 2.1. Índice de refração de sílica e germânia ($\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$) em função da fração molar de GeO_2 para $\lambda = 1,55$ μm (HUANG, 1978; FLEMING, 1984).....	6
Figura 2.2. Exemplos de perfis de índice de refração comumente utilizados em fibras monomodo: (a) degrau, (b) pedestal, (c) W, (d) trapezoidal em anel, (e) coaxial e (f) casca tripla (NOUCHI, 2003).....	7
Figura 2.3. (A) Dispersão em função do comprimento de onda (a) dispersão material para sílica, (b) fibra monomodo padrão e (c) fibra “dispersion shifted” (NOUCHI, 2003). (B) Dispersão em função do comprimento de onda em fibras NZDS com diferentes inclinações de dispersão (a) 0,020, (b) 0,090 e (c) 0,045 (KUMANO, 2002).	8
Figura 2.4. Perfis de índice de refração para fibras “dispersion-shifted” de índice gradual: (a) triangular, (b) trapezoidal, (c) triangular de “dressed-cladding” e (d) gaussiana (AINSLIE, 1986).....	9
Figura 2.5. Perfil de índice de refração parabólico (ISHIDA, 1982.).....	10
Figura 2.6. Redução da perda em fibras ópticas: com o avanço da tecnologia de fabricação das fibras a atenuação diminuiu nas décadas de 70 e 80, atingindo um valor próximo do limite teórico na década de 90 (GREEN, 1993).....	11
Figura 2.7. Correlação entre os expoentes dos perfis de índice de refração e da superfície de deposição da preforma (IMOTO, 1988).	17
Figura 2.8. Concentração de GeO_2 em função da temperatura da chama e temperatura da superfície de deposição. Os números representam a concentração de GeO_2 em porcentagem molar (SUDO, 1982).....	18
Figura 3.1. Nanopartículas de sílica e germânia produzidas pelo método aerosol em chama.....	19
Figura 3.2. (a) Alvo de sílica. (b) Deposição da preforma porosa.....	20
Figura 3.3. Representação esquemática do equipamento de desidratação e consolidação das preformas utilizado no LIQC.....	20
Figura 3.4. (a) Preforma porosa. (b) Preforma vítrea transparente.....	21
Figura 3.5. Câmara de deposição de preforma nano-estruturada.	22
Figura 3.6. Maçarico VAD de 5 vias.....	23
Figura 3.7. Forno de desidratação e consolidação.....	24
Figura 3.8. Interface do software para acionamento de motores de passo desenvolvido em Delphi.....	25
Figura 3.9. Janelas de interface que compõe o sistema de automação e controle VAD (ONO, 2004).....	26
Figura 3.10. Linha de referência sobre imagem da região inferior da preforma.	27
Figura 3.11. Interface para o monitoramento da temperatura da superfície de deposição da preforma.	28

Figura 4.1. Tratamento da imagem digital para a obtenção do contorno do perfil da superfície de deposição da preforma.	31
Figura 4.2. Parametrização da superfície de deposição da preforma.....	32
Figura 4.3. Representação do parâmetro h	33
Figura 4.4. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma tomando pontos a 10 e 20 pixels acima da linha de referência.	34
Figura 4.5. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma considerando os pontos a 10 pixels acima e abaixo da linha de referência.....	34
Figura 4.6. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma considerando pontos a 15 pixels acima e abaixo da linha de referência.	35
Figura 4.7. Equipamento de espectrometria de fluorescência de raios-X e porta amostras.....	36
Figura 4.8. Diagrama geral do processo de automação e monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma	39
Figura 4.9. Diagrama do processo de automação para tratamento da imagem digital e parametrização da superfície de deposição da preforma.	39
Figura 5.1. (a) Variação dos parâmetros α e h durante a deposição. (b) Variação axial do perfil de concentração de germânio durante a deposição.....	41
Figura 5.2. (a) Variação do perfil da superfície de deposição da preforma durante a deposição. (b) Variação axial do perfil de concentração de germânio durante a deposição.....	42
Figura 5.3. Efeito da desidratação na remoção do germânio.....	43
Figura 5.4. Efeito da desidratação na remoção de germânio (a) Perfil de dopagem de germânio parabólico (b) Perfil de dopagem de germânio triangular.....	43
Figura 5.5. Variação axial do perfil de dopagem de germânio antes da troca do rotâmetro.	45
Figura 5.6. Variação axial do perfil de dopagem de germânio após a troca do rotâmetro.	46
Figura 5.7. Efeito do parâmetro h no alargamento do perfil de dopagem de germânio.	47
Figura 5.8. Perfis de dopagem de germânio das preformas D183 ($\alpha = 1,89$ e $h = 3,9$ mm) e D234 ($\alpha = 2,12$ e $h = 4,0$ mm).....	48
Figura 5.9. Perfis de dopagem de germânio das preformas D183 ($\alpha = 1,89$ e $h = 3,9$ mm) e D235 ($\alpha = 1,95$ e $h = 5,1$ mm).....	48
Figura 5.10. Efeito do parâmetro α no perfil de dopagem de germânio das preformas: (a) D279 ($\alpha = 2,50 \pm 0,20$ e $h = 5,7 \pm 0,1$ mm), (b) D256 ($\alpha = 1,17 \pm 0,03$ e $h = 5,7 \pm 0,1$ mm).	50
Figura 5.11. Perfil de dopagem de germânio gradual parabólico.	51
Figura 5.12. Perfil de dopagem de germânio gradual triangular da preforma D235.	52
Figura 5.13. Efeito do ângulo do maçarico no perfil de dopagem de germânio.....	53
Figura 5.14. Perfil da superfície de deposição da preforma (a) $h = 3,6$ mm e (b) $h = 5,1$ mm.....	53
Figura 5.15. (a) Efeito do fluxo de GeCl_4 no perfil de dopagem de germânio parabólico. (b) Efeito do fluxo de GeCl_4 na temperatura da superfície de deposição da preforma.	54

Figura 5.16. Efeito da remoção do GeO ₂ na etapa de desidratação.....	55
Figura 5.17. Efeito do fluxo de GeCl ₄ no perfil de dopagem de germânio triangular.....	55
Figura 5.18. Efeito da temperatura da superfície de deposição da preforma na concentração de dopagem do GeO ₂ ..	56
Figura 5.19. Comparação do número de pontos utilizados no processo de automação para a parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma.....	57
Figura 5.20. Análise da quantidade de pontos utilizados no sistema de automação em função do formato da superfície de deposição da preforma.....	58
Figura 5.21. Valores de α para diversos procedimentos de ajuste.....	59
Figura 5.22. (a) Ajuste de curva linear utilizando a função alométrica, (b) Ajuste de curva não linear utilizando os valores de α e h obtidos de (a).....	60
Figura 5.23. Interface para o posicionamento da linha de referência e monitoramento dos parâmetros α e h	61
Figura 5.24. Comparação de α_{real} e α_{auto}	62
Figura 5.25. Ajuste de curva polinomial de segundo grau da preforma D216.....	63
Figura 5.26. Representação do parâmetro h obtido a partir do contorno da borda da preforma.....	64
Figura 5.27. Ajuste de curva não linear da função alométrica.....	64
Figura 5.28. Ajuste de curva polinomial de grau 2 da preforma D235.....	65
Figura 5.29. Ajuste de curva não linear da função alométrica.....	66

Índice de Tabelas

Tabela 4.1. Condições de deposição de preformas de sílica dopadas com germânia.....	30
Tabela 5.1. Influência de h na distância alvo-maçarico	49

Nomenclatura

FRX	Espectrometria de Fluorescência de Raios-X
Ge	Germânio
GeCl ₄	Tetracloroeto de germânio
GeO ₂	Germânia
MCVD	“Modified Chemical-Vapor Deposition”
OVD	“Outside Vapor Deposition”
PCVD	“Plasma Chemical-Vapor Deposition”
Si	Silício
SiCl ₄	Tetracloroeto de silício
SiO ₂	Sílica
VAD	“Vapor-phase Axial Deposition”

Capítulo 1

Introdução

Nas duas últimas décadas, o sistema de comunicação óptico tem crescido devido à necessidade da implementação de sistemas ultra-rápidos e de grande capacidade. Durante este período, os sistemas ópticos evoluíram de um único canal de transmissão para vários canais de grande largura de banda. Com o advento dos sistemas WDM (“Wavelength Division Multiplexing”), combinado com a tecnologia dos EDFA (“Erbium Doped Fiber Amplifiers”), foi possível suprir a crescente demanda por largura de banda, causada principalmente pela expansão da Internet (NAGAMATSU, 2003).

Desde que foi desenvolvida, a fibra óptica tem revolucionado o sistema de comunicação óptico. Sem o desenvolvimento da fibra óptica de baixa perda como um meio para a transmissão de voz, vídeo e tráfego de dados, a capacidade para atender a demanda de comunicação mundial não seria possível (GLASS, 2000). Sendo flexível, leve, constituída de material dielétrico, imune a interferência, e possuindo um alto grau de segurança na transmissão do sinal, ela tornou-se uma aplicação importante em bancos, TV a cabo, redes de computadores e sistemas militares.

Devido a sua importância para a atualidade, continuamente têm-se aprimorado os processos de fabricação de preforma para fibra óptica, chegando-se a uma atenuação óptica próxima ao limite teórico de 0,13 dB/km, ($\lambda = 1,55 \mu\text{m}$) (OHASHI, 1996). O processo VAD, muito utilizado no Japão e nos EUA, possui alta taxa de deposição e custo reduzido. No Brasil, utiliza-se predominantemente o método MCVD, que apresenta como a principal desvantagem a necessidade da importação de tubos de sílica para a produção das preformas, elevando em muito o custo da fabricação (SUZUKI, 2000).

Por ser considerado um dos métodos mais avançados em termos de eficiência, custo e principalmente devido a possibilidade de desenvolver novas propriedades da sílica pura e sílica dopada (SUZUKI, 1998), em 1996 foi iniciado no Laboratório Ciclo Integrado de Quartzos (LIQC), FEM, Unicamp, o projeto de implantação da tecnologia VAD (“Vapor-phase Axial Deposition”). Desde a implantação desta tecnologia muitas inovações foram realizadas. Dentre elas, destaca-se o controle preciso da uniformidade geométrica da preforma, que mantém o diâmetro dentro das especificações pré-estabelecidas, para obter uma fibra óptica de alta qualidade. O sistema de controle convencional normalmente utiliza um feixe de laser para o controle da geometria da preforma durante sua fabricação (Figura 1.1). Neste caso, a velocidade de subida da preforma e, conseqüentemente, seu diâmetro, são controlados através da comparação da intensidade de um feixe de laser direto com a intensidade do feixe de laser em contato com a superfície de deposição da preforma (NAKAHARA, 1983.). No entanto, neste sistema não é possível medir o diâmetro da preforma durante sua fabricação e a intensidade do laser pode ser ofuscada por partículas provenientes da reação. Além disso, o ambiente corrosivo de fabricação da preforma e a alta temperatura dificultam a instalação de dispositivos de controle, tais como, lasers e detectores (ONO, 2003).

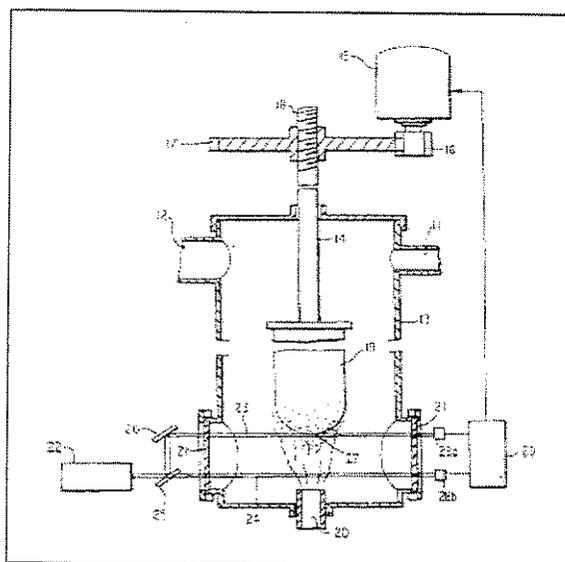


Figura 1.1. Método a laser para o controle da uniformidade geométrica da preforma (NAKAHARA, 1983):

No LIQC, o diâmetro da preforma é controlado, em tempo real, através de um sistema de automação desenvolvido em LabVIEW, que utiliza técnicas de processamento digital da imagem da preforma. Neste sistema, variações no diâmetro da preforma da ordem de 0,2 mm são corrigidas, obtendo-se uma precisão cinco vezes maior quando comparado a sistemas convencionais (SUZUKI, 2002).

Além da uniformidade geométrica da preforma, o perfil de índice de refração, que é definido pela concentração de germânia (GeO_2), é uma das principais características da fibra óptica uma vez que ele determina o tipo de fibra e sua aplicação, além de parâmetros como largura de banda, dispersão e taxa de transmissão dos dados no sistema de comunicação óptico (OKOSHI, 1980). Assim sendo, no presente trabalho foi desenvolvido um sistema de automação em LabVIEW, que estende o atual sistema de controle do diâmetro da preforma, possibilitando a determinação e controle do perfil de dopagem de germânio durante a fabricação da preforma através do monitorando do perfil da superfície de deposição da preforma. Através deste sistema é possível, no início da deposição, estabelecer o perfil de dopagem como gradual parabólico ou gradual triangular, o que determina o tipo de fibra a ser produzido (multimodo ou monomodo). Além disso, possibilita reproduzir o perfil de concentração de germânio e o perfil de índice de refração e identificar variações na uniformidade do perfil de concentração de germânio, reduzindo o rejeito de preformas e, portanto o custo de produção.

Este trabalho tem por objetivo apresentar um estudo da correlação entre o perfil de concentração de germânio e o perfil da superfície de deposição da preforma bem como apresentar uma metodologia e um sistema de automação em LabVIEW para a parametrização da superfície de deposição em tempo real, de forma a controlar e determinar o perfil de dopagem de germânio e o perfil de índice de refração de preformas VAD para fibra óptica.

Capítulo 2

Fundamentos

2.1 História da fibra óptica

Desde a pré-história, os homens precisavam se comunicar uns com os outros. Os sinais de fumaça foram os primeiros sinais ópticos utilizados pelos chineses, egípcios, gregos e índios norte americanos (GISTVIK, 2002). Após o grande avanço da Física durante a Idade Média e Idade Moderna, o advento da Óptica Ondulatória e da Óptica Quântica, surgiram novos conceitos, novas descobertas e invenções que implicaram em inúmeras aplicações para a Óptica.

O sistema de transmissão através de fibra óptica tornou-se possível após a invenção do laser por Maiman em 1960. As ondas de luz do laser são fontes de luz coerente, de alta intensidade, alta monocromaticidade e sem divergência capazes de transmitir grande quantidade de informação se comparadas com ondas de rádio e microondas (ARUMUGAN, 2001).

Em 1966, Kao e Hockhman, da Standard Telecommunications Laboratories, na Inglaterra, descobriram a possibilidade de transmissão de dados por fibra óptica desde que a perda fosse inferior a 20 dB/km (KAO, HOCKHMAN, 1966). Em 1969, a Nippon Sheet Glass Co. e a Nippon Electric Co., juntaram-se e produziram a primeira fibra para comunicação, “Selfoc”, com perda acima de 100 dB/km (UCHIDA, 1969). Em 1970, nos Estados Unidos, a Corning Glass Works foi a primeira a anunciar uma fibra monomodo, com centenas de metros de comprimentos e com atenuação menor de 20 dB/km (KAPRON, 1970). Posteriormente (1972), a Corning atingiu perdas abaixo de 4 dB/km com a invenção do processo OVD (“Outside Vapor Deposition”) (MACCHESNEY, 1974).

Em 1974, a Bell Laboratories desenvolveu o processo MCVD (“Modified Chemical Vapor Deposition”), produzindo uma fibra com 1,1 dB/km em $\lambda = 1,06 \mu\text{m}$ (FRENCH, 1974). Em 1977, a Ibaraki Electral Communication Laboratory, da NTT (Nippon Telegraph Telephony Corp.), desenvolveu o processo VAD (“Vapor-phase Axial Deposition”), produzindo, em 1979, uma fibra com perda de 0,2 dB/Km na região de $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ (MIYA, 1979).

Em 1986, foi obtida uma atenuação de 0,154 dB/km em 1,55 μm para uma fibra monomodo com um núcleo de sílica pura e a casca dopada com flúor (YOKOTA, 2002). Para fibras dopadas com germânio, em 2000, foi alcançada uma atenuação de 0,160 dB/km e para fibra de sílica pura foi de 0,152 dB/km em 1,55 μm (NOUCHI, 2003).

2.2 Fibra óptica

A fibra óptica é um meio usado para se transmitir dados através de raios de luz. Ela é geralmente produzida com materiais vítreos dielétricos e transparentes para a faixa do infravermelho próximo. A estrutura da fibra óptica é bastante simples, sendo composta de um núcleo, por onde a luz trafega, uma casca responsável pelo confinamento da luz no interior do núcleo e camadas externas responsáveis pela resistência mecânica.

A sílica (SiO_2) é um dos materiais mais apropriados para a confecção da fibra óptica de baixa perda, pois é uma matéria prima de baixo custo, possui elevada resistência mecânica e alta transparência óptica. Além disso, é relativamente fácil de mudar seu índice de refração através da dopagem com outros óxidos e pode ser facilmente produzida através da reação a vapor e deposição utilizando cloretos (IZAWA, 1987).

A fibra óptica não pode ser produzida diretamente da sílica natural (Quartzo) porque esta possui quantidades inaceitáveis de impurezas metálicas que devem ser removidas. Por outro lado, a sílica natural é utilizada para a produção do tetracloreto de silício através da redução com o carbono, seguida da reação com o cloro. Para a produção de fibra óptica utiliza-se o SiCl_4 com alto grau de pureza, produzindo o SiO_2 através da reação em chama do SiCl_4 na fase vapor (HYDE, 1942).

2.2.1 Índice de refração

A luz (sinais ópticos) é guiada pela fibra óptica pelo fenômeno da reflexão total da luz. Para ocorrer este fenômeno é necessário que o índice de refração do núcleo seja maior que o índice de refração da casca. Esta diferença no índice de refração, da ordem de 10^{-2} , é obtida através da dopagem da sílica vítrea, durante o processo de fabricação da preforma, com compostos tais como GeO_2 , TiO_2 , P_2O_5 e Al_2O_3 (BEALES, 1980; NAGEL, 1992). Atualmente, o GeO_2 é o dopante mais utilizado devido a sua baixa perda óptica, isto é, o GeO_2 raramente produz íons que absorvem a luz durante a fabricação da preforma. Segundo HUANG, 1978, a incorporação do GeO_2 na sílica aumenta linearmente seu índice de refração (Figura 2.1).

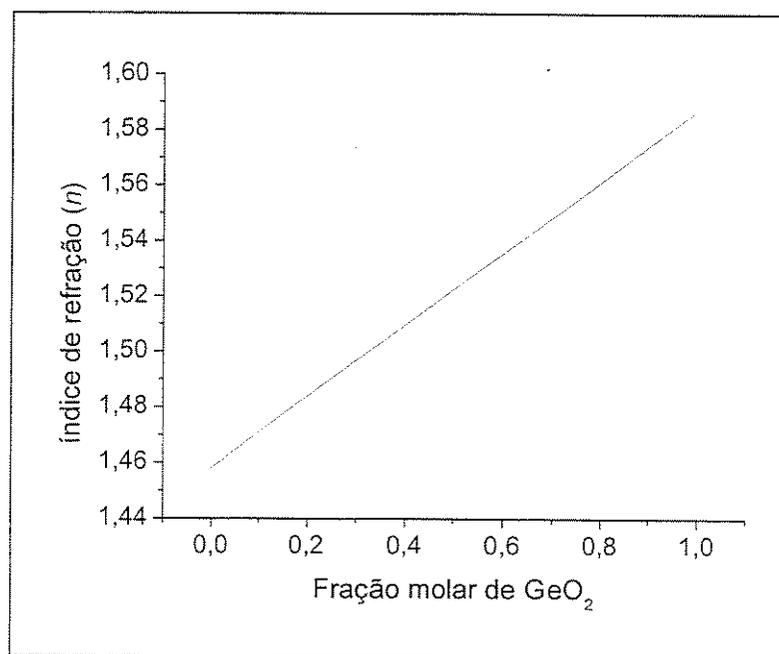


Figura 2.1. Índice de refração de sílica e germânia ($\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$) em função da fração molar de GeO_2 para $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ (HUANG, 1978; FLEMING, 1984).

2.2.2 Perfil de índice de refração

A variação do índice de refração no núcleo da fibra define o perfil de índice de refração. Existem vários tipos de perfis como degrau, pedestal, "W", trapezoidal em anel, coaxial e casca tripla (Figura 2.2). Estes perfis são comumente utilizados em fibra monomodo, onde apenas um

modo pode se propagar através da fibra (NOUCHI, 2003). A fibra monomodo tem um diâmetro de núcleo pequeno. Por possuir uma atenuação muito baixa e alta largura de banda, ela é utilizada para sistema de longa distância, operando no comprimento de onda de $1,55 \mu\text{m}$.

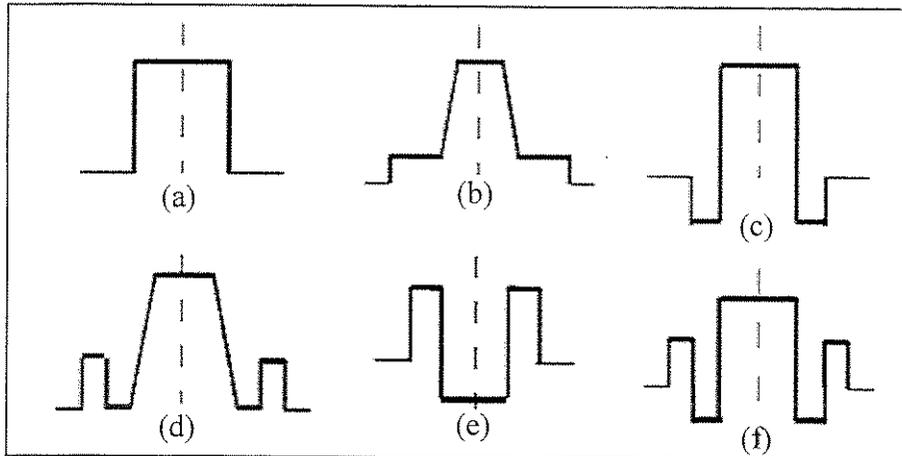


Figura 2.2. Exemplos de perfis de índice de refração comumente utilizados em fibras monomodo: (a) degrau, (b) pedestal, (c) W, (d) trapezoidal em anel, (e) coaxial e (f) casca tripla (NOUCHI, 2003).

Atualmente, a fibra monomodo do tipo “Non-Zero Dispersion Shifted” (NZDS) vem dominando os sistemas de comunicação ópticos. Por possuir baixa dispersão cromática (alargamento do sinal devido a variação do índice de refração do material do núcleo com o comprimento de onda ou frequência da luz) na região de $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$, que é o comprimento de onda utilizada para transmissão do sinal (Figura 2.3), esta fibra é utilizada em sistemas de transmissão terrestre de longa distância, sistemas submarinos e em sistemas WDM (“Wavelength Division Multiplexing”) (MACK, 2001; Yin, 2000).

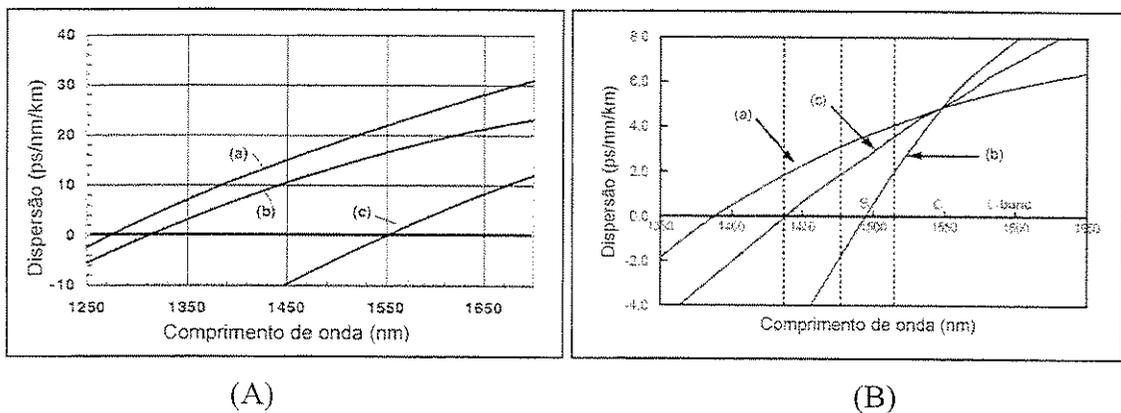


Figura 2.3. (A) Dispersão em função do comprimento de onda (a) dispersão material para sílica, (b) fibra monomodo padrão e (c) fibra “dispersion shifted” (NOUCHI, 2003). (B) Dispersão em função do comprimento de onda em fibras NZDS com diferentes inclinações de dispersão (a) 0,020, (b) 0,090 e (c) 0,045 (KUMANO, 2002).

Os perfis de índice de refração mais utilizados nas fibras NZDS são o gradual triangular, trapezoidal, triangular de “depressed-cladding” e gaussiana, conforme mostra a Figura 2.4.

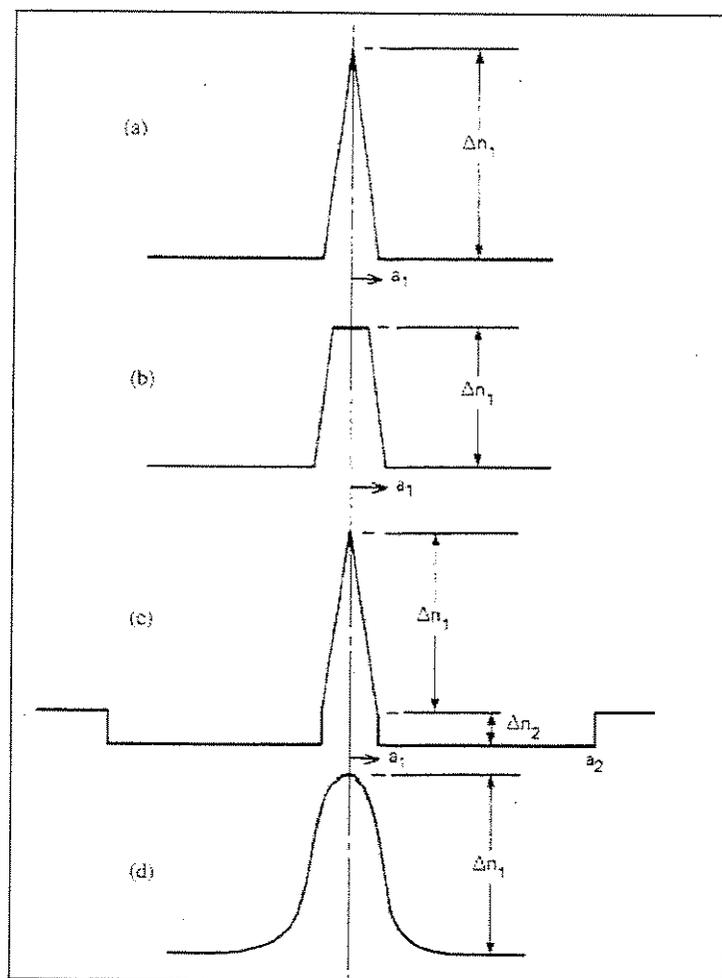


Figura 2.4. Perfis de índice de refração para fibras “dispersion-shifted” de índice gradual: (a) triangular, (b) trapezoidal, (c) triangular de “dressed-cladding” e (d) gaussiana (AINSLIE, 1986).

O perfil de índice de refração $n = n(r)$ pode ser aproximado pela fórmula:

$$n(r) = n_1 \left[1 - 2\Delta \left(\frac{r}{a} \right)^{\alpha_p} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (2)$$

onde $n(r)$ é o índice de refração em função da direção radial, n_1 é o índice de refração do núcleo, n_2 é o índice de refração da casca, $\Delta = \frac{n_1 - n_2}{n_1}$ é a diferença do índice de refração, a é o raio do núcleo e α_p é o expoente que determina o perfil do índice de refração do núcleo. É o valor do

parâmetro α_p que define o tipo de perfil. Assim sendo, $\alpha_p = 1$ define o perfil de índice de refração triangular, $\alpha_p \rightarrow \infty$ define a fibra de índice degrau e $\alpha_p = 2$ define um perfil parabólico. Este perfil de índice de refração gradual parabólico (Figura 2.5) é bastante utilizado em fibra óptica multimodo (AINSLIE, 1986). Neste tipo de fibra propagam-se diversos raios de luz. Operando no comprimento de onda de 1,3 μm , sua aplicação está voltada para sistemas de curta distância como rede de área local (“LAN”).

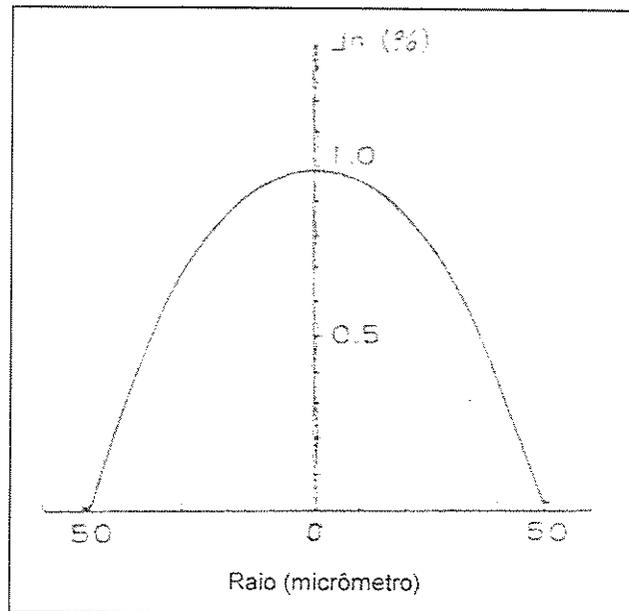


Figura 2.5. Perfil de índice de refração parabólico (ISHIDA, 1982.).

2.2.3 *Dispersão e atenuação em fibras ópticas*

Durante a transmissão do sinal nas fibras ópticas, ocorrem perdas da intensidade da luz que é causado por atenuação e dispersão. Na faixa do comprimento de onda usada em comunicações ópticas, a atenuação é causada pela absorção da luz por impurezas (metais de transição e hidroxilas) dentro da fibra e por espalhamento (espalhamento Raman, Brillouin e, principalmente, Rayleigh). Desde que foi alcançada uma atenuação de 20 dB/Km, rápido progresso tem sido feito no desenvolvimento de fibra óptica de baixa atenuação obtendo uma perda próxima ao limite teórico de 0,13 dB/Km (OHASHI, 1996), como ilustra a Figura 2.6.

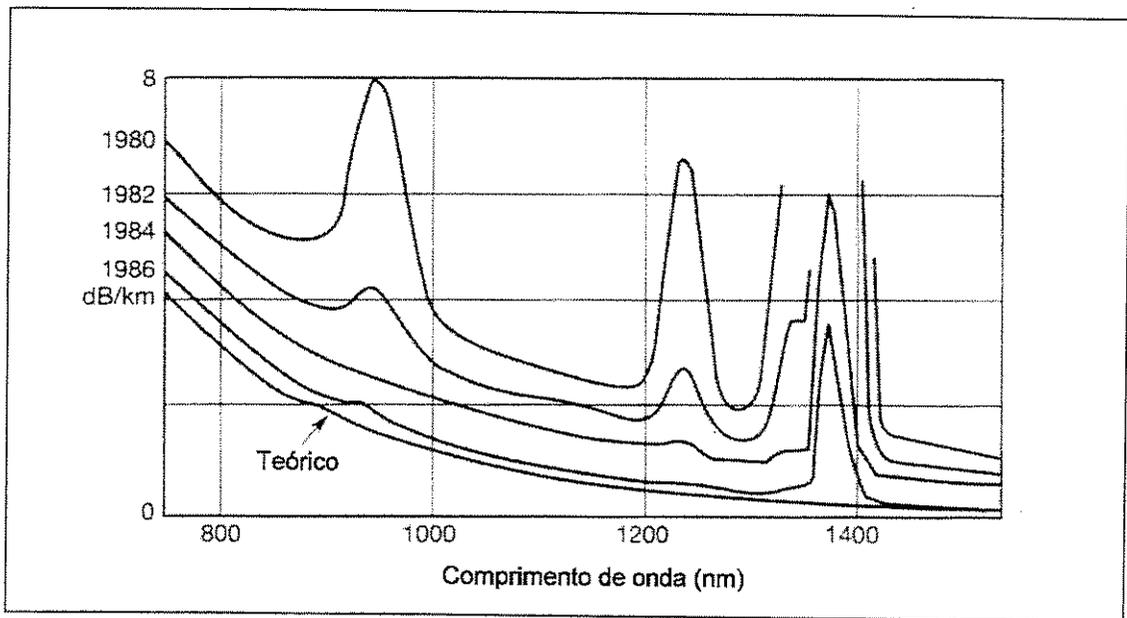


Figura 2.6. Redução da perda em fibras ópticas: com o avanço da tecnologia de fabricação das fibras a atenuação diminuiu nas décadas de 70 e 80, atingindo um valor próximo do limite teórico na década de 90 (GREEN, 1993).

A dispersão corresponde ao alargamento do pulso luminoso que viaja ao longo da fibra, comprometendo a capacidade de transmissão de informação. Ela ocorre principalmente devido a dependência do índice de refração ao comprimento de onda transmitido. Por exemplo, a dispersão é zero ou próxima de zero na região de $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$ em fibras monomodo padrão e $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ em fibras DS e NZDS (Figura 2.3).

2.3 Processos de fabricação

A precursora da fibra óptica são as preformas, que contém todas as características e propriedades da fibra. Atualmente, entre os processos de fabricação de preformas, os mais utilizados são MCVD (“Modified Chemical Vapor Deposition”), PCVD (“Plasma Chemical Vapor Deposition”) o OVD (“Outside Vapor Deposition”) e o VAD (“Vapor-phase Axial Deposition”).

Nestes métodos, a fabricação da preforma é realizada através da deposição de haletos metálicos na fase vapor. Nos métodos MCVD e PCVD a deposição ocorre no interior de um tubo

de sílica; já nos métodos OVD e VAD, a deposição ocorre sobre um alvo substrato. Em particular, o diferencial do processo VAD está no posicionamento da preforma, sendo que esta é mantida na posição vertical durante o processo de fabricação, permitindo a produção de preformas para fibras ópticas de grande comprimento. Nos outros três métodos, a produção da preforma ocorre horizontalmente, limitando o comprimento da preforma ao comprimento do substrato.

Uma vez fabricada a preforma, independentemente do processo de fabricação, ela é puxada numa torre de puxamento, cuja altura varia de 10 a 30 m e a velocidade de 600 a 1500 m/mim. Após o puxamento, a fibra óptica possui a mesma relação geométrica entre a casca e o núcleo e as mesmas propriedades ópticas da preforma (GISTVIK, 2002).

2.3.1 Processo MCVD

O método MCVD (NAGEL, 1982) foi desenvolvido em 1974 nos laboratórios Bell. Neste método, finas partículas de vidro são depositadas, em camadas, internamente a um tubo de sílica em rotação, que é aquecido por uma chama externa de oxigênio e hidrogênio de aproximadamente 1500 °C a 1650 °C. Após a deposição das camadas, o tubo é colapsado termicamente para formar uma preforma. O tubo de sílica torna-se a casca externa e as camadas de vidro depositadas tornam-se o núcleo da preforma.

2.3.2 Processo PCVD

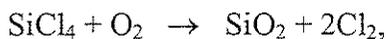
No processo PCVD (LYDTIN, 1986), ao invés de usar um maçarico de oxigênio e hidrogênio, usa-se um plasma não isotérmico formado por uma cavidade ressonante de microondas para a estimulação dos gases no interior do tubo de sílica. Neste processo, não é necessária a rotação do tubo em torno de seu eixo, pois a deposição uniforme é obtida devido à simetria circular da cavidade ressoante. A temperatura para deposição é em torno de 1100°C. As propriedades das fibras fabricadas por este método são idênticas ao MCVD.

2.3.3 *Processo OVD*

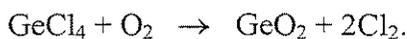
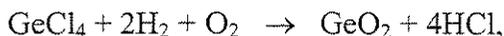
O processo OVD (SCHULTZ, 1974) foi patenteado em 1974 pela Corning Glass Works. Neste processo, cloretos reagem numa chama de oxigênio e hidrogênio formando finas partículas de vidro que são depositadas sobre um alvo em rotação e translação. A composição das partículas é controlada em cada camada para formar o perfil de índice de refração. Através deste método, é possível obter fibras de índice gradual e índice degrau. Após a deposição, a preforma é removida do alvo e consolidada numa atmosfera com gás inerte a aproximadamente 1500 °C.

2.3.4 *Processo VAD*

A técnica VAD, desenvolvida a partir de 1977 no Laboratório NTT (IZAWA, 2000), é constituída pelas etapas de deposição, desidratação e consolidação. Na deposição, finas partículas de sílica (SiO₂) e germânia (GeO₂) são sintetizadas a altas temperaturas por reações de hidrólise e oxidação de haletos metálicos como SiCl₄ e GeCl₄ (MIYA, 1983). Nesta etapa é importante a adição de dopantes para aumentar o índice de refração do núcleo para que a luz permaneça no núcleo da fibra, sendo o GeO₂ o dopante mais utilizado. A taxa de deposição de GeO₂ é alta quando a temperatura da superfície de deposição da preforma aumenta de 500 a 800 °C (EDAHIRO, 1980). O SiO₂ e o GeO₂ são formadas de acordo com as seguintes reações (SANADA, 1995):



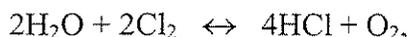
(3)



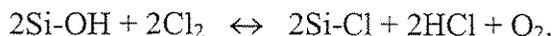
Os óxidos sintetizados são depositados axialmente sobre um substrato de sílica em rotação, que se desloca verticalmente na mesma velocidade de deposição. O cloro e o ácido clorídrico na

forma gasosa, por serem altamente corrosivos e tóxicos, são retirados da câmara por um exaustor e neutralizados com base.

Após a deposição é realizada a desidratação da preforma que consiste de um tratamento térmico com gás Cl_2 com o objetivo de remover as hidroxilas e moléculas de água incorporadas na preforma durante a etapa de deposição. As reações básicas que ocorrem na desidratação são (CHIDA,1982):



(4)



A absorção devido a ligação Si-Cl é em torno de 25 μm , não representando uma influência significativa na região do comprimento de onda utilizado para a comunicação óptica. O ácido clorídrico formado é neutralizado com hidróxido de sódio em um lavador de gases antes de ser descartado.

Na desidratação, as moléculas de água absorvidas durante a deposição são facilmente removidas a 150 °C e as ligações químicas de Si-OH são eliminadas, aproximadamente, entre 400 a 800 °C. Contudo, ainda permanecem íons OH nas partículas que são eliminados a temperatura de aproximadamente 1200°C com gás cloro (SUDO, 1978).

A etapa seguinte à desidratação é denominada consolidação, que consiste no tratamento térmico a alta temperatura em um forno elétrico sob atmosfera de gás inerte, na qual é obtida uma preforma vítrea, transparente e livre de bolhas. O processo de consolidação é composto de duas etapas, a geração de poros fechados a partir de poros abertos e a eliminação dos poros fechados através da permeação de gases inerte nestes poros. O gás He é geralmente utilizado devido à facilidade de permeabilidade no vidro (HAYASHI, 1990).

2.3.4.1 *Vantagens e desvantagens do processo VAD*

O processo VAD é avançado e efetivo na produção de preformas para fibras ópticas a baixo custo (SARKAR, 1999). Além de possuir etapas de processamento simples, alta taxa de deposição e alta reprodutibilidade, este processo produz preformas com alto grau de pureza.

No entanto, uma dificuldade no método VAD é determinar o perfil de índice de refração durante a etapa de deposição, pois o perfil de índice de refração de preformas dopadas com germânio é determinado pela distribuição radial da concentração de germânio, que é afetado por vários parâmetros de deposição, incluindo distância alvo-maçarico, geometria do maçarico, razão H_2/O_2 na chama, razão $GeCl_4/SiCl_4$, densidade das finas partículas de vidro (“soot”) na chama do maçarico, distribuição radial e longitudinal da temperatura e a forma geométrica (diâmetro e perfil da superfície de deposição) da preforma porosa (IZAWA, 1987; IMOTO, 1988). Uma vez que o perfil de índice de refração é determinado pela distribuição radial de concentração de GeO_2 , estimando-se este perfil em tempo real também se estima o perfil de índice de refração.

Segundo CHIDA, 1983, o perfil de índice de refração pode ser determinado através do monitoramento da distribuição da temperatura do perfil da superfície de deposição da preforma durante a deposição.

Neste trabalho o perfil de dopagem e o perfil de índice de refração são determinados pelo monitoramento e controle do perfil geométrico da superfície de deposição da preforma considerando-se a existência de uma forte correlação entre estes parâmetros.

2.3.4.2 *Formação do perfil de dopagem de germânio*

Compreender o mecanismo de formação do perfil de dopagem de germânio é essencial para desenvolver um método para sua estimativa em tempo real. A formação do perfil não é um mecanismo muito simples. Uma vez que ele é afetado por vários parâmetros da deposição, pequenas variações em alguns deles, provocarão mudanças relevantes no perfil. O perfil de dopagem de germânio é formado basicamente no processo de deposição da preforma porosa e a moldagem do perfil pode ser realizada posteriormente durante o processo de desidratação.

Durante a deposição, a síntese das nanopartículas de sílica se processa na chama e a germânia solidifica somente na superfície de deposição da preforma, principalmente na forma amorfa para temperaturas acima de 500°C (região central) e na forma cristalina hexagonal para temperaturas abaixo de 400°C da superfície de deposição (região do diâmetro externo) (SAKAGUCHI, 1994).

Na desidratação, o cloro remove de maneira significativa o germânio, de acordo com a forma de incorporação deste na preforma, podendo modificar o perfil de dopagem de germânio. O GeO₂ cristalino hexagonal provoca muitas variações longitudinais no perfil de concentração de germânio devido a sua facilidade de evaporação no processo de desidratação, aumentando a perda do GeO₂. (SANADA, 1996). A germânia na forma cristalina é removida conforme a reação (CHIDA, 1984):



A consolidação não afeta o perfil de dopagem de germânio. Uma vez que a preforma porosa é consolidada sem ter sido desidratada, uma parte não significativa do GeO₂ hexagonal da região do diâmetro externo da preforma porosa é eliminada e o GeO₂ hexagonal restante de tal região é transformada numa solução sólida de GeO₂ e SiO₂ (OGATA, 2000).

2.4 Relação entre o perfil da superfície de deposição da preforma e o perfil de índice de refração

Segundo IMOTO, 1988, existe uma correlação entre o perfil da superfície de deposição da preforma e o perfil de índice de refração possível de ser estudada desde que aquele perfil seja quantificável. Em seu trabalho, Imoto quantifica o perfil da superfície de deposição da preforma através dos parâmetros l e α , sendo que $l \propto r^\alpha$, onde l é a altura da superfície de deposição da preforma, r é o raio da preforma e α é o expoente do perfil da superfície de deposição da preforma. O expoente do perfil de índice de refração aumenta ou reduz de acordo com a forma da superfície de deposição da preforma.

A correlação entre os dois perfis é ilustrada na Figura 2.7. O melhor perfil de índice de refração para a fibra óptica é obtido quando o expoente do perfil da superfície de deposição da preforma está compreendido entre 2,5 e 3,0.

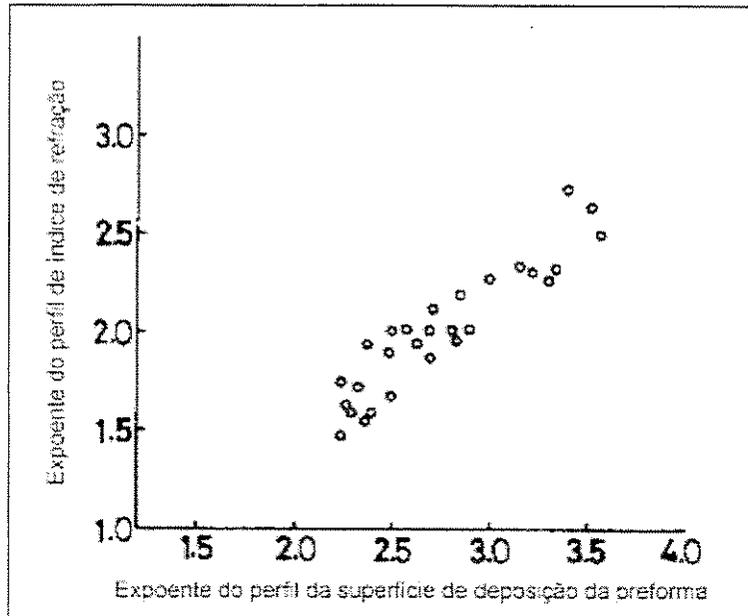


Figura 2.7. Correlação entre os expoentes dos perfis de índice de refração e da superfície de deposição da preforma (IMOTO, 1988).

A correlação entre os perfis pode ser explicada considerando-se a dependência da concentração molar de GeO_2 em sistemas de sílica-germânia ($\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$) em relação a temperatura da chama e da superfície de deposição da preforma (SUDO, 1982). Para uma temperatura de chama fixa, a concentração de GeO_2 que incorpora na preforma depende da distribuição da temperatura da superfície de deposição da preforma (Figura 2.8). Assim sendo, o perfil de dopagem de germânio é determinado pelo perfil da distribuição da temperatura da superfície de deposição, que por sua vez é determinado pelo perfil da superfície de deposição da preforma. Desta forma, o perfil de dopagem e o perfil de índice de refração são formados de acordo com o perfil da superfície de deposição da preforma.

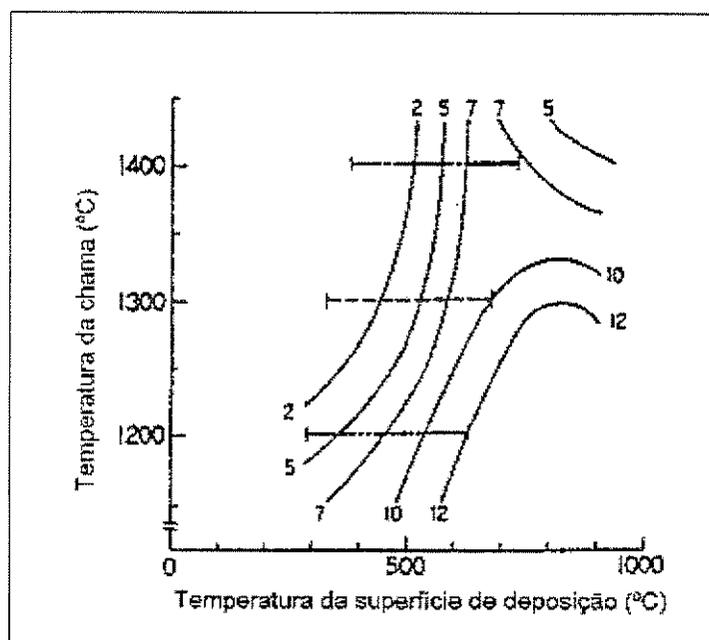


Figura 2.8. Concentração de GeO₂ em função da temperatura da chama e temperatura da superfície de deposição. Os números representam a concentração de GeO₂ em porcentagem molar (SUDO, 1982).

Capítulo 3

Materiais e Métodos

3.1 Processo VAD desenvolvido no Laboratório Ciclo Integrado de Quartzzo

O processo VAD desenvolvido neste Laboratório, também é constituído pelas etapas deposição, desidratação e consolidação. Na etapa de deposição, nanopartículas de sílica e germânia (Figura 3.1) são geradas em chama ($\sim 2000^{\circ}\text{C}$) pela reação de hidrólise e oxidação do SiCl_4 e GeCl_4 e depositadas axialmente sobre um alvo de sílica em rotação (Figura 3.2 (a)), formando a preforma porosa (Figura 3.2 (b)).

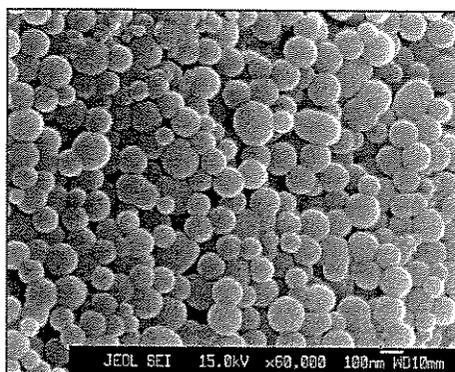


Figura 3.1. Nanopartículas de sílica e germânia produzidas pelo método aerosol em chama.

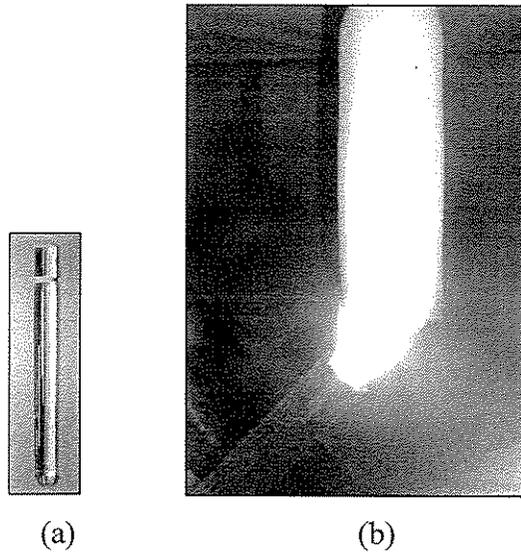


Figura 3.2. (a) Alvo de sílica. (b) Deposição da preforma porosa.

A desidratação e a consolidação da preforma são realizadas simultaneamente em um forno elétrico, por duas horas, em temperatura de 1460°C. A preforma é deslocada verticalmente na região de maior temperatura do forno (zona quente) a uma velocidade de aproximadamente 1,67 mm/min, em atmosfera de gás Cl_2 para a desidratação e em atmosfera de gás He para consolidação (Figura 3.3). Após permanecer por um período de duas horas na região da zona quente, obtém-se uma preforma livre de impurezas e com alto grau de transparência (Figura 3.4).

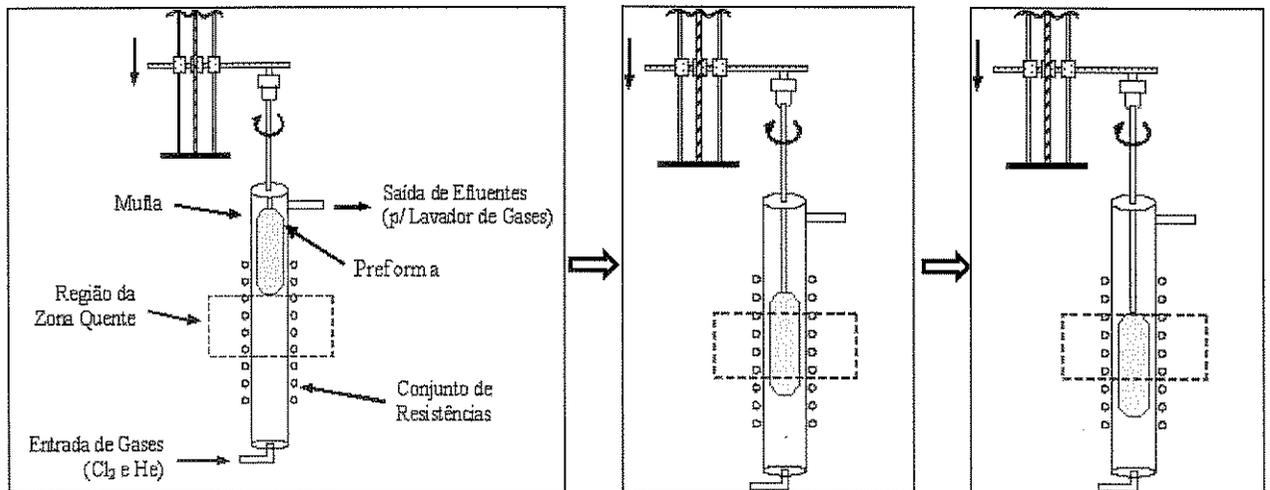


Figura 3.3. Representação esquemática do equipamento de desidratação e consolidação das preformas utilizado no LIQC.

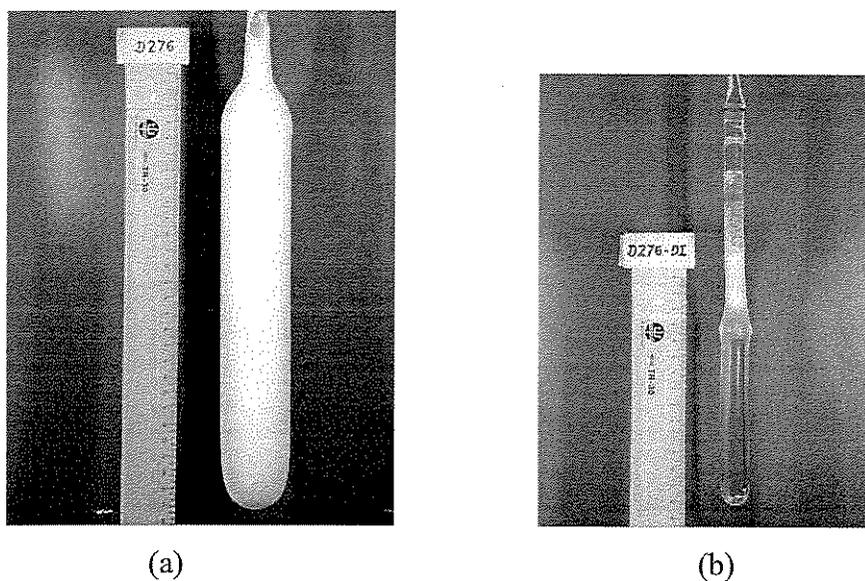


Figura 3.4. (a) Preforma porosa. (b) Preforma vítrea transparente.

3.2 Infra-estrutura utilizada

3.2.1 *Câmara de deposição*

A deposição de preformas nano-estruturadas é realizada numa câmara de deposição confeccionada em aço inox em escala piloto industrial com capacidade de produção de preformas de até 1000 mm de comprimento e 60 mm de diâmetro (Figura 3.5).

Esta câmara foi projetada no LIQC e fabricada pela empresa IKOMA Co., Japão. A câmara de deposição está equipada com hardwares para o sistema de automação para o controle do movimento de rotação e da velocidade de subida conforme a taxa de deposição da preforma.

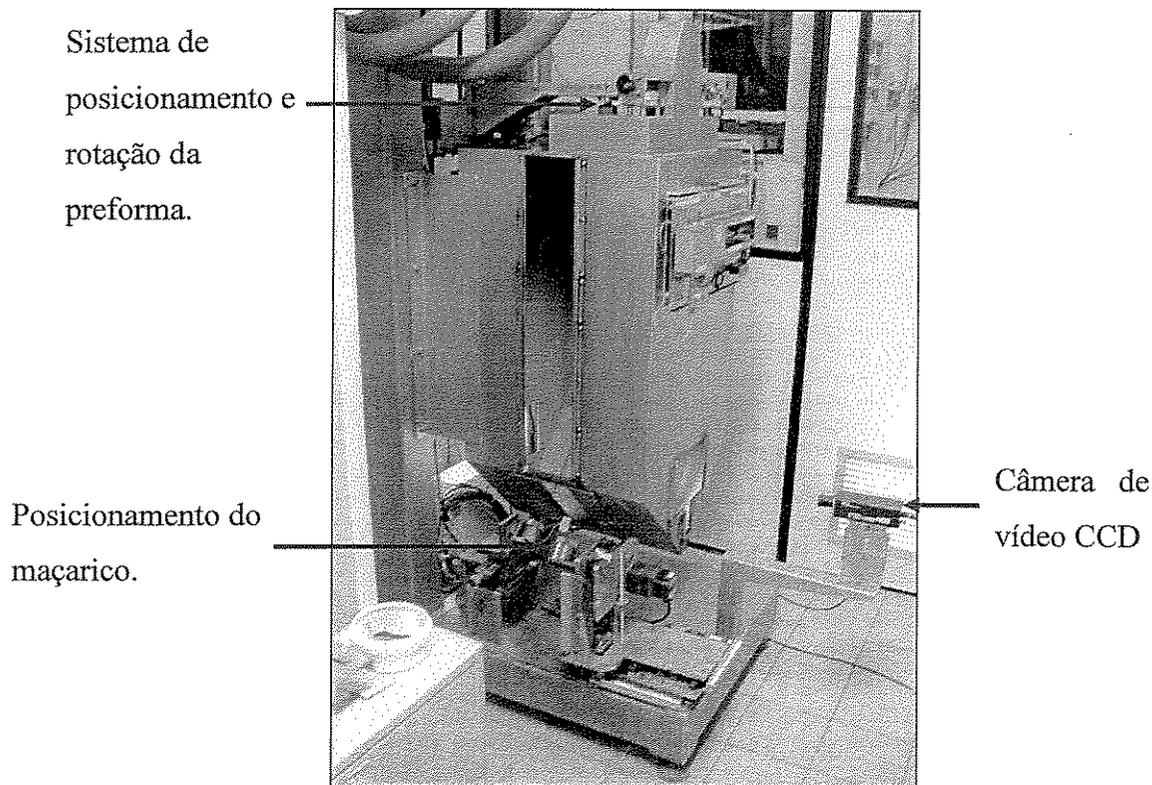


Figura 3.5. Câmara de deposição de preforma nano-estruturada.

3.2.2 Maçarico

O maçarico VAD é um instrumento formado por vários tubos de sílica vítrea concêntricos com espessura de $1\text{mm} \pm 0,01\text{mm}$ (SHIMIZU, 1998) indispensável na deposição da preforma. Sendo resistente a alta temperatura e corrosão, sua principal função é efetuar a mistura dos haletos metálicos e promover a reação química para a síntese das nanopartículas de SiO_2 e GeO_2 , que se depositam sobre o alvo-substrato para a formação da preforma porosa (SUZUKI, 2002).

Na deposição da preforma porosa, o maçarico interfere na eficiência, na taxa de deposição (INADA, 1982) e no tipo de perfil de dopagem da preforma. Além disso, dependendo da sua geometria, circular ou quadrada, pode-se obter preformas de perfil de índice degrau ou perfil de índice gradual.

Para este estudo foi utilizado um maçarico circular de 5 vias (Figura 3.6). Os haletos metálicos são expelidos do tubo central para a síntese da sílica e germânia; dos 4 tubos coaxiais mais externos são lançados os gases N_2 , H_2 , N_2 , e O_2 , respectivamente. Os gases H_2 e O_2 são utilizados para formar a chama e os gases inertes (N_2), para a proteção do maçarico.

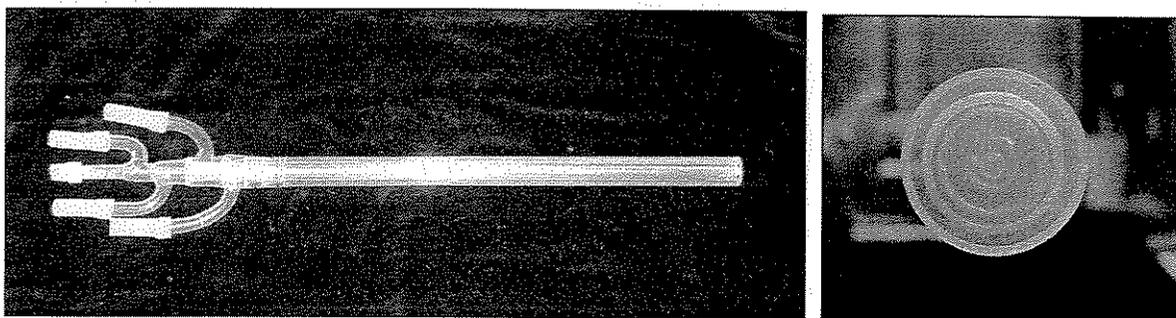


Figura 3.6. Maçarico VAD de 5 vias.

3.2.3 *Forno para desidratação e consolidação de preforma nano-estruturada*

O forno utilizado para desidratação e consolidação da preforma foi projetado no LIQC e fabricado pela empresa IKOMA Co.. É composto de um controlador de temperatura programável, câmara refratária com 2 resistências de carboneto de silício que atinge uma temperatura patamar de $1460^{\circ}C$, mufla de sílica e sistema de rotação e posicionamento da preforma como ilustrado na Figura 3.7.

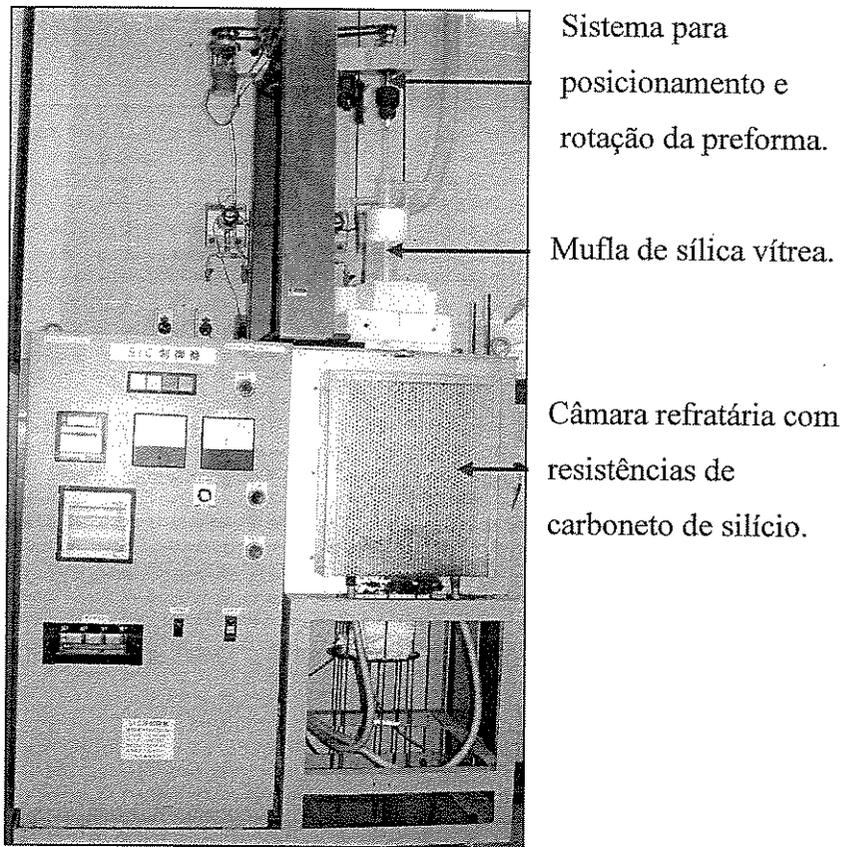


Figura 3.7. Forno de desidratação e consolidação.

A rotação e o deslocamento da preforma são realizados por motores de passo, controlados por uma placa microprocessada modelo R⁺ da Symphony Robótica Educacional. Esses motores são acionados por um programa desenvolvido em linguagem Delphi que também gera um relatório para registrar as condições experimentais (Figura 3.8).

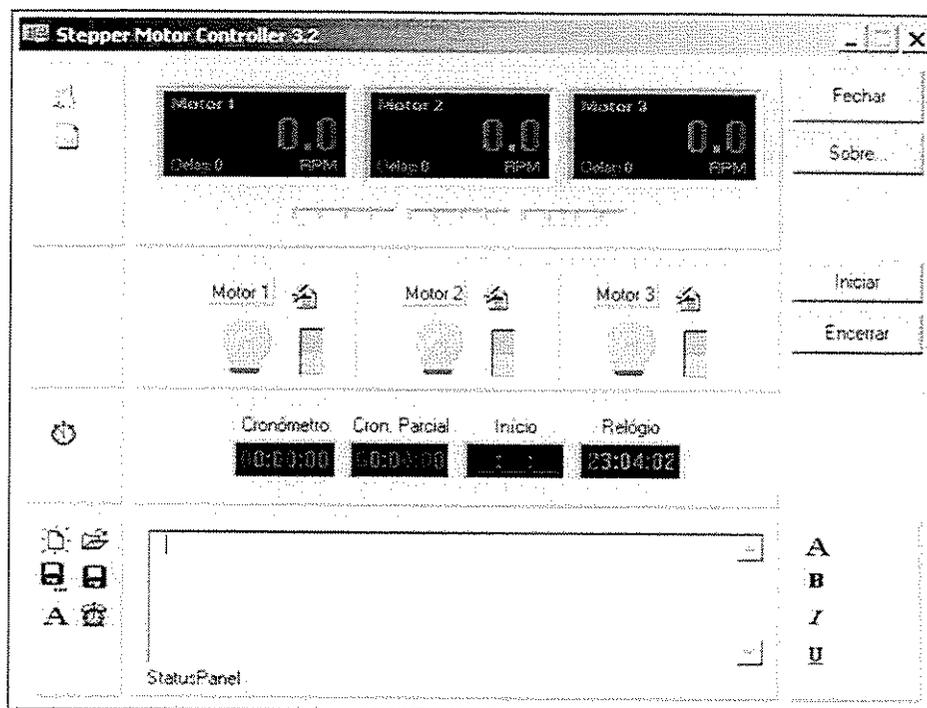


Figura 3.8. Interface do software para acionamento de motores de passo desenvolvido em Delphi.

3.2.4 Sistema de automação para o controle da uniformidade geométrica da preforma

Para a fibra atender as especificações padrão para o seu funcionamento adequado e para controlar a variação do diâmetro da preforma durante a deposição que pode variar, no máximo 1 mm, variação máxima suportada pelo equipamento de puxamento, é necessário que a preforma tenha uma alta uniformidade geométrica. Assim sendo, foi implantado no LIQC, em 2002, um sistema de automação desenvolvido em LabVIEW para manter o diâmetro da preforma constante durante a deposição. A interface deste sistema de automação é ilustrada na Figura 3.9.

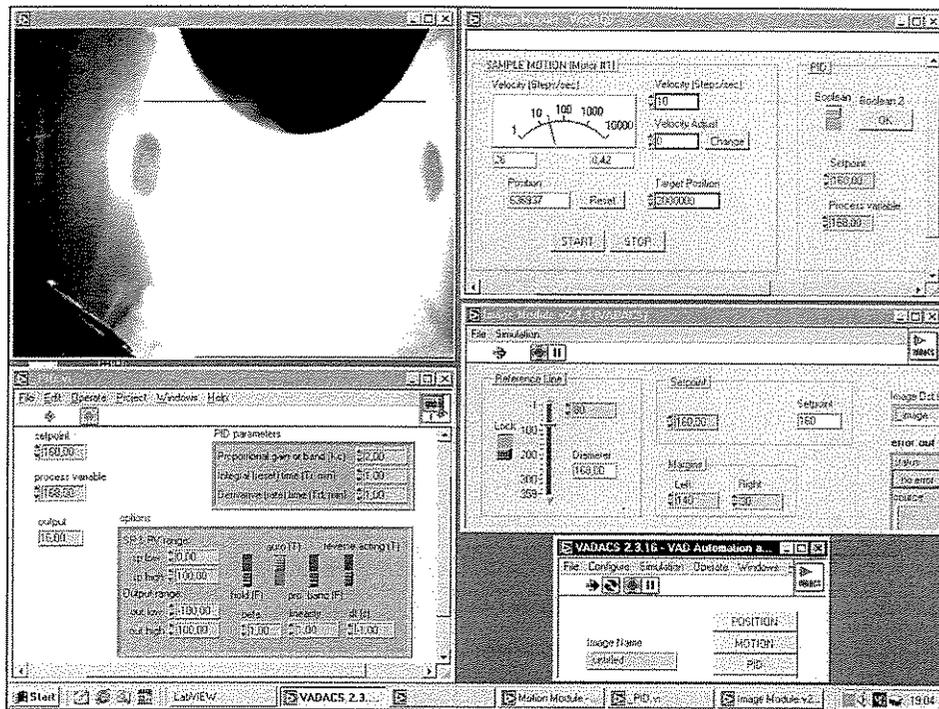


Figura 3.9. Janelas de interface que compõe o sistema de automação e controle VAD (ONO, 2004).

Neste sistema, uma câmara de vídeo CCD adquire a imagem da superfície de deposição da preforma durante a deposição. Através de uma interface desenvolvida em LabVIEW da “National Instruments”, uma linha horizontal pode ser traçada sobre a imagem digital (Figura 3.10). Nesta linha horizontal dois pontos da borda da preforma são detectados pelo software, cuja distância é o valor do diâmetro de referência. De acordo com o valor do diâmetro de referência da região inferior da preforma, um sistema de controle retro-alimentado controla a velocidade de subida da preforma durante a deposição (ONO, 2004), mantendo o diâmetro da preforma uniforme e a distância alvo-maçarico constante. Através deste sistema, variações do diâmetro de até 0,3 mm podem ser corrigidas, obtendo-se preformas com alta uniformidade geométrica.

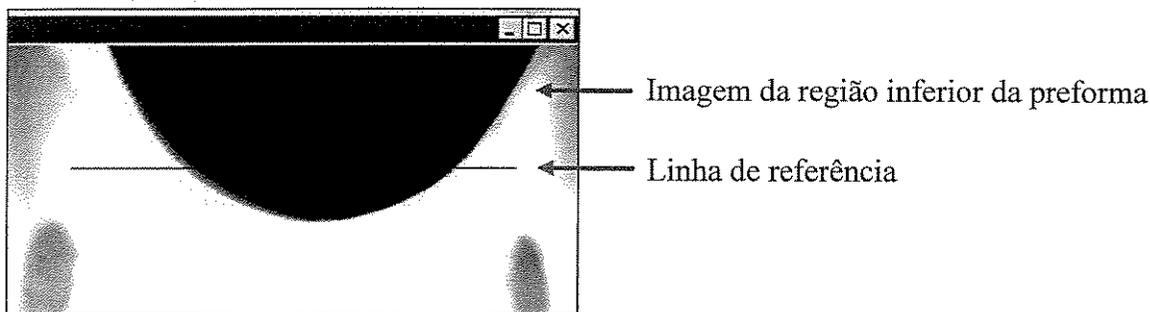


Figura 3.10. Linha de referência sobre imagem da região inferior da preforma.

3.2.5 *Monitoramento da temperatura da superfície de deposição*

Uma vez que o gradiente de temperatura da superfície de deposição da preforma é um dos principais fatores que determina a formação do perfil de dopagem de germânio, seu monitoramento torna-se importante no auxílio da reprodução das condições de deposição e na detecção de problemas durante a deposição, por exemplo, entupimento do maçarico.

O monitoramento da temperatura é realizado através de dois pirômetros óticos posicionados para medir a temperatura da superfície de deposição da preforma em dois pontos distintos, no centro e numa região próxima a lateral da preforma, com uma precisão de aproximadamente 5 °C.

A Figura 3.11 mostra a interface em LabVIEW para o monitoramento da temperatura da superfície de deposição. Esta interface possui dois indicadores gráficos, sendo que o da esquerda mostra a variação da temperatura na região do diâmetro externo da preforma e o da direita no centro da preforma.

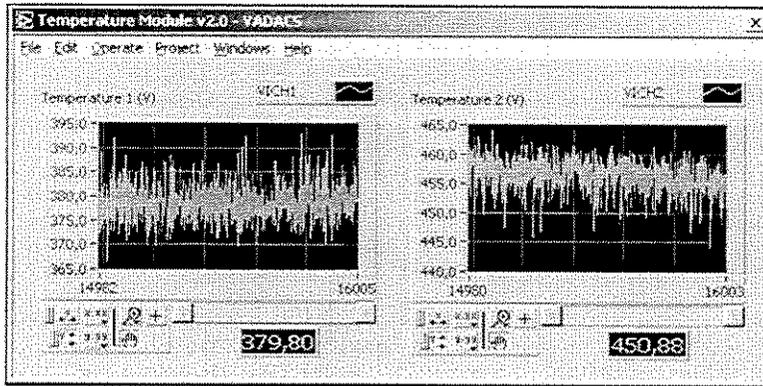


Figura 3.11. Interface para o monitoramento da temperatura da superfície de deposição da preforma.

Capítulo 4

Fabricação de preformas e metodologia de automação

Para este estudo foram depositadas 20 preformas de sílica-germânia com, aproximadamente, 200 mm de comprimento e 40 mm de diâmetro. O maçarico utilizado para a deposição das preformas foi M11-5vias e o fluxo dos gases H_2 , O_2 e $SiCl_4$ foi de 3600 sccm, 5200 sccm e 150 sccm, respectivamente (SEKIYA, 2001). Os parâmetros de deposição estudados neste trabalho foram vazão do gás $GeCl_4$, temperatura da superfície de deposição da preforma (TS), distância alvo-maçarico (D) e ângulo do maçarico (θ), conforme listados na Tabela 4.1. Variou-se o fluxo de $GeCl_4$ para analisar o perfil e o aumento da concentração de GeO_2 . Variou-se também a distância D e o ângulo θ do maçarico a fim de se obter diferentes tipos de perfis e estudar a concentração da germânia incorporada na preforma. A variação da temperatura da superfície de deposição ocorre como uma consequência da variação dos outros parâmetros estudados. Os valores adotados para estes parâmetros produzem preformas com perfis de concentração de GeO_2 e de índice de refração que atendem as especificações utilizadas em fibras ópticas.

Após a deposição, as preformas foram desidratadas com 10 sccm de Cl_2 e consolidadas em atmosfera de gás He a 1000 sccm.

Tabela 4.1. Condições de deposição de preformas de sílica dopadas com germânia.

Preforma	GeCl ₄ (sccm)	TS (°C)	D (mm)	θ (°)
D176	80	420	47,4	40,9
D183	40	474	47,4	39,4
D196	50	434	45,6	37,8
D216	40	460	46,1	41,4
D222	40	450	45,6	42,8
D224	40	466	46,8	41,9
D234	40	496	47,6	39,9
D235	40	455	46,3	43,0
D236	40	435	42,8	42,9
D239	50	435	45,5	38,0
D250	50	440	46	41,7
D251	50	443	46,5	42,8
D254	40	432	47,0	39,3
D256	40	394	47,8	42,0
D257	50	414	47,8	42,3
D266	40	447	46,3	41,6
D269	40	398	52,3	41,9
D276	40	431	47,3	39,5
D279	40	453	47,9	44,5
D296	50	408	48,2	43,6

4.1 Parametrização da superfície de deposição da preforma

Para o estudo da correlação entre o perfil da superfície de deposição da preforma e o perfil de dopagem de GeO_2 , parametrizou-se a superfície de deposição através da função alométrica $y = c \cdot x^\alpha$, onde y é a altura da superfície de deposição, c é um coeficiente de magnificação, x é a posição radial e α é um número real que melhor ajusta o perfil da superfície de deposição da preforma e da distância h .

Na quantificação da superfície de deposição da preforma utilizou-se a imagem digital de 640 x 480 “pixels” adquirida por uma câmara CCD monocromática em tempo real de deposição da preforma. Uma vez mantida fixa a posição da câmara, a relação da escala da imagem digital é dada por 1 “pixel” = 0,137 mm.

Nesta imagem digital, aplicou-se filtros no software *Paint Shop Pro* para obtenção do contorno da borda da preforma (Figura 4.1). Deste contorno foram obtidas as coordenadas de 12 pontos considerando-se apenas as coordenadas do lado direito da preforma pois, possuindo um movimento de rotação durante sua deposição, a preforma pode ser considerada um sólido de revolução. Os pontos foram obtidos com intervalos de 10 “pixels” no eixo X, sendo que o primeiro ponto coincide com o ponto da extremidade inferior da preforma. Uma vez que a origem do sistema de coordenadas de uma imagem digital encontra-se em seu canto superior esquerdo, foi realizada uma transformação de coordenadas a fim de se estabelecer a origem como sendo o ponto inferior da superfície de deposição da preforma.

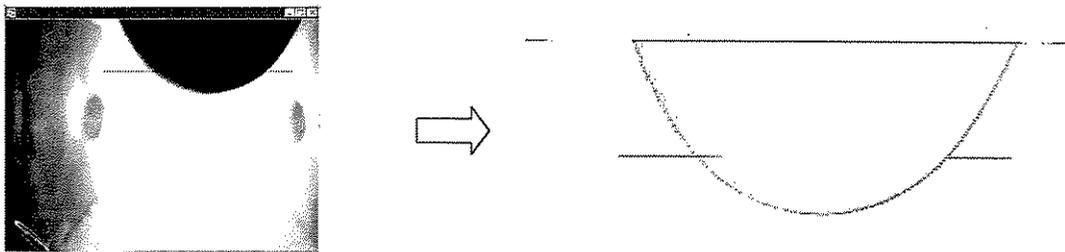


Figura 4.1. Tratamento da imagem digital para a obtenção do contorno do perfil da superfície de deposição da preforma.

Para a obtenção do parâmetro α , o perfil da superfície de deposição da preforma foi quantificado através de um ajuste de curva não linear, no software *Origin*, utilizando-se os 12 pontos e a função alométrica $y = c \cdot x^\alpha$ (Figura 4.2).

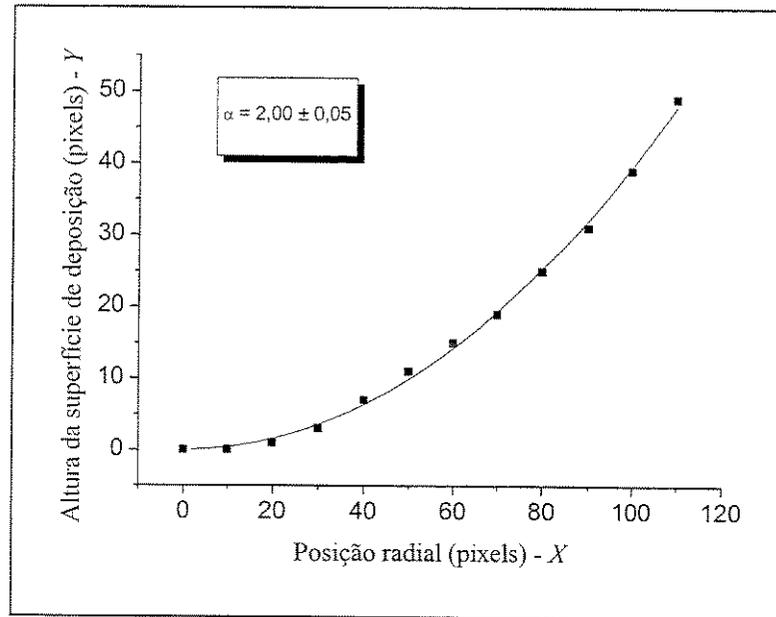


Figura 4.2. Parametrização da superfície de deposição da preforma.

O parâmetro h , definido como a distância entre o ponto mais inferior da superfície de deposição da preforma (origem da preforma) e a linha de referência (Figura 4.3), é obtido através da equação $h = y_0$, onde y_0 é a ordenada do ponto médio do diâmetro de referência com relação a origem da preforma.

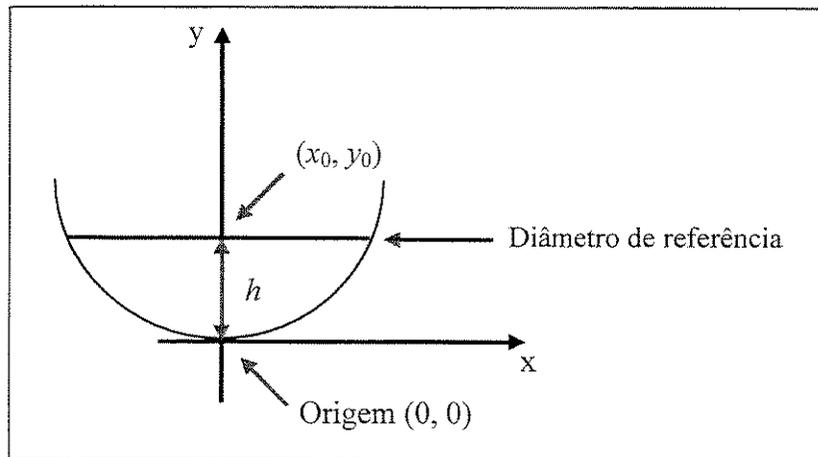


Figura 4.3. Representação do parâmetro h .

4.1.1 Estudo da região para a parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma

Com o objetivo de desenvolver um sistema de automação para quantificar em tempo real o perfil da superfície de deposição da preforma com rapidez e confiabilidade, determinou-se uma região da superfície de deposição da preforma que melhor quantifica todo o perfil da superfície. Mais especificamente, o valor de α da região deve ser muito próximo ao valor de α obtido através do ajuste de curva não linear de 12 pontos da borda da preforma utilizando a função alométrica, definido como α_{real} .

Para isto, foi estudada a quantidade de pontos necessária para minimizar o processamento computacional, bem como suas posições na borda da preforma para obter uma boa precisão.

Uma vez que o software calcula o valor de α através de um ajuste linear da função alométrica, apenas dois pontos pertencentes à reta seriam suficientes. No entanto, neste trabalho optou-se por utilizar 3 pontos.

As posições destes pontos no contorno da preforma foram determinadas considerando três casos distintos:

- a. O primeiro ponto sobre a linha de referência, o segundo e o terceiro, 10 e 20 pixels acima da linha, respectivamente (Figura 4.4);

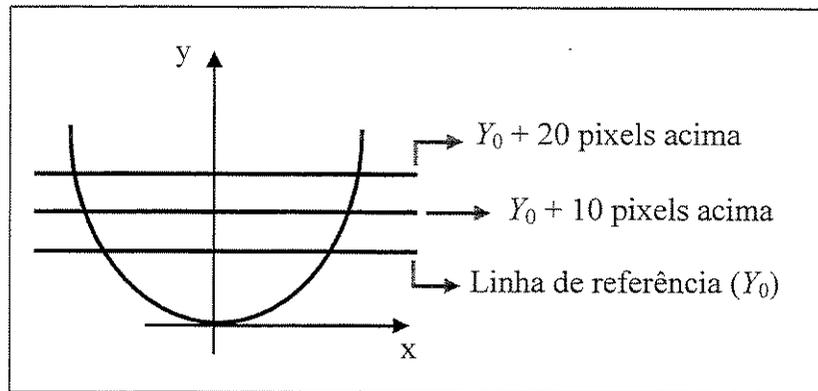


Figura 4.4. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma tomando pontos a 10 e 20 pixels acima da linha de referência.

- b. O primeiro ponto e o terceiro pontos localizados a 10 pixels abaixo e 10 pixels acima, respectivamente da linha de referência; e o segundo ponto pertencente à própria linha de referência (Figura 4.5);

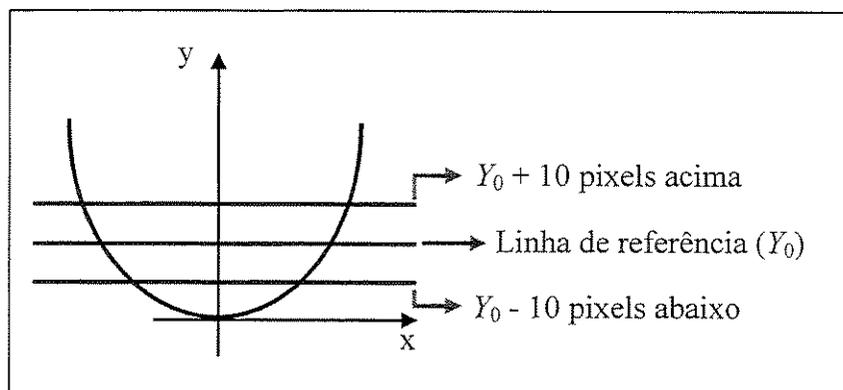


Figura 4.5. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma considerando os pontos a 10 pixels acima e abaixo da linha de referência.

- c. Análogo ao caso do item (b), porém com 15 pixels (Figura 4.6).

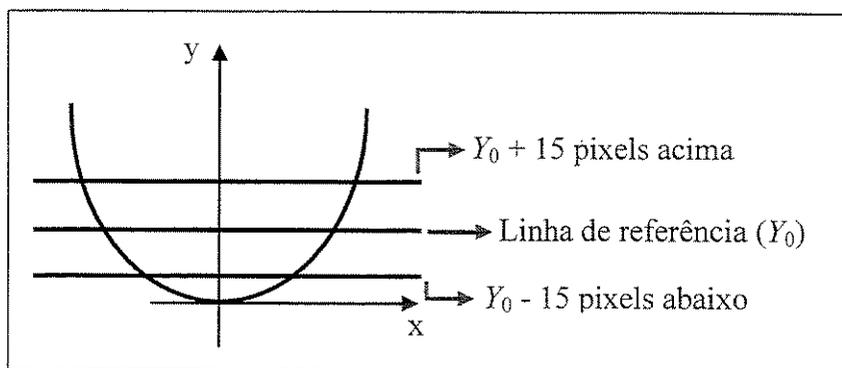


Figura 4.6. Representação esquemática para a determinação da posição dos pontos da borda da preforma considerando pontos a 15 pixels acima e abaixo da linha de referência.

Os perfis da superfície de deposição quantificados por cada caso acima são definidos como α_{y_0+10, y_0+20} , $\alpha_{y_0\pm 10}$ e $\alpha_{y_0\pm 15}$, respectivamente, cujos valores foram obtidos pelo ajuste linear da função alométrica.

Nesta região foram posicionadas linhas horizontais (linha de referência e as linhas auxiliares) sobre as quais o software detectou os pontos da borda da preforma e calculou o valor de α através de um ajuste linear.

4.2 Caracterização do perfil de dopagem de germânio

O perfil de dopagem de germânio foi obtido através da análise de espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) na Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Materiais. Este equipamento, modelo Rigaku RIX-3100, é equipado com um tubo de raios-X de ródio operando em 50 kV e 80 mA com um cristal analisador LiF (2 0 0) para determinação do espectro de Ge-K α . As medidas de concentração de germânio foram realizadas a cada 1 mm ao longo do diâmetro da amostra, obtendo-se o gráfico do perfil da concentração de germânio. Para as medidas foram preparadas amostras em forma de discos com aproximadamente 2 a 3 mm de espessura, cortadas na seção transversal da preforma consolidada, e polidas com acabamento óptico (Figura 4.7).

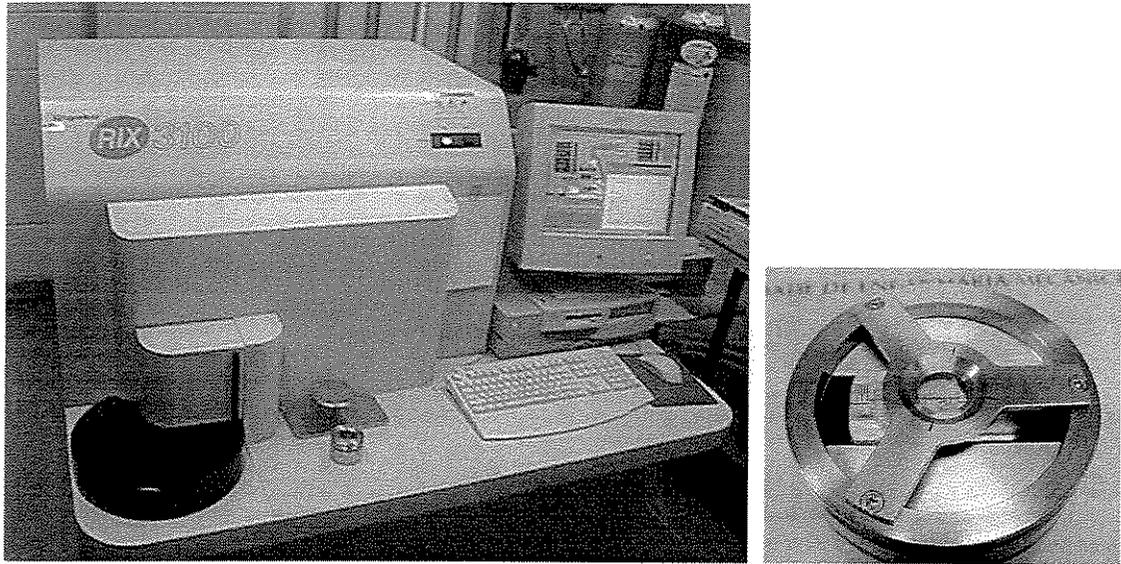


Figura 4.7. Equipamento de espectrometria de fluorescência de raios-X e porta amostras.

O perfil de dopagem de germânio foi correlacionado com o perfil da superfície de deposição da preforma através de um fator de redução linear na direção axial decorrente da etapa de consolidação.

4.3 Automação para monitoramento em tempo real dos parâmetros α e h

4.3.1 *LabVIEW*

O LabVIEW (“Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench”) é uma plataforma de programação gráfica desenvolvido pela National Instruments para automação e instrumentação laboratorial e industrial. Ao contrário dos programas de linguagens de programação seqüenciais tradicionais, como C++ e Pascal, o LabVIEW apresenta um ambiente de programação gráfica baseado em diagramas de bloco.

No programa feito em LabVIEW existe uma hierarquia de programas que são chamados de VIs (“Virtual Instruments”). Cada VI é composto pelo painel frontal, diagrama de bloco e conector.

Podendo ser utilizado para diversas aplicações técnicas, entre elas, controle de processo, automação, instrumentação, controle de movimento e simulação (JAMAL, 1994, ANDRADE, 1998), o LabVIEW é uma alternativa interessante para profissionais de diversas áreas.

4.3.2 Automação para o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma

Para aperfeiçoar o sistema de automação utilizado no controle da uniformidade do diâmetro da preforma, foi desenvolvido um sistema para se estimar o perfil de dopagem de germânio através do monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma em tempo real da deposição VAD. Para o desenvolvimento desse sistema utilizou-se a plataforma LabVIEW e o pacote IMAQ Vision, responsável pela aquisição e processamento da imagem.

Durante a etapa de deposição, a imagem da região inferior da preforma adquirida pela câmera CCD é transmitida para um computador. Foi desenvolvido um sistema que calcula, automaticamente, os valores do parâmetro α do perfil da superfície de deposição da preforma e da distância h . Para calcular o valor do parâmetro α , foram utilizadas três linhas horizontais, cujo posicionamento ideal foi obtido através dos estudos descritos do item 4.1.1, e a origem da preforma.

A origem do sistema de coordenadas, que coincide com a extremidade inferior da preforma, é determinada através da diferença de contraste entre a preforma e o fundo da imagem. A região de interesse constitui-se no segmento de reta que parte do ponto médio do diâmetro de referência e termina no final da imagem. Para detectar a origem foi utilizado o VI “IMAQ Edge Tool”, componente das ferramentas do “IMAQ Vision”, que utiliza os parâmetros “contrast”, “width” e “steepness”. “Contrast” é a diferença entre a intensidade média do “pixel” antes da borda e a intensidade média do “pixel” depois da borda. Este parâmetro especifica o limite para o contraste da borda. Somente borda com um contraste maior do que o valor especificado (no caso 50) é usado no processo de detecção. O filtro “width” especifica o número de “pixels” (no caso são 3 “pixels”) que estão na média para encontrar o contraste em cada lado da borda. “Steepness” especifica o número de “pixels” (2 “pixels”) que corresponde a área de transição da borda.

Sob cada uma das 3 linhas horizontais posicionadas na imagem digital, são detectados 3 pontos distintos pertencentes a borda direita da preforma, também obtidos através do VI “TMAQ Edge Tool”.

Utilizando-se as coordenadas da origem e dos 3 pontos obtidos, é realizado um ajuste linear da função de $Y_i = C + \alpha X_i$, onde $Y_i = \log y$ e $X_i = \log x$, para $i = 1, 2, 3$, e obtido o valor de

$$\alpha, \text{ onde, } \alpha = \frac{\Delta \log y}{\Delta \log x}.$$

A distância h é obtida via software pela subtração do ponto médio do diâmetro de referência da origem da preforma.

A Figura 4.8 mostra o diagrama geral do processo de automação e a Figura 4.9 para o tratamento da imagem digital.

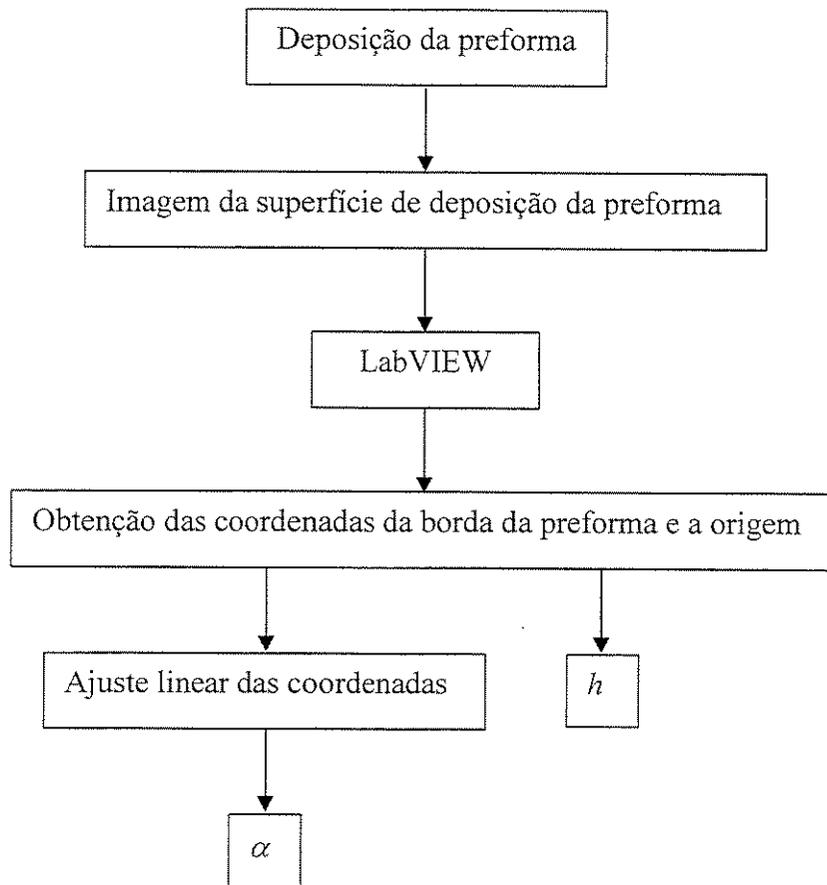


Figura 4.8. Diagrama geral do processo de automação e monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma

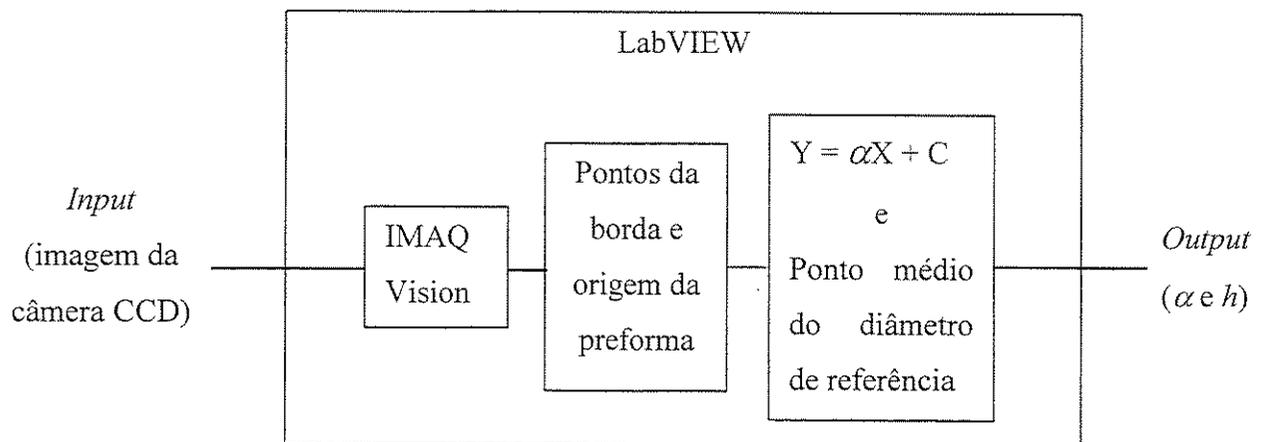


Figura 4.9. Diagrama do processo de automação para tratamento da imagem digital e parametrização da superfície de deposição da preforma.

Capítulo 5

Resultados e Discussões

5.1 Correlação entre o perfil da superfície de deposição e o perfil de dopagem de germânio

5.1.1 *Uniformidade axial do perfil de dopagem de germânio*

Para estudar a influência da variação axial do perfil da superfície de deposição ao longo da preforma no seu perfil de dopagem de germânio foram analisadas as preformas D222 e D216. Na preforma D222 foi verificado que uma variação de 3,0 % no valor de α e de 1,8 % no valor de h , não afetou significativamente o perfil de dopagem (Figura 5.1 (a)), pois a variação máxima dos parâmetros α e h para não provocar alterações relevantes no perfil de dopagem na direção radial e axial é de 10 % e 3,0 %, respectivamente. Portanto, a uniformidade do perfil da superfície de deposição e da distância h durante a deposição assegura a uniformidade longitudinal do perfil de dopagem de germânio.

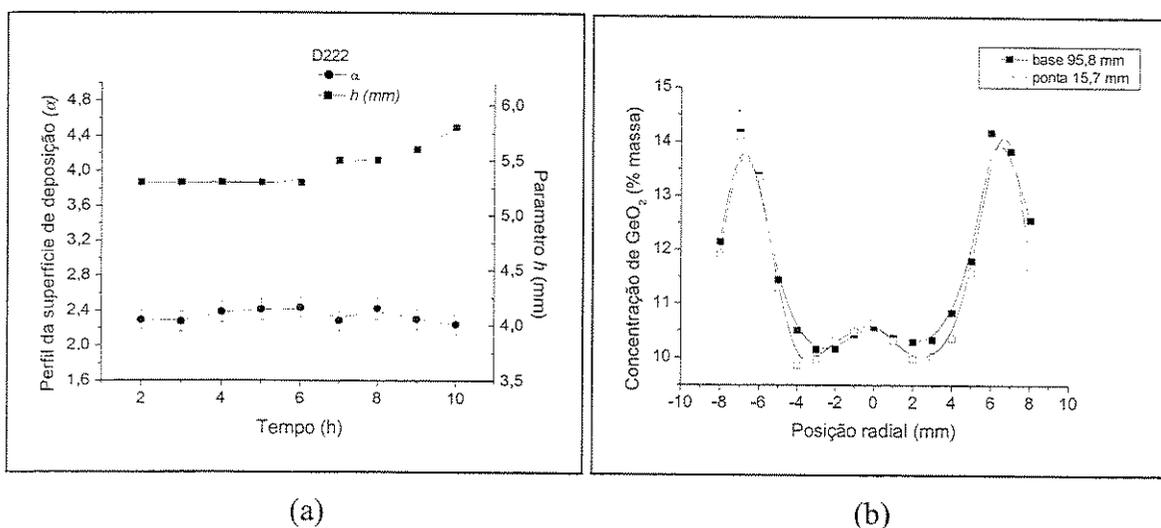


Figura 5.1. (a) Variação dos parâmetros α e h durante a deposição. (b) Variação axial do perfil de concentração de germânio durante a deposição.

A Figura 5.1 (b) ilustra o perfil de concentração de germânio no centro e nas extremidades superior e inferior da preforma. Nesta figura observa-se uma alta concentração de GeO_2 cristalino na região do diâmetro externo da preforma devido à temperatura baixa da superfície de deposição. Esta preforma não foi desidratada com gás Cl_2 , o que explica a existência de alta concentração de GeO_2 na fase cristalina, predominantemente na região do diâmetro externo.

No entanto, para a preforma D216 observou-se que variações de 11,7% do perfil da superfície de deposição e de 4,5% da distância h afeta na uniformidade axial do perfil de dopagem (Figura 5.2). Neste caso, a variação dos parâmetros α e h durante a deposição da preforma extrapolaram a faixa de valores permitidos que não alteram significativamente o perfil de concentração de germânio (10% para α e 3% para h).

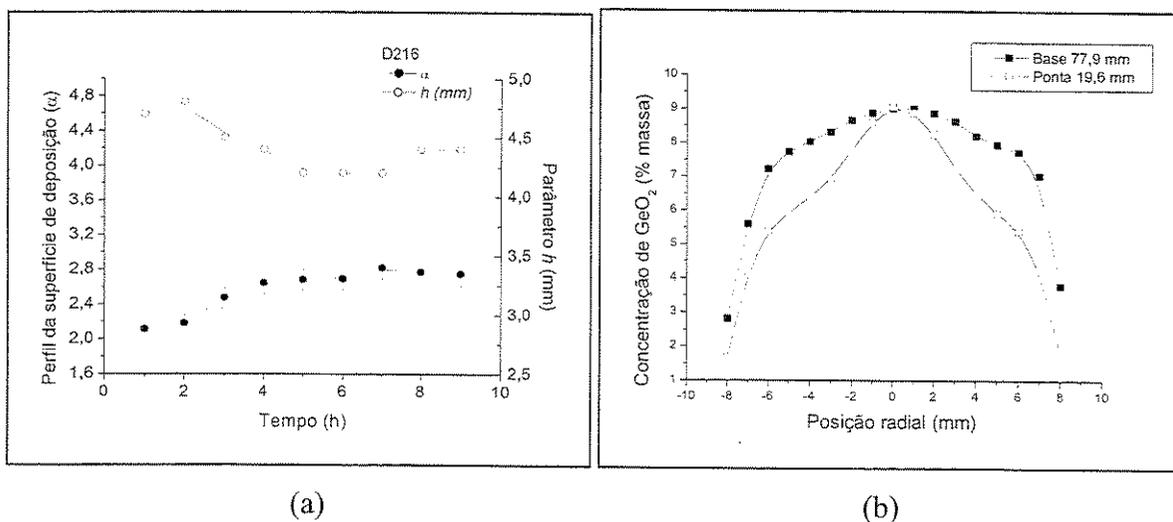


Figura 5.2. (a) Variação do perfil da superfície de deposição da preforma durante a deposição. (b) Variação axial do perfil de concentração de germânio durante a deposição.

5.2 Efeito da desidratação no perfil de dopagem de germânio

As análises de FRX das preformas desidratadas mostraram que, mesmo que o perfil da superfície de deposição permaneça constante durante a deposição, a desidratação remove gradativamente o germânio na direção axial das preformas, sendo evaporada uma concentração maior de GeO_2 na extremidade inferior da preforma (Figura 5.3). Uma evidência deste efeito é que o forno de desidratação aquece gradativamente a preforma. A extremidade inferior é a região da preforma que permanece mais tempo em contato com o gás Cl_2 e atinge primeiramente a temperatura de 700°C , que segundo SANADA, 1996, é a temperatura inicial da halogenação do GeO_2 .

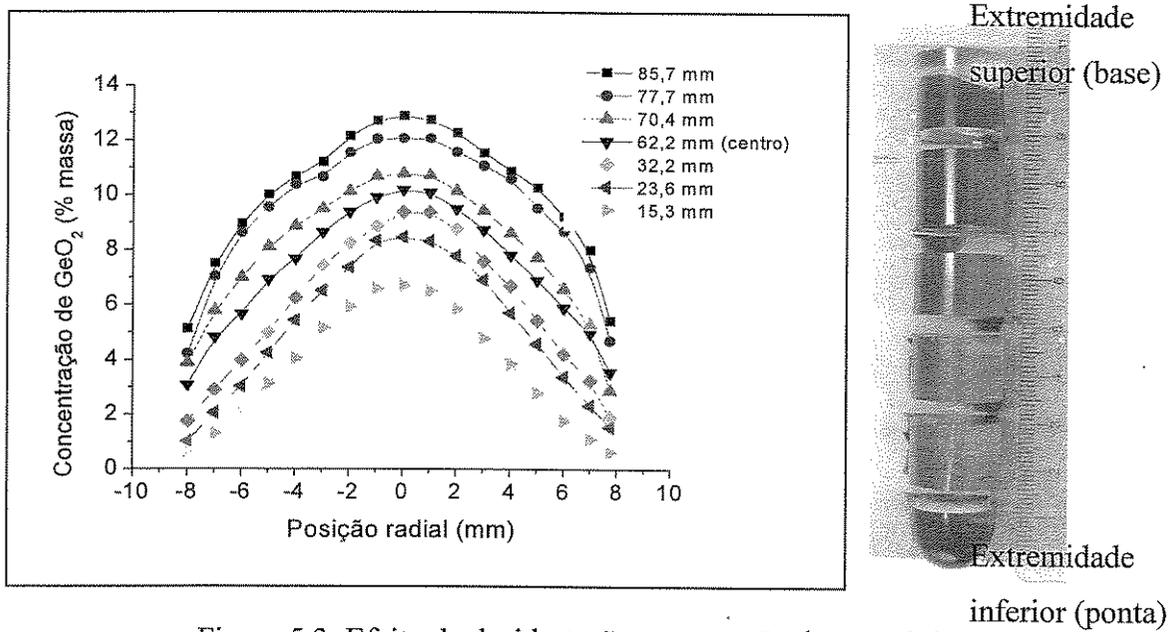


Figura 5.3. Efeito da desidratação na remoção do germânio.

O GeO_2 evaporado durante a desidratação varia de acordo com o perfil de dopagem de germânio. Comparando-se a concentração de GeO_2 de perfis de dopagem parabólico e triangular de duas preformas, observou-se que uma maior remoção ocorreu na preforma de perfil parabólico (Figura 5.4).

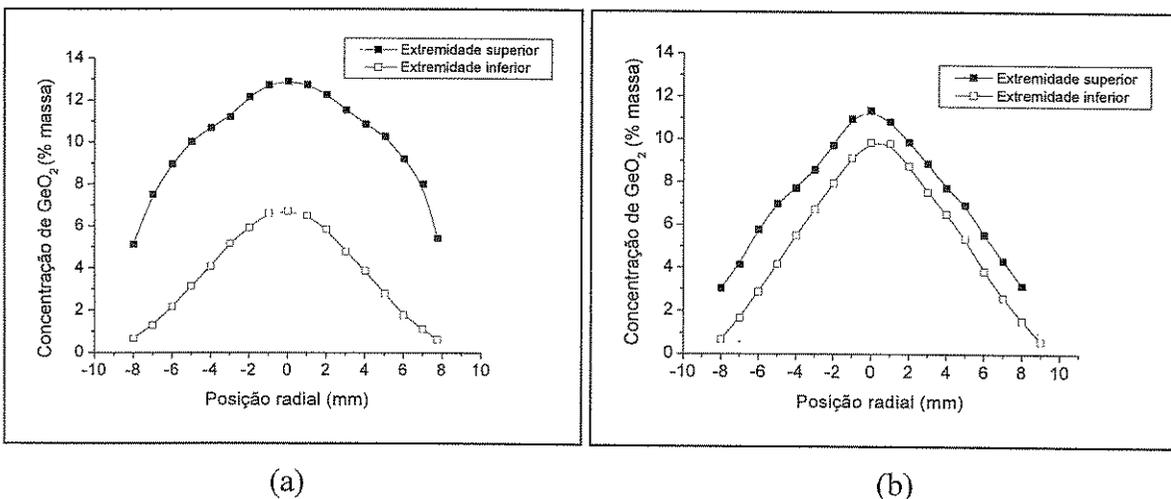


Figura 5.4. Efeito da desidratação na remoção de germânio (a) Perfil de dopagem de germânio parabólico (b) Perfil de dopagem de germânio triangular.

5.2.1 Efeito do controle do fluxo de cloro na desidratação na direção axial do perfil de dopagem de germânio

Através do estudo da correlação entre o perfil da superfície de deposição da preforma e o perfil de dopagem de germânio foi possível verificar a influência do controle do fluxo de cloro durante a desidratação no perfil axial de dopagem de germânio. Para este estudo foi analisada a variação axial do perfil de dopagem das preformas D234 e D296. O perfil da concentração de germânio foi medido nas extremidades superior e inferior das preformas. Na preforma D234, a concentração de germânio foi medida nas posições 15,3 mm e 85,7 mm, em relação à origem da preforma; na preforma D296, a concentração de germânio foi medida nas posições 20,0 mm e 60 mm, em relação à origem da preforma. Os perfis da superfície de deposição das duas preformas permaneceram praticamente constantes durante a deposição. Em concordância com este resultado, as variações dos parâmetros α e h da preforma D234 foram de 1,9 % e 2,5 %, respectivamente e da preforma D296, de 2,0 % e 1,0%, respectivamente.

Para a preforma D234, foi observado uma diferença da ordem de 6,0 % em massa, entre as concentrações dos perfis de germânio das amostras obtidas nas extremidades superior e inferior da preforma (Figura 5.5).

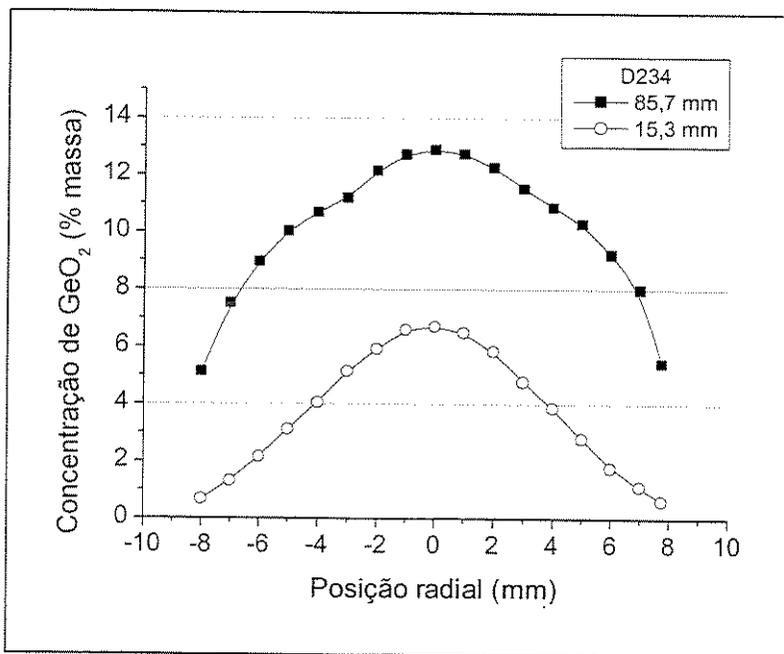


Figura 5.5. Variação axial do perfil de dopagem de germânio antes da troca do rotâmetro.

Para tentar minimizar esta variação na concentração do germânio, o rotâmetro (controlador do fluxo de cloro) dotado com fundo de escala 300 sccm foi substituído por outro de 50 sccm. Como resultado, a diferença entre as concentrações de germânio das extremidades superior e inferior da preforma foi reduzida para, aproximadamente, 0,5 % em massa (Figura 5.6).

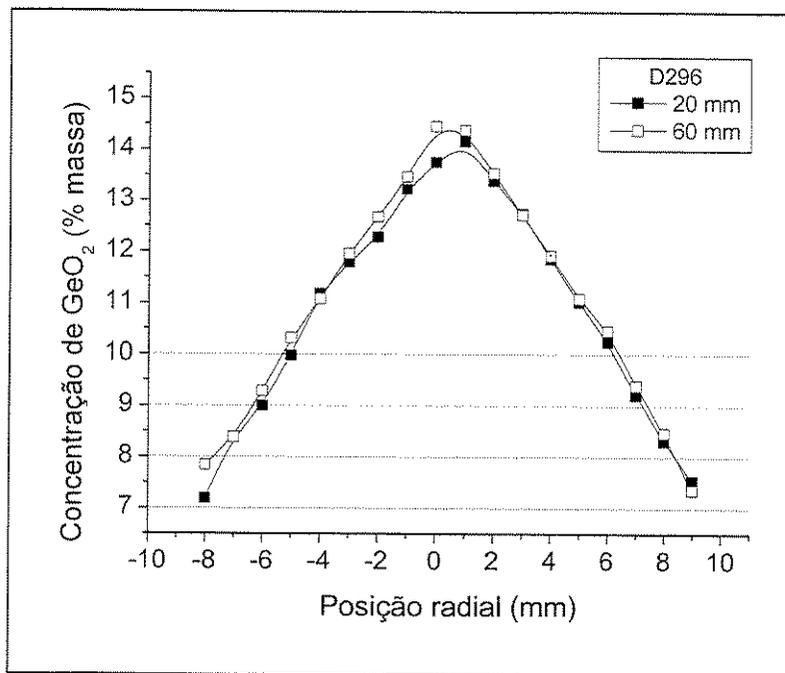


Figura 5.6. Variação axial do perfil de dopagem de germânio após a troca do rotâmetro.

5.3 Influência do parâmetro h na distância alvo-maçarico e no perfil de dopagem de germânio

Verificou-se que o parâmetro h possui grande influência na distância entre o alvo e o maçarico e, conseqüentemente, na taxa de deposição e na distribuição da temperatura da superfície de deposição da preforma. Uma vez que a temperatura afeta a incorporação do germânio, existe uma forte correlação entre o parâmetro h e o perfil de dopagem de germânio.

A análise de quatro preformas com valores do parâmetro h variando no intervalo de 3,3 mm a 5,4 mm revelou que o perfil de concentração de germânio tende a ficar estreito com o aumento do parâmetro h (Figura 5.7).

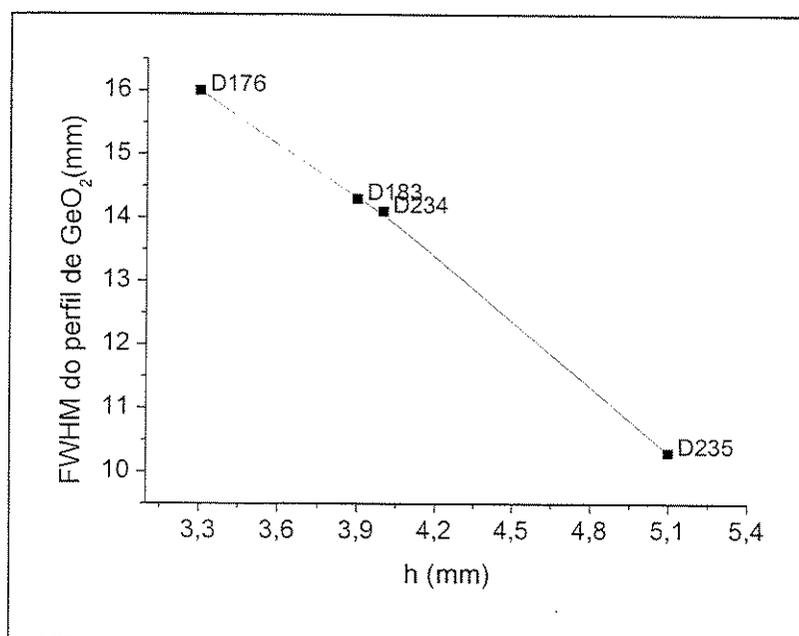


Figura 5.7. Efeito do parâmetro h no alargamento do perfil de dopagem de germânio.

O aumento da distância h resulta na redução da distância alvo-maçarico e no aumento da temperatura da superfície de deposição, aumentando a incorporação de GeO_2 , principalmente na região inferior da preforma. Com a redução de h e, conseqüentemente, com o aumento da distância alvo-maçarico, há uma maior homogeneidade na temperatura da superfície de deposição que tende a alargar a distribuição de GeO_2 .

Para as preformas D183 e D234 verificou-se que preformas distintas, com valores de α e h próximos têm perfis de dopagem semelhantes (Figura 5.8). Neste caso, a diferença da distância alvo-maçarico das duas preformas (Tabela 5.1) é irrelevante para alterar o perfil de dopagem de germânio, portanto, as condições de deposição foram praticamente iguais, formando perfis de dopagem de germânio similares. Por outro lado, para as preformas D183 e D235 observou-se que preformas distintas, com valores de α próximos e valores de h diferentes têm perfis de dopagem diferentes (Figura 5.9). Neste caso, existe uma diferença significativa de 1 mm na distância alvo-maçarico entre as duas preformas (Tabela 5.1).

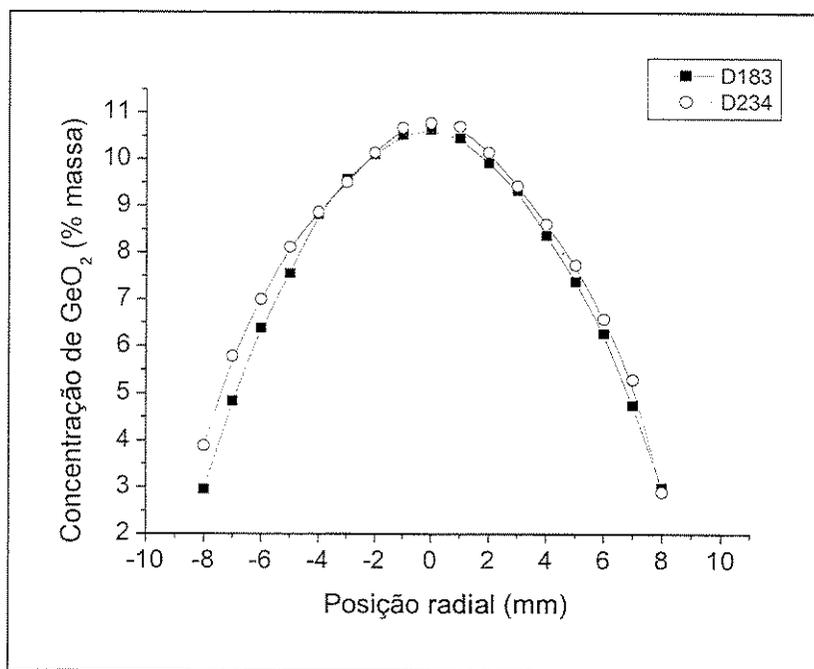


Figura 5.8. Perfis de dopagem de germânio das preformas D183 ($\alpha = 1,89$ e $h = 3,9$ mm) e D234 ($\alpha = 2,12$ e $h = 4,0$ mm).

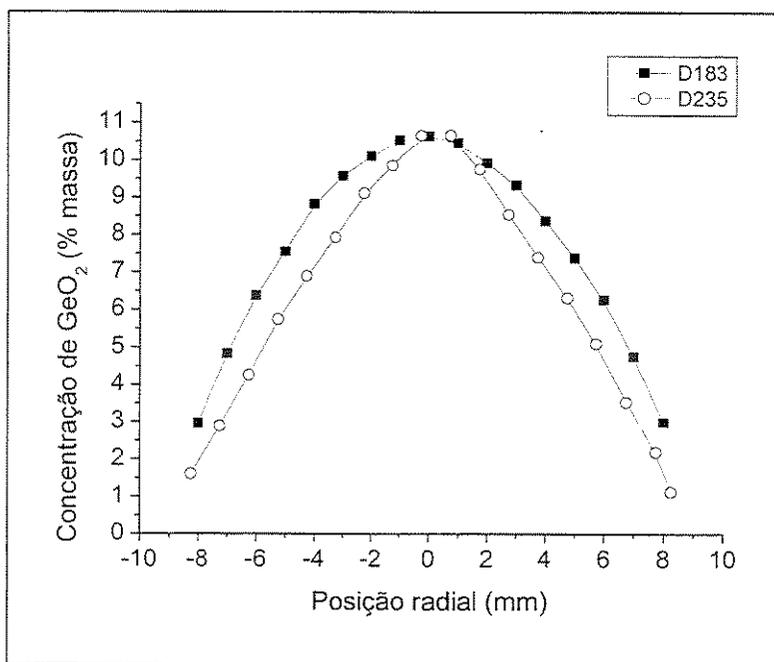


Figura 5.9. Perfis de dopagem de germânio das preformas D183 ($\alpha = 1,89$ e $h = 3,9$ mm) e D235 ($\alpha = 1,95$ e $h = 5,1$ mm).

Dos dados da Figura 5.8, Figura 5.9 e Tabela 5.1, foi verificado que uma diferença de apenas 1 mm na distância alvo-maçarico influencia, significativamente, no perfil de dopagem de germânio. O controle desta distância durante a deposição é realizado através de um sistema de automação retro-alimentado que atua na velocidade de subida da preforma de acordo com o valor do diâmetro da região inferior da preforma, mantendo a distância alvo-maçarico constante.

Tabela 5.1. Influência de h na distância alvo-maçarico

Preformas	Distância (mm)	\bar{h} (mm)
D183	$47,2 \pm 0,4$	$3,9 \pm 0,1$
D216	$46,1 \pm 0,1$	$4,4 \pm 0,2$
D222	$45,6 \pm 0,2$	$5,4 \pm 0,1$
D234	$47,5 \pm 0,1$	$4,0 \pm 0,1$
D235	$46,2 \pm 0,2$	$5,1 \pm 0,1$

5.4 Influência do parâmetro α no perfil de dopagem de germânio

Para verificar a influência do parâmetro α no perfil de concentração de germânio foram analisadas as preformas D279 e D256, que apresentaram o mesmo valor de $h = 5,7$ mm. Na preforma D279, cujo valor de α é $2,50 \pm 0,20$, foi observado que valores altos de α (próximos de 3) determinam um perfil de dopagem largo (Figura 5.10 (a)). Por outro lado, para valores baixos de α (próximos de 1), como o da preforma D256 ($1,17 \pm 0,03$), observou-se que seu perfil de dopagem de germânio é bastante irregular e não corresponde aos perfis encontrados na literatura utilizados para a fabricação de fibra óptica (Figura 5.10(b)).

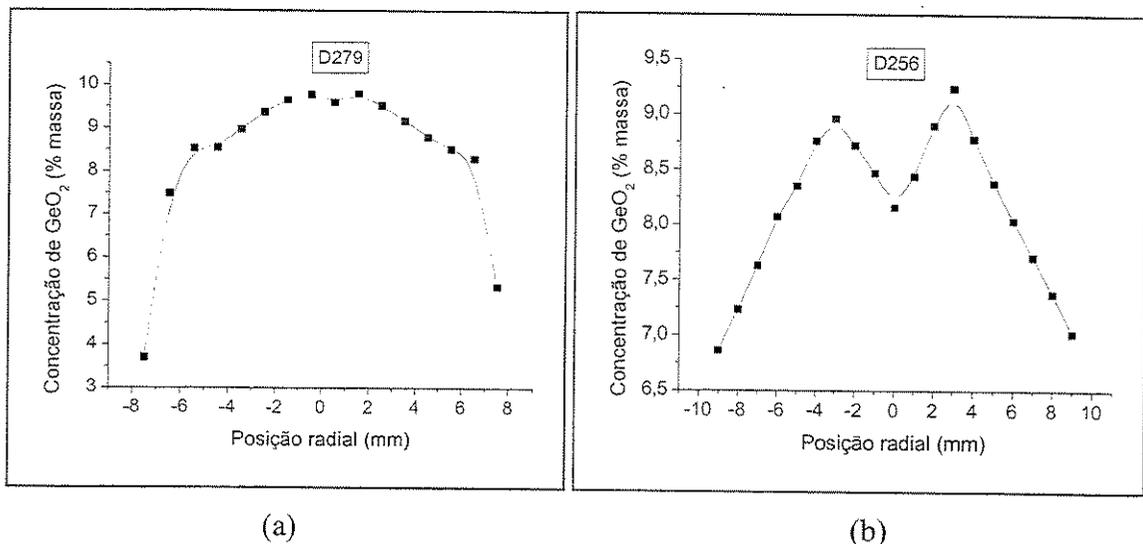


Figura 5.10. Efeito do parâmetro α no perfil de dopagem de germânio das preformas: (a) D279 ($\alpha = 2,50 \pm 0,20$ e $h = 5,7 \pm 0,1$ mm), (b) D256 ($\alpha = 1,17 \pm 0,03$ e $h = 5,7 \pm 0,1$ mm).

5.5 Perfis de dopagem de germânio

Através do processo VAD desenvolvido no LIQC foi possível obter preformas com perfis de dopagem de germânio gradual parabólico e triangular, comumente utilizados, respectivamente, em fibras ópticas multimodo e, monomodo NZDS (“non-zero dispersion shifted”) e monomodo DS (“dispersion shifted”), de acordo com os valores de α , h , e posição do maçarico (distância e ângulo alvo-maçarico). Além disso, através destes parâmetros foi possível reproduzir os perfis de dopagem da preforma já que a reprodução, nos processos de fabricação de preformas para fibra óptica, é necessária para a viabilização comercial da fibra óptica.

Analisando os resultados das preformas D183 e D234, observou-se que, para obter preformas com perfil de dopagem de germânio parabólico, os valores de α e h devem estar compreendidos no intervalo de 1,86 a 2,12 e 3,9 a 4,0 mm, respectivamente, e os valores da distância e ângulo alvo-maçarico devem ser de 47,0 mm e 40° (Figura 5.11), respectivamente.

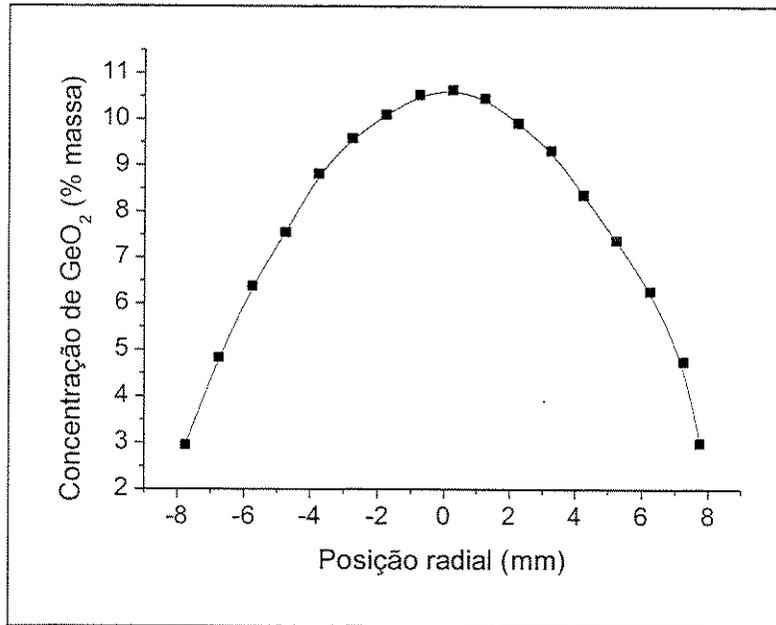


Figura 5.11. Perfil de dopagem de germânio gradual parabólico.

O perfil de dopagem de germânio gradual triangular foi obtido com a preforma D235, cujos valores de α , h , distância e ângulo alvo-maçarico foram 1,95, 5,1 mm, 46,2 mm e 43°, respectivamente (Figura 5.12).

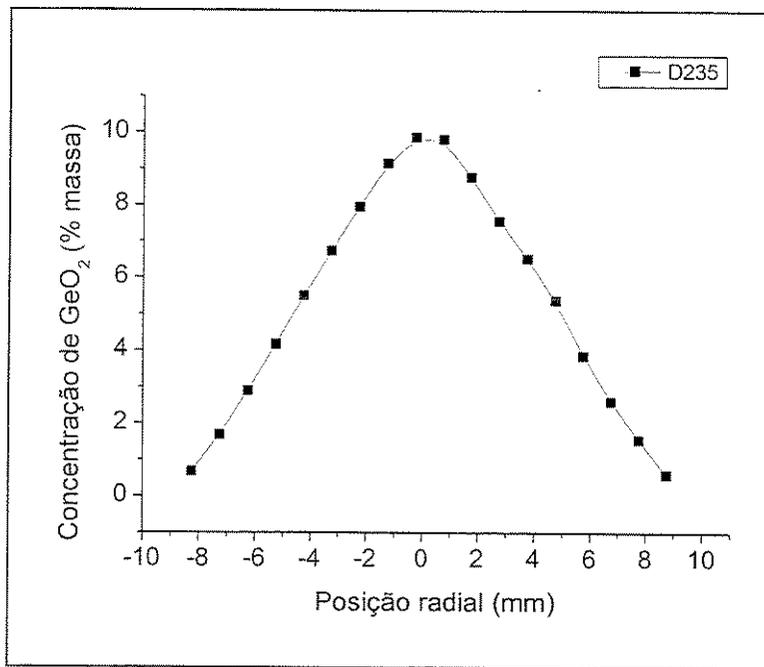


Figura 5.12. Perfil de dopagem de germânio gradual triangular da preforma D235.

Dos dados das preformas D183, D234, D235, observou-se que perfis de dopagem de germânio parabólico e triangular são obtidos quando o perfil da superfície de deposição da preforma é próximo ao parabólico, ou seja, quando os valores de α são próximos de 2.

5.6 Efeito do ângulo do maçarico no perfil de dopagem de germânio

Variando-se o ângulo do maçarico, foi obtida uma relação praticamente linear entre o parâmetro h e o ângulo do maçarico (Figura 5.13). Para $\theta < 42^\circ$, o perfil da superfície de deposição da preforma tende a ser largo ($h < 4,6$ mm), ao passo que, para $\theta > 42^\circ$, o perfil da superfície de deposição da preforma tende a ser estreito (Figura 5.14).

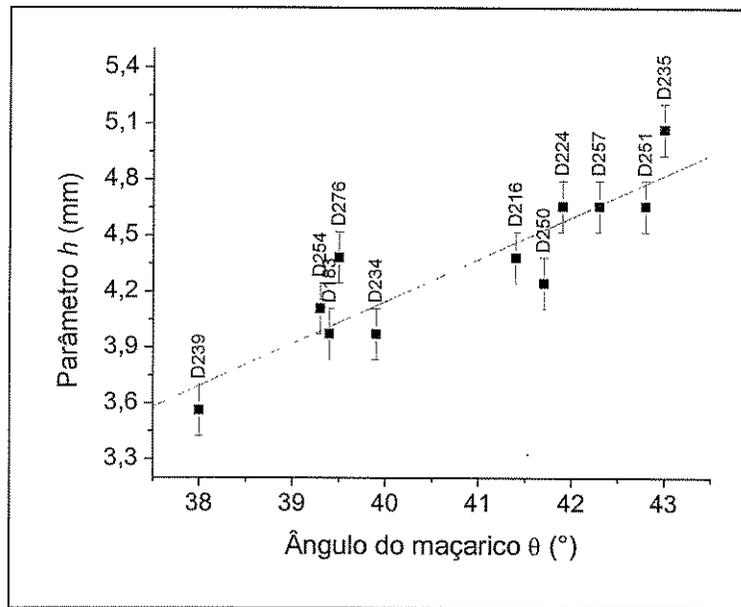


Figura 5.13. Efeito do ângulo do maçarico no perfil de dopagem de germânio.

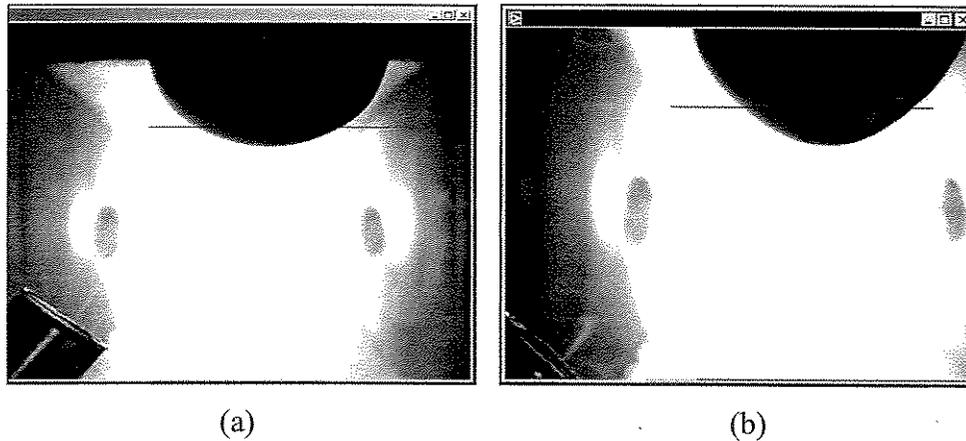


Figura 5.14. Perfil da superfície de deposição da preforma (a) $h = 3,6$ mm e (b) $h = 5,1$ mm.

Observou-se também que, quando $\theta < 42^\circ$ obtém-se um perfil de dopagem parabólico e quando $\theta > 42^\circ$ obtém-se um perfil de dopagem triangular, pois o perfil de dopagem é formado de acordo com o perfil da superfície de deposição da preforma.

5.7 Efeito do fluxo de GeCl_4 no perfil de dopagem de germânio

Neste trabalho, estudou-se a influência do fluxo de GeCl_4 sobre o perfil de dopagem de germânio e verificou-se nas preformas com perfil parabólico que o aumento do fluxo de GeCl_4 de 40 sccm para 50 sccm (25%) produziu um aumento na concentração de GeO_2 de 20% no centro da preforma e manteve o formato do perfil de dopagem. Porém, o aumento de 50 sccm para 80 sccm (60%), produziu um aumento relativamente menor, de 27% na concentração de GeO_2 deformando o perfil de dopagem principalmente na região do diâmetro externo (Figura 5.15 (a)). Durante a deposição da preforma, o aumento do fluxo de GeCl_4 reduziu a temperatura da região do diâmetro externo da preforma (Figura 5.15(b)), favorecendo a incorporação de GeO_2 na fase cristalina, que segundo SANADA, 1996, reage facilmente com o gás Cl_2 e é evaporado durante a desidratação em oposição ao GeO_2 amorfo depositado predominantemente na região central da preforma (Figura 5.16). Esta figura ilustra a influência da desidratação na remoção radial de germânio de preformas depositadas nas mesmas condições, com e sem tratamento térmico com o gás cloro. Verificou-se que uma alta quantidade de GeO_2 da região externa da preforma foi eliminada pelo gás Cl_2 , enquanto o GeO_2 da região central permaneceu, praticamente inalterado, mostrando que na região do diâmetro externo foi depositado, predominantemente, GeO_2 na forma cristalina e na região central foi depositado, predominantemente GeO_2 na forma amorfa devido ao perfil da distribuição da temperatura da superfície de deposição da preforma.

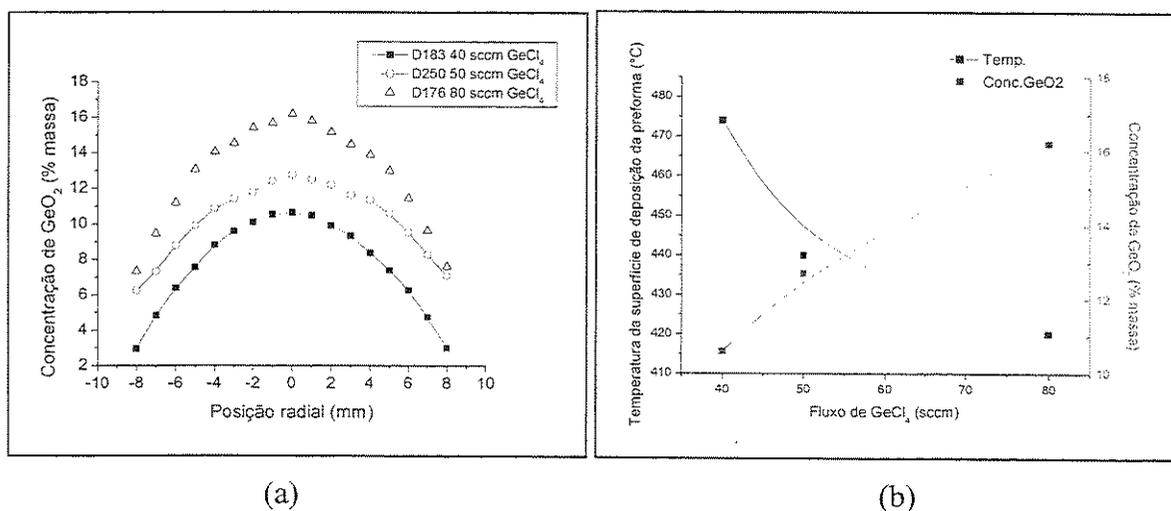


Figura 5.15. (a) Efeito do fluxo de GeCl_4 no perfil de dopagem de germânio parabólico. (b) Efeito do fluxo de GeCl_4 na temperatura da superfície de deposição da preforma.

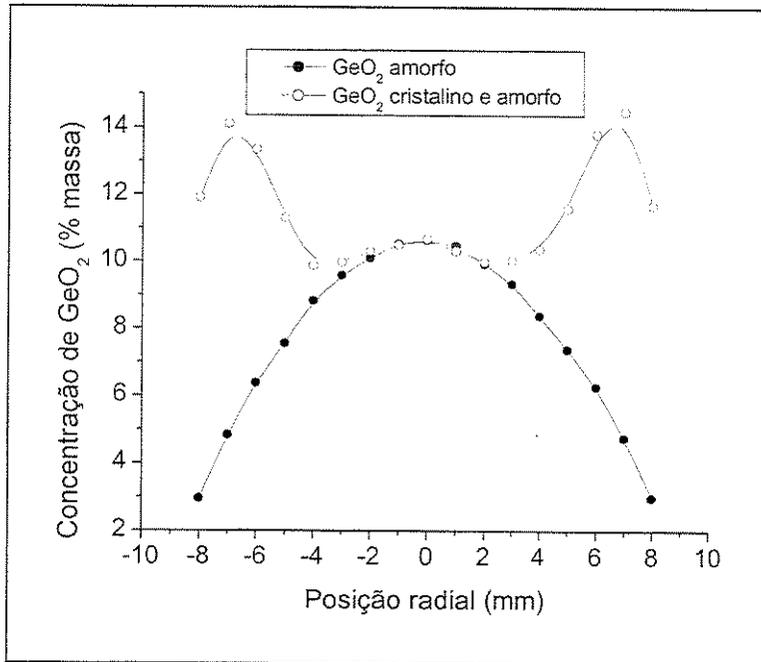


Figura 5.16. Efeito da remoção do GeO₂ na etapa de desidratação.

Nas preformas com perfil triangular, o aumento do fluxo de GeCl₄ de 40 sccm para 50 sccm (25%) produziu um aumento de 21% na concentração de GeO₂ no centro da preforma, mantendo o perfil de concentração de germânio (Figura 5.17).

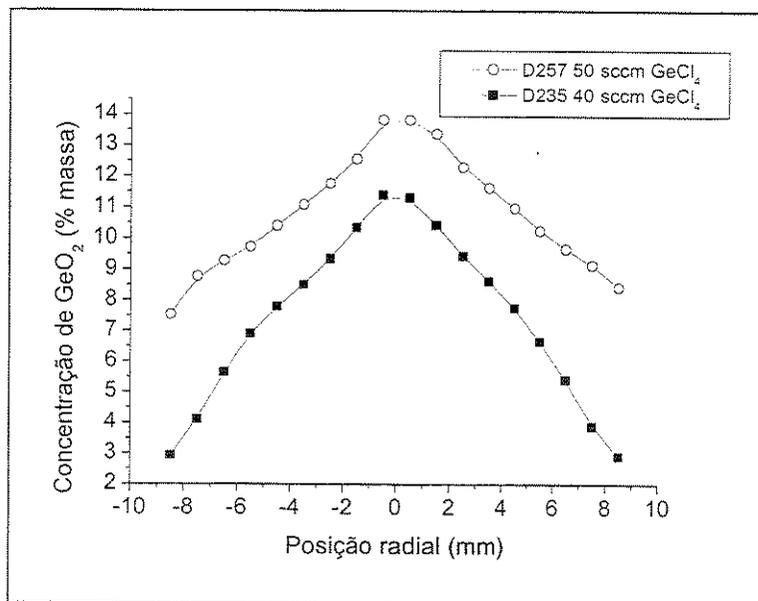


Figura 5.17. Efeito do fluxo de GeCl₄ no perfil de dopagem de germânio triangular.

A Figura 5.18 mostra a concentração de GeO_2 no centro da preforma em função da temperatura da superfície de deposição também no centro da preforma. Concentrações máximas de GeO_2 foram obtidas para temperaturas no intervalo de 420°C a 470°C . Quando temperaturas da superfície de deposição da preforma são menores de 420°C , o GeO_2 que é depositado predominante na forma cristalina é eliminado na etapa de desidratação. Temperaturas maiores que 470°C são altas para a solidificação e agregação do GeO_2 que atinge a superfície de deposição da preforma na fase vapor (EDAHIRO, 1980).

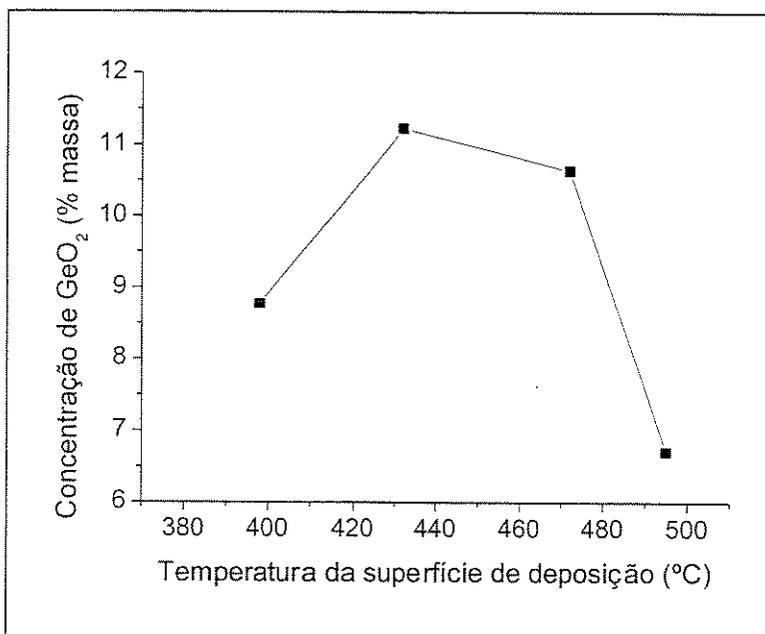


Figura 5.18. Efeito da temperatura da superfície de deposição da preforma na concentração de dopagem do GeO_2 .

5.8 Automação para o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma

5.8.1 Quantidade de pontos para a automação da parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma

Com o objeto de analisar a precisão da parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma através de um ajuste linear utilizando-se 3 pontos, comparou-se os valores de α_{real} com os expoentes calculados através de um ajuste linear utilizando 3 pontos ($\alpha_{3\text{pts}}$) e 12 pontos ($\alpha_{12\text{pts}}$) para várias preformas como ilustrado na Figura 5.19.

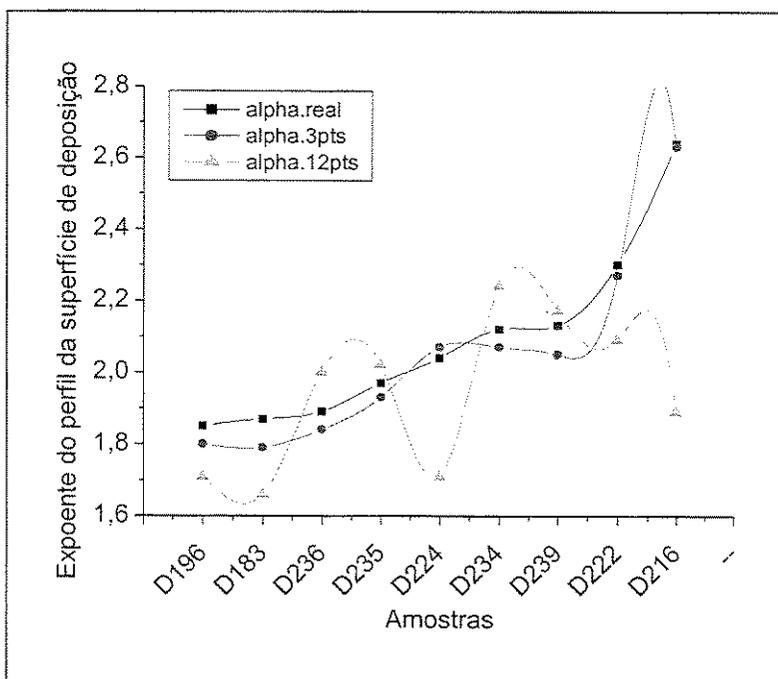


Figura 5.19. Comparação do número de pontos utilizados no processo de automação para a parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma.

Analisando-se o gráfico, observou-se que o valor de α calculado com 3 pontos está muito próximo do valor de α_{real} , já o expoente do perfil da superfície de deposição da preforma obtido através de um ajuste linear com 12 pontos varia muito. Esta variação ocorre quando o perfil da

superfície de deposição da preforma é muito achatado (α próximo de 3) ou muito agudo (α próximo de 1). Nestes casos, os pontos obtidos do contorno da borda da superfície de deposição da preforma não obedecem com muita precisão a função $y = cx^\alpha$. Assim sendo, ao aplicar-se a função logarítmica, os pontos não ficam alinhados e, conseqüentemente a reta do ajuste linear não passa por todos os pontos. Na escala logarítmica essa distorção tende a aumentar, principalmente próxima a origem devido as características da função logarítmica (Figura 5.20). O valor de α calculado com 3 pontos está muito próximo do valor de α_{real} independente do formato da superfície de deposição da preforma, pois os pontos utilizados para o calculo são obtidos em uma região onde eles estão alinhados.

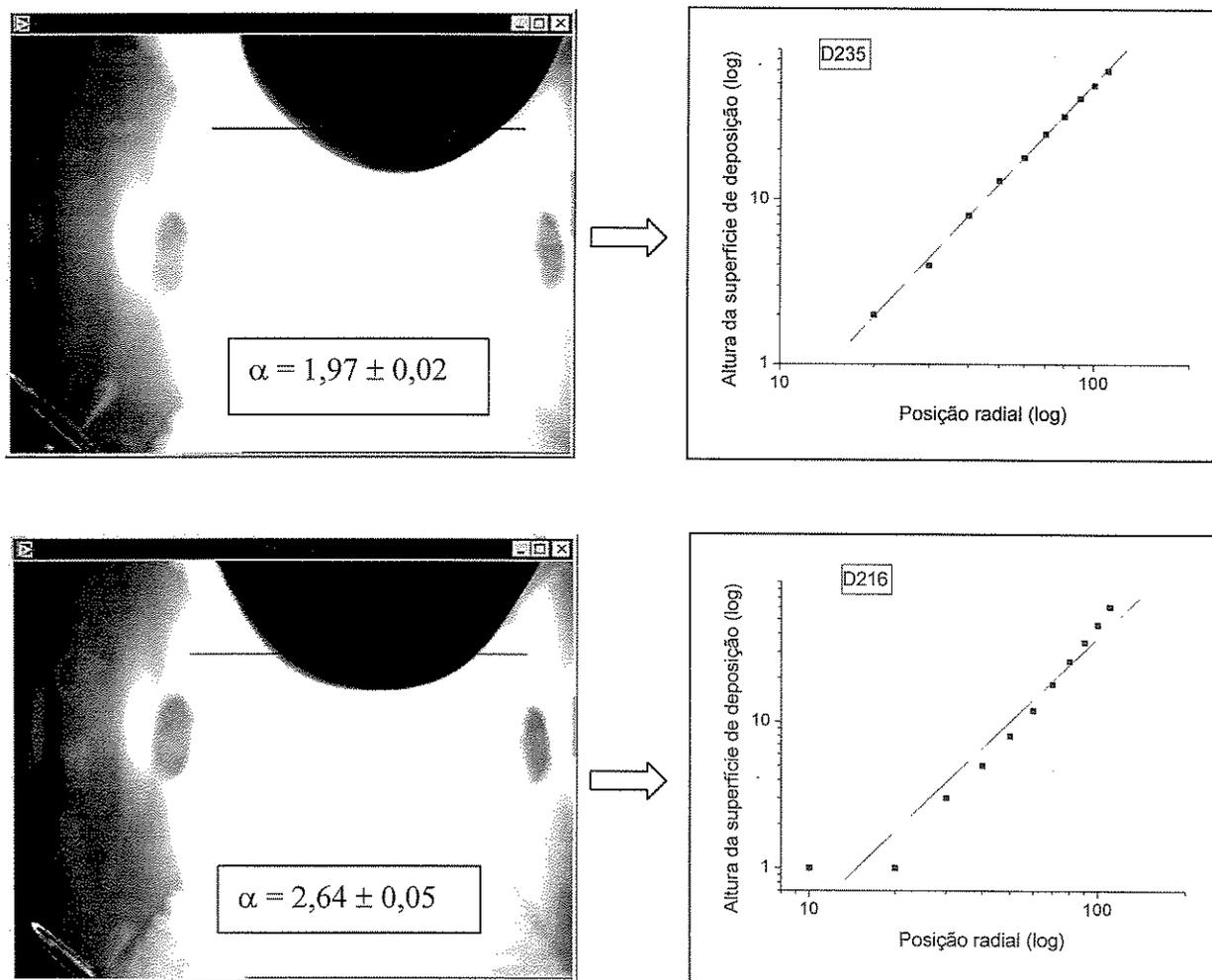


Figura 5.20. Análise da quantidade de pontos utilizados no sistema de automação em função do formato da superfície de deposição da preforma.

5.8.2 Região que melhor quantifica o perfil da superfície de deposição da preforma

Uma vez verificado que quantificando o perfil da superfície de deposição da preforma com três pontos através de um ajuste linear obtém-se um valor muito próximo de α_{real} , verificou-se também que a posição destes pontos na borda da preforma é essencial para melhorar a precisão dos cálculos. Através da Figura 5.21, observou-se que a região quantificada tomando pontos 10 e 15 pixels acima e abaixo da linha de referência e sobre esta linha é a melhor região para a parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma.

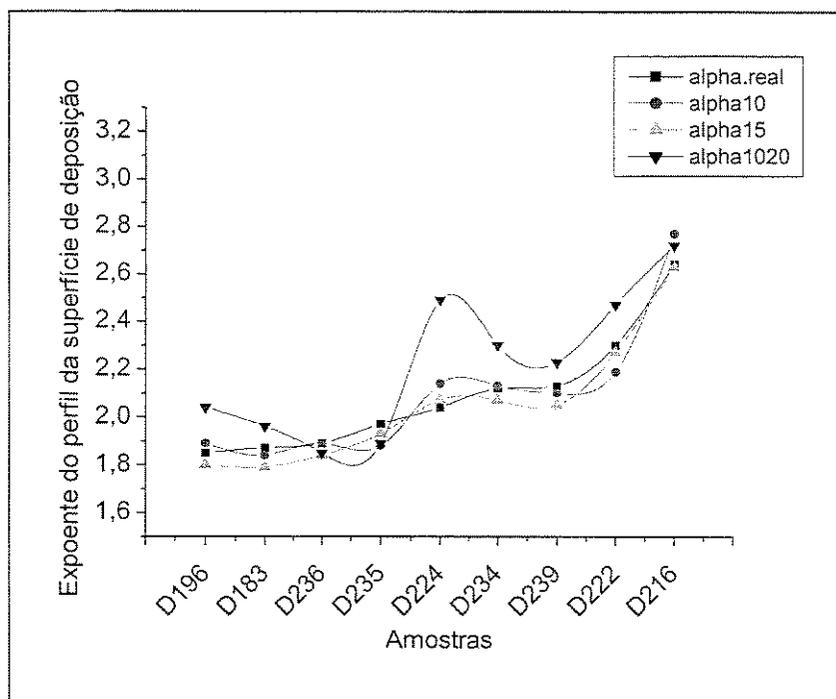


Figura 5.21. Valores de α para diversos procedimentos de ajuste.

O maior valor da diferença observado entre $\alpha_{y_0 \pm 10}$ e $\alpha_{y_0 \pm 15}$ em relação a α_{real} foi de, aproximadamente 5,0 %. Como esta diferença não tem uma influência significativa no perfil de dopagem de germânio, a região considerando 15 pixels acima e abaixo da linha de referência e sobre a própria linha de referência foi utilizada na automação para a estimativa do perfil de dopagem de germânio. O ajuste de curva da função alométrica ($y = cx^\alpha$), cujos valores de α e c foram determinados através de um ajuste de curva linear (escala logarítmica) da função

alométrica utilizando 3 pontos tomados da borda direita da preforma considerando 15 “pixels” acima e abaixo da linha de referência e sobre a própria linha está ilustrado na Figura 5.22.

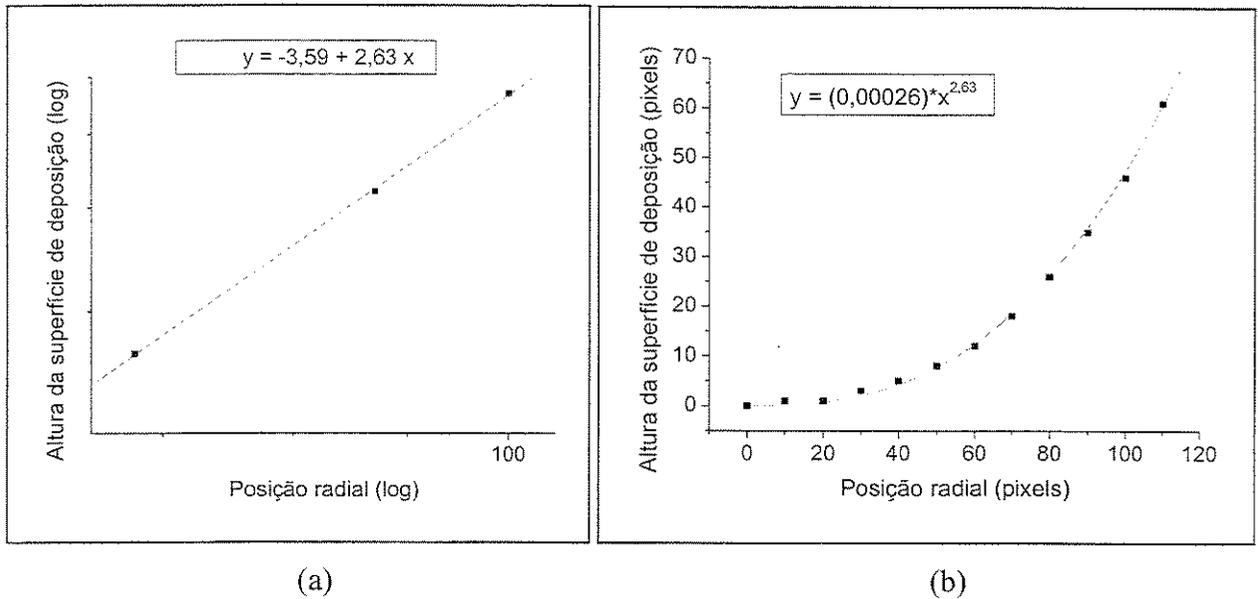


Figura 5.22. (a) Ajuste de curva linear utilizando a função alométrica, (b) Ajuste de curva não linear utilizando os valores de α e h obtidos de (a).

5.8.3 Desenvolvimento da interface para o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma em tempo real

A interface para o controle do diâmetro e para o monitoramento da superfície de deposição da preforma (Figura 5.23) contém a imagem da região inferior da preforma com os valores de α e h em tempo real e uma janela para o controle do posicionamento da linha de referência, para ajustar o “setpoint” – valor desejado para o diâmetro de referência, e o controle para acionar o monitoramento de α e h .

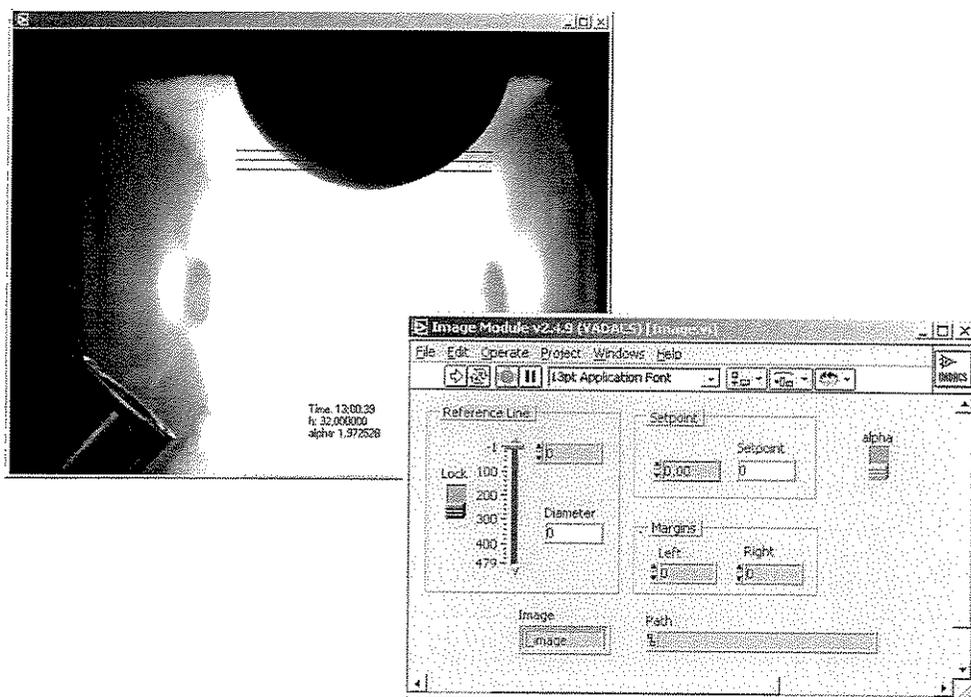


Figura 5.23. Interface para o posicionamento da linha de referência e monitoramento dos parâmetros α e h .

Calculando o valor de α e h com uma acuracidade de 5,0% e 3,0%, respectivamente, a plataforma LabVIEW mostrou-se eficiente para o desenvolvimento do sistema de automação para determinar o perfil de dopagem e o perfil de índice de refração em tempo real de deposição da preforma. Comparando-se o valor de α_{real} , que é obtido pelo ajuste não linear utilizando 12 pontos com o valor de α calculado pelo software, definido como α_{auto} , de várias preformas, verificou-se que tais valores estão próximos entre si com uma diferença de, aproximadamente, 6,0% (Figura 5.24).

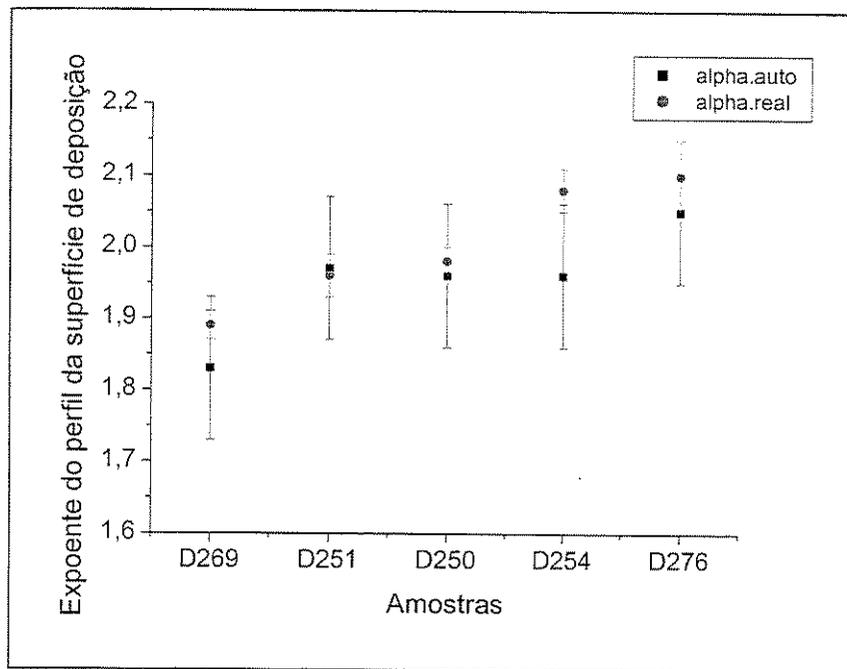


Figura 5.24. Comparação de α_{real} e α_{auto} .

Uma vez determinados os valores de α e h apropriados para a obtenção de preformas com perfis de dopagem parabólico e triangular, foi possível estabelecer o tipo de fibra a ser produzido em tempo real de deposição, como também garantir a reprodutibilidade do perfil de dopagem de germânio. Além disso, o monitoramento do perfil da superfície de deposição da preforma possibilita monitorar variações na uniformidade do perfil de dopagem, nos primeiros estágios de fabricação da preforma, reduzindo o custo de produção.

5.9 Interpolação parabólica

O perfil da superfície de deposição da preforma também foi quantificado por uma função polinomial de grau 2 a fim de analisar a simetria da preforma e avaliar funções alternativas para a parametrização. Neste caso, o perfil da superfície de deposição da preforma foi parametrizado considerando-se não apenas a borda direita da preforma como descrito em 4.1, mas também todo o perfil da superfície. Para isto foram obtidos 52 pontos do contorno da borda das preformas D216 e D235 em intervalos de 5 “pixels” no eixo X, considerando-se como origem do sistema de coordenadas o ponto de intersecção entre a borda esquerda da preforma e a linha de referência. Utilizando estes pontos e a função polinomial $y = ax^2 + bx + c$, foi realizada uma interpolação

parabólica utilizando-se o software *Origin* para a determinação dos coeficientes da função polinomial.

Para a preforma D216, o polinômio que melhor se ajustou é dado por (Figura 5.25):

$$y = 0,0052x^2 - 0,9136x + 4,2841.$$

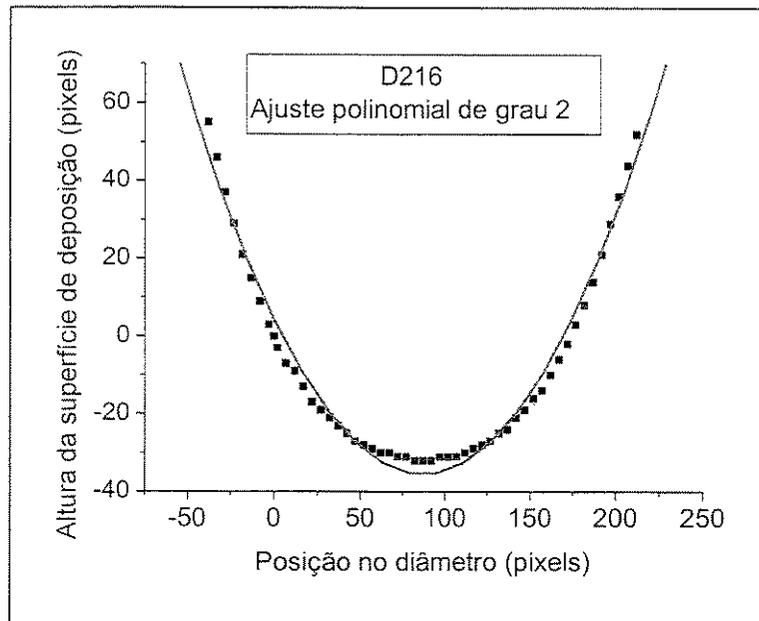


Figura 5.25. Ajuste de curva polinomial de segundo grau da preforma D216.

A partir dos coeficientes do polinômio obtido, determinou-se a abscissa do vértice da parábola $V_{\text{parábola}} = -b/(2a) = 87$, cujo valor coincidiu com a abscissa do vértice do contorno da preforma. A partir da abscissa do vértice da parábola obteve-se o parâmetro $h_{\text{parábola}} = -y(87) = 35$ pixels. O valor de h obtido a partir do contorno da preforma é $h_{\text{preforma}} = 32$ pixels (Figura 5.26).

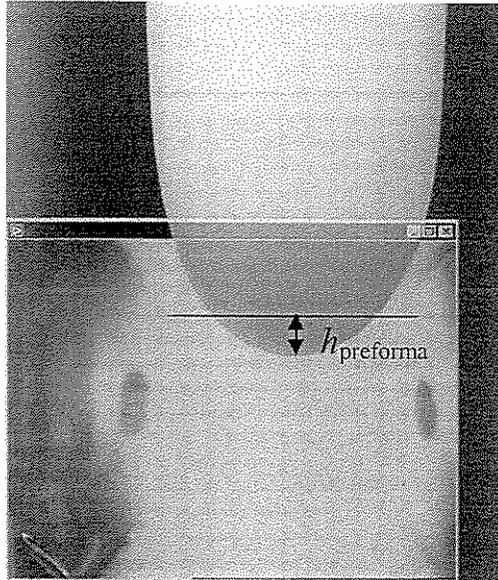


Figura 5.26. Representação do parâmetro h obtido a partir do contorno da borda da preforma.

A Figura 5.27 mostra o ajuste de curva utilizando-se a função $y = 0,00025 x^{2,64}$, obtida através de um ajuste de curva não linear da função $y = cx^\alpha$, utilizando-se 12 pontos da borda direita da preforma D216.

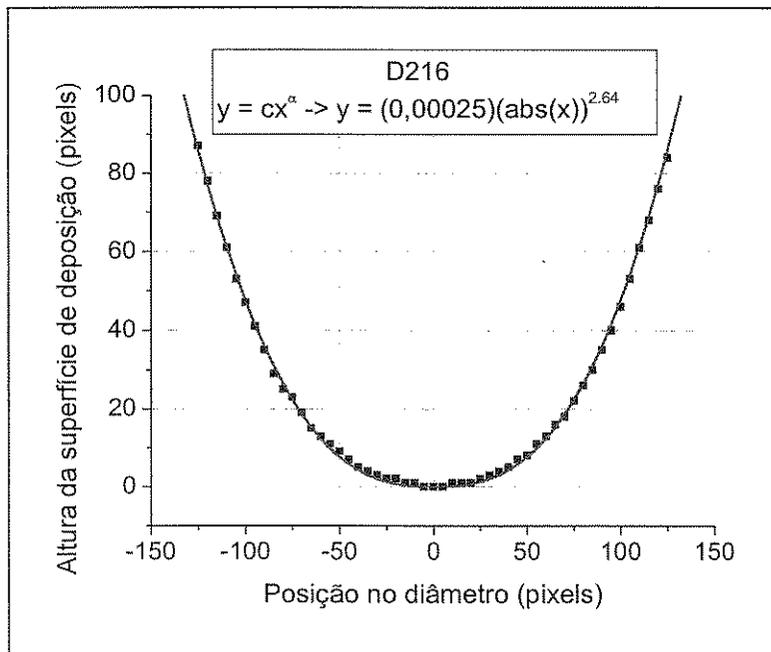


Figura 5.27. Ajuste de curva não linear da função alométrica.

Para a preforma D235, o polinômio que melhor se ajustou é dado por (Figura 5.28):

$$y = 0,0050x^2 - 0,8389x - 1,5283.$$

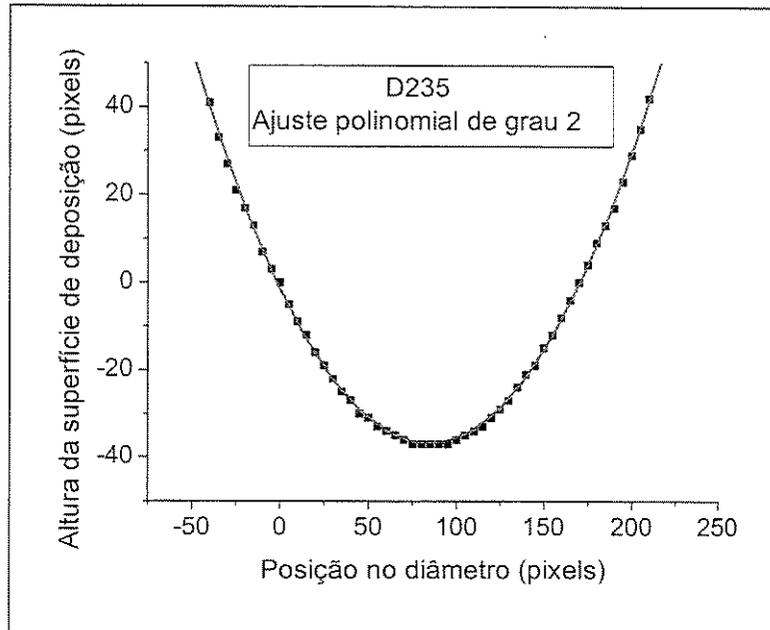


Figura 5.28. Ajuste de curva polinomial de grau 2 da preforma D235.

O valor do vértice da parábola ajustada foi $V_{\text{parábola}} = 84$, muito próximo do valor do vértice do contorno da preforma $V_{\text{preforma}} = 85$. Em relação ao parâmetro h , obteve-se, $h_{\text{parábola}} = -y(84) = 37$ pixels e $h_{\text{preforma}} = 37$ pixels.

A Figura 5.29 mostra o ajuste de curva utilizando-se a função $y = 0,00578 x^{1,97}$, obtida através do ajuste de curva não linear função $y = cx^\alpha$, utilizando-se 12 pontos da borda direita da preforma D235.

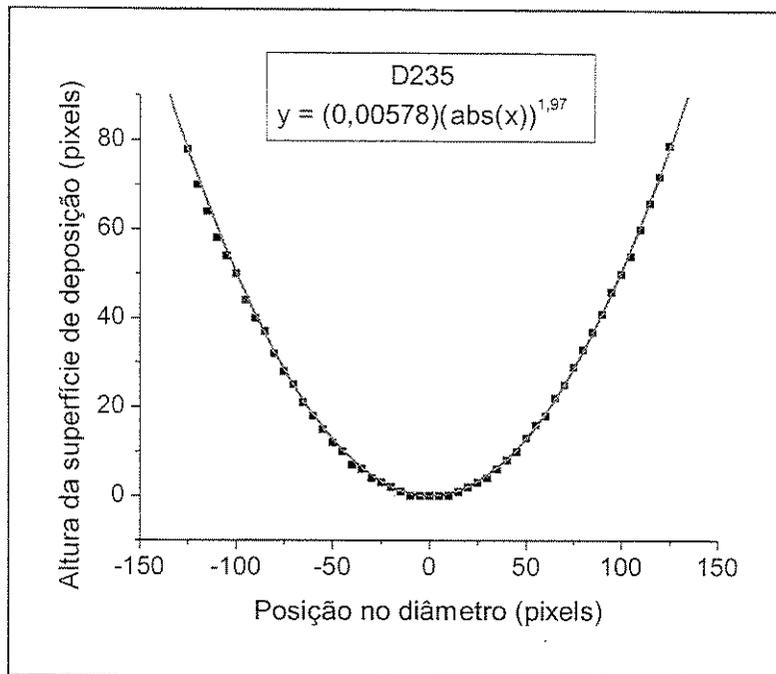


Figura 5.29. Ajuste de curva não linear da função alométrica.

Analisando-se os gráficos acima, observou-se que os perfis da superfície de deposição das preformas nem sempre apresentam comportamento parabólico. No entanto, o ajuste polinomial mostrou que a abscissa do vértice da parábola ajustada coincide com o ponto inferior da preforma, adotado como origem do sistema de coordenadas no ajuste não linear. Conclui-se que o perfil da superfície de deposição da preforma é realmente simétrico em relação à origem, o que justifica a utilização de apenas pontos do lado direito do perfil para sua parametrização.

Capítulo 6

Conclusões

Verificou-se que somente o controle da uniformidade do diâmetro da preforma durante a deposição não assegura a uniformidade longitudinal do perfil de dopagem de germânio.

A distância e o ângulo alvo-maçarico são parâmetro de deposição que afetam significativamente o perfil de dopagem de germânio.

Foi verificado que existe uma correlação entre o perfil de dopagem de germânio e o perfil da superfície de deposição da preforma, tal que sua uniformidade durante a deposição assegura a uniformidade do perfil de dopagem.

Através da análise dos perfis de dopagem de germânio e sua correlação com o perfil da superfície de deposição estabeleceram-se condições para produzir tanto perfis de dopagem padrão quanto perfis com formatos especiais pelo método VAD. Este último é de particular interesse para a fabricação de fibras especiais.

A uniformidade do perfil da superfície de deposição da preforma pôde ser verificada e, o perfil de dopagem pôde ser determinado, após a etapa de deposição, através da parametrização do perfil da superfície de deposição da preforma.

O sistema desenvolvido em LabVIEW além de permitir o monitoramento da uniformidade do perfil da superfície de deposição da preforma, possibilitou determinar e reproduzir o perfil de dopagem de germânio e do perfil de índice de refração em tempo real de deposição.

Os métodos não destrutivos para a determinação do perfil de dopagem de germânio e do perfil de índice de refração, após e durante a deposição da preforma, mostraram-se bastante efetivos.

6.1 Sugestões para próximos trabalhos

Para a continuidade do presente trabalho, sugere-se o desenvolvimento de um sistema de automação para o controle dos parâmetros α e h , de forma a mantê-los constantes durante a etapa de deposição da preforma.

Sugere-se também um estudo dos parâmetros mais relevantes do processo para determinar quais parâmetros têm maior influência no perfil da superfície de deposição da preforma. Neste caso, pode-se determinar funções que quantifique cada parâmetro do processo individualmente.

Trabalhos Publicados

Santos, J.S., Ono, E., Gusken, E., Suzuki, C.K. Correlation study between VAD preform deposition surface and germanium doping profiles, submetido ao *Journal of Lightwave Technology*.

Santos, J.S., Ono, E., Suzuki, C.K. Estudo dos parâmetros de deposição do método VAD para obtenção de perfis de índice gradual para fibras ópticas especiais, aceito para apresentação e publicação no 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica.

Ono, E., Santos, J.S., Sekiya, E.H., Jacon, R.H.B., Suzuki, C.K. Study of germanium clusters formation mechanism in preforms for optical fibers manufactured by VAD method, *Activity Report 2002, LNLS*, pp. 243 e 244.

Referências Bibliográficas

- Ainslie, B.J., Day, C.R. A review of single-mode fibers with modified dispersion characteristics, *Journal of Lightwave Technology*, v. LT-4, n. 8, pp. 967-979, 1986.
- Andrade, H.A., Kovner, S. Proceedings of the 1991 IEEE Workshop on Visual Languages, October 8-11, Kobe, Japan. IEEE Computer Society Press, 1991, ISBN 0-8186-2330-6, pp. 34-39, 1991.
- Arumugam, M. Optical fiber communication – An overview, *Journal of Physics*, v. 57, pp. 849-869, 2001.
- Beales, K.J., Day, C.R. A review of glass fibers for optical communications, *Physics and Chemistry of Glasses*, v. 21, n. 1, pp. 5-21, 1980.
- Chida, K., Hanawa, F., Nakahara, M. Fabrication of OH-free multimode fiber by vapor phase axial deposition, *IEEE Journal of Quantum Electronics*, v. QE-18, n. 11, pp. 1883-1889, 1982.
- Chida, K., Hanawa, F., Nakahara, M. VAD graded-index optical fiber fabrication, *Review of the Electrical Communication Laboratories*, v. 32, n. 3, pp. 404-410, 1984.
- Chida, K., Nakahara, M., Sudo, S., Inagaki, N. On-line monitoring technique of the refractive-index profile in the VAD process, *Journal of Lightwave Technology*, v. LT-1, n. 1, pp. 56-60, 1983.
- Edahiro, T., Kawachi, M., Sudo, S., Tomaru, S. Dispersion properties of high-silica particles in the flame hydrolysis reaction for optical fiber fabrication, *Journal of Applied Physics*, v. 19, n. 11, pp. 2047-2054, 1980.

- Fleming, J, W Dispersion in $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$ glasses, *Applied Optics*, v. 23, n. 24, pp. 4486-4493, 1984.
- French, W.G., Macchesney, J.B., O'Connor, P.B., Tasker, G.W. Optical waveguides with very low losses, *Bell System Technology*, v. 53, n. 5, pp. 951-954, 1974.
- Gistvik, S.N. Optical fiber theory for communication networks, *Ericsson Network Technologies AB*, Sweden, 2002.
- Glass, A.M., Digiovani, D.J., Strasser, T.A., Stentz, A.J., Slusher, R.E., White, A.E., Kortan A.R., Eggleton, B.J. Advances in fiber optics, *Bell Labs Technical Journal*, 2000.
- Green, L.D. Fiber optic communications, Boca Raton: CRC Press, Inc., Cap. 1: Historical Perspective, pp. 1-13, 1993.
- Hayashi, S., Arake, Y., Arahori, T., Nakamura, T., Nanjoh, T., Shigematsu, T. The development of synthetic silica glass by the VAD method, *The Sumitomo Search*, No. 44, pp. 285-296, 1990.
- Hyde, J.F. Method of making a transparent article of silica, Corning Glass Works, U.S. Patent, n. 2.272.342, 1942.
- Huang, Y.Y., Sarkar, A., Schultz Relationship between composition, density and refractive index for germania silica glasses, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 27, pp. 29-37, 1977.
- Imoto, K., Sumi, M., Suganuma, T. Bottom shape control of fiber soot preform by modified VAD method, *Journal of Lightwave Technology*, v. 6, n. 9, pp. 1376-1385, 1988.
- Inada, K. Recent progress in fiber fabrication techniques by Vapor-Phase Axial Deposition, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, v. 30, n. 10, pp. 1412-1419, 1982.

- Ishida, K., Imoto, K., Suganuma, T. Transmission characteristics of VAD fibers using a multiple burner with single source gas nozzle, *Fiber and Integrated Optics*, v. 4, n. 2, pp. 191-202, 1982.
- Izawa, T. Early days of VAD process, *IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics*, v. 6, n. 6, pp. 1220-1227, 2000.
- Izawa, T., Sudo, S. Optical fibers: material and fabrication (ADOP), KTK Scientific Publishers, Tokyo, 1987.
- Jamal, R. Graphical object-oriented programming with LabVIEW *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, section A, v. 352, pp. 438-441, 1994.
- Kao, K.C. e Hockhman, G.A. Dielectric fiber surface waveguide for optical frequencies, *Proceedings of the IEEE*, v. 113, n. 7, pp. 1151-1158, 1966.
- Kapron, F.P., Keck, D.B, Maurer, R.D. Radiation losses in glass waveguides, *Applied Physics Letters*, v. 17, n. 10, pp. 423-425, 1970.
- Kumano, N., Mukasa, K., Sakano, M., Moridaira, H. Development of a non-zero dispersion-shifted fiber with ultra-low dispersion slope, *Furukawa Review*, n. 22, pp. 1-6, 2002.
- Lydtin, H. PCVD: A technique suitable for large fabrication of optical fiber, *Journal Lightwave Technology*, v. 4, n. 8, pp. 1034-1038, 1986.
- Macchesney, J.B., O'Connor, P.B., Presbey, H.M. New technique for preparation of low-loss and graded-index optical fibers, *Proceedings of the IEEE*, v. 62, n. 9, pp. 1280-1281, 1974.
- Mack, R., KMI CORP., Sarkar, A., Bular LLC. Recent developments in the fiber industry highlight the cyclical nature of fiber manufactures ability demand, *Lightwave* September, 2001.

- Miya, T., Nakahara, M., Inagaki, N. Fabrication of dispersion-free VAD single-mode fibers in the 1.5- μm wavelength region, *Journal of Lightwave Technology*, v. LT-1, n. 1, pp. 14-19, 1983.
- Miya, T., Terunuma, Y., Hosaka, T., Miyashita, T. Ultimate low-loss single-mode fiber at 1.55 μm , *Electronic Letters*, v. 15, pp. 106-108, 1979.
- Nagamatsu, S., Pálsdóttir, B., Hirasawa, T., Fujisaki, A., Takaoka, R., Shikii, S. Raman amplifier with integrated dispersion-compensating fiber, *Furukawa Review*, pp. 13-16, 2003.
- Nagel, S.R., Macchesney, J.B., Walker, K.L. An overview of the modified chemical vapor deposition (MCVD) process and performance, *IEEE Journal of Quantum Electronics*, v. QE 18, pp. 459-476, 1982.
- Nagel, S.R. R & D directions for optical fiber, *IEEE LTS*, pp. 26-34, 1992.
- Nakahara, M., et al. Process for producing optical fiber preform and apparatus therefore, NTT, U.S. Patent No. 4.419.116, 1983.
- Nouchi, P., Montmorillon, L.A., Sillard, P., Bertaina, A., Guenot, P. Optical fiber design for wavelength-multiplexed transmission, *Comptes Rendus Physique*, v. 4, pp. 29-39, 2003.
- Ohashi, M., Tatida, M., Shiraki, K., Tajima, K., Tsujikawa, K. Optical fiber loss reduction, *Electronics and Communications in Japan*, v. 79, n. 12, pp. 1-15, 1996.
- Okoshi, T., Nishimura, M. Automated Measurement of refractive index profile of VAD performs by fringe-counting method, *Journal of Optical Communications*, v. 1, n. 1, pp. 18-21, 1980.
- Ogata, D.Y., Sekiya, E.H., Tomiyama, M., Cuevas, R.F., Torikai, D., Suzuki, C.K. Estudo dos parâmetros de deposição do processo VAD na obtenção de preformas para fibras ópticas. Parte II: sílica dopada com GeO_2 . *Anais do I Congresso em Ciência de Materiais – SUMAT 2000*, CD Rom, pp. 162-171, UDESC – Universidade Estadual de Santa Catarina, Joinville – SC, 2000.

- Ono, E., Sekiya, E.H., Torikai, D., Gusken, E., Suzuki, C.K. Sistema de automação para controle da uniformidade geométrica de preformas para fibra óptica, *II COBEF – Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação*, 18 à 21 de maio de 2003, Uberlândia – MG.
- Ono, E. Automação e controle para fabricação de preformas VAD para fibras ópticas de alta uniformidade geométrica, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004, 53p., Dissertação (Mestrado).
- Sakaguchi, S. Consolidation of GeO₂ soot body prepared by flame hydrolysis reaction, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 171, n. 3, pp. 228-235, 1994.
- Sanada, K., Shiota, T., Inada, K. Studies of the chemical kinetics on the vapor phase axial deposition method, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 188, n. 3, pp. 275-284, 1995.
- Sanada, K., Moriyama, T., Inada, K. Chlorination and vaporization of GeO₂ component in SiO₂: GeO₂ porous perform in dehydration process by VAD method and spontaneous formation of SiO₂ cladding layer during the dehydration selective vaporization of GeO₂, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 194, pp. 163-172, 1996.
- Sarkar, A. Trends in optical-fiber technologies, *Journal of Lightwave Technology*, v. 16, n. 9, pp. 1-5, 1999.
- Sekiya, E.H. Estudo do processo de deposição e consolidação da preforma de sílica vítrea para fibras ópticas pelo método VAD, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001, 109p., Dissertação (Doutorado).
- Shimizu H., Torikai, D., Suzuki, C.K. VPD burner technology for optical fiber preform deposition, Proceedings of the first workshop on QITS: Materials Life-cycle and sustainable development, Campinas, March 2-4, 1998.
- Shultz, P., C. Method of forming a light focusing fiber waveguide, Corning Glass Works, U.S. Patent, No. 3,826,560, 1974.

- Sudo, S., Kawachi, M., Edahiro, T., Izawa, T., Shioda, T., Gotoh, H. Low OH-content optical fiber fabricated by vapour-phase axial deposition method, *Electronics Letters*, v. 14, n. 17, pp. 535-536, 1978.
- Sudo, S. Studies on the Vapor-Phase Axial Deposition method for optical fiber fabrication, Ph. D. Thesis, Tokyo University, 1982.
- Suzuki, C.K., Torikay, D. Vitreous silica processing by vapor phase deposition for optical fiber preform, *Radiation Effects & Defects in Solids*, v. 147, pp. 55-66, 1998.
- Suzuki, C.K., Torikay, D., Sekiya, E.H., Ogata, D.Y., Tomiyama, M., Ono, E., Gusken, E., Cuevas, R.F. Fibras ópticas no Brasil: Inovação tecnológica usando o método VAD, *Anais Sulmat 2000, Congresso em Ciência de Materiais*, 12 à 16 de setembro de 2000, Joinville, pp. 172, 2000.
- Suzuki, C.K., Torikai., D., Sekiya, E.H., Ono, E. Processo de automação para fabricação de preforma porosa para fibra óptica, Universidade Estadual de Campinas, SP, Patente requerida junto ao INPI, protocolo No. PI0203755-6 de 12 de julho de 2002.
- Suzuki, C.K., Torikai., D., Sekiya, E.H. Maçarico para dopagem de preformas para fibra óptica, Universidade Estadual de Campinas, SP, Patente requerida junto ao INPI, protocolo No. PI0202904-9 de 18 de julho de 2002.
- Uchida, T., Furukawa, M., Kitano, I., Joizumi, K., Matsumura, H. A light-focusing fiber guide, *IEEE Journal of Quantum Electronics*, v. 5, n. 6, pp. 331, 1969.
- Yin, S., Chung, K., W., Liu, H., Kurtz, P., Reichard, K. A new design for non-zero dispersion-shifted fiber (NZ-DSF) with a large effective area over 100 μm^2 and low bending and splice loss, *Optics Communications*, v. 177, pp. 225-232, 2000.
- Yokota, H., Kanamori, H., Ishiguro, Y., Tanaka, S. in: Proc. Optical Fiber Communication Conference, OFC'86, Optical Society of America, Washington, DC, pp. 11-18, 2002.