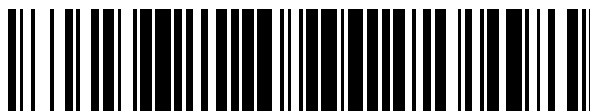


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 387 995**

51 Int. Cl.:  
**C03C 25/64** (2006.01)  
**C03C 25/60** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06776115 .5**  
96 Fecha de presentación: **03.07.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2035343**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.03.2009**

54 Título: **Procedimiento para elaborar una fibra óptica con un contenido de hidróxilo estable en el tiempo**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**05.10.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**05.10.2012**

73 Titular/es:  
**PRYSMIAN S.P.A.**  
**VIALE SARCA 222**  
**20126 MILANO, IT**

72 Inventor/es:  
**TOGNINI, Paolo;**  
**RUZZIER, Marco y**  
**PATA, Roberto**

74 Agente/Representante:  
**Carpintero López, Mario**

ES 2 387 995 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para elaborar una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo

### Antecedentes de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para elaborar una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo.

En particular, la presente invención se refiere a un procedimiento para evaluar la saturación de impurezas de SiO<sub>2</sub> en una fibra óptica mientras que se lleva a cabo un tratamiento con deuterio.

### Técnica relacionada

10 Como se informa, por ejemplo, en el documento US 6.704.485, la telecomunicación óptica se lleva a cabo usualmente con una luz infrarroja en los intervalos de longitud de onda de 0,8-0,9 μm o 1,3-1,6 μm. Un problema asociado con manejar fibras en esta ventana de transmisión es el hecho de que las bandas de absorción se encuentran en esta región de longitud de onda. Estas bandas de absorción se deben en particular a la presencia de grupos OH. Se sugirió usar sílice altamente pura con un contenido de hidroxilo bajo para producir la fibra óptica, sin embargo, se ha observado que incluso fibras de sílice muy baja en hidroxilo, cuando se exponen a hidrógeno a temperatura ambiente muestran un aumento en la atenuación en la ventana de transmisión de 1,3-1,6 μm y en particular en 1380-1400 nm. Este aumento de atenuación con el tiempo debido a la presencia de hidrógeno a menudo se denomina "pérdida por envejecimiento de hidrógeno". La difusión de hidrógeno molecular conduce a reacciones irreversibles. Este tipo de pérdida se refiere como permanente.

20 En particular, las impurezas de sílice SiO<sub>2</sub> pueden reaccionar con hidrógeno molecular para proporcionar grupos OH no presentes antes en el material. Un mecanismo tal explica la observación de grupos hidroxilo en una sílice virtualmente libre de hidroxilo tras exposición corta a hidrógeno. Un procedimiento tal crea nuevos grupos en el material y tiene efectos perjudiciales sobre la atenuación, especialmente debido a que da lugar a un incremento del pico SiOH, situado en 1383 nm. La reacción es irreversible.

25 El hidrógeno puede entrar en contacto con la fibra óptica bien por difusión debido a cualquier fuente de hidrógeno en la atmósfera que circunda la fibra o bien a partir de agua que se difunde en la fibra, principalmente en forma de humedad.

Se han dedicado esfuerzos para el problema de la estabilidad a envejecimiento de hidrógeno de fibras ópticas.

30 Por ejemplo, el documento US 6.704.485, mencionado anteriormente, describe un procedimiento para reducir la pérdida por envejecimiento de hidrógeno de fibra óptica que comprende la etapa de poner en contacto la fibra óptica con deuterio por exposición a una mezcla de gases que contienen deuterio a una temperatura compatible con la fibra sin exponer la fibra a cualquier activación adicional y la etapa de desgasificar la fibra en una atmósfera neutra.

35 El documento US 2005/0123255 revela un procedimiento de elaborar una guía de onda óptica que incluye colocar una pluralidad de guías de ondas ópticas en un recipiente de tratamiento y de tratar las guías de ondas ópticas en el recipiente de tratamiento con una sustancia química que contiene al menos uno de deuterio, hidrógeno y compuestos de los mismos. El tratamiento incluye causar que las moléculas de la sustancia química difundan dentro de las guías de ondas ópticas, causando que las moléculas de la sustancia química que se han difundido dentro de las guías de ondas ópticas reaccionen con las impurezas estructurales que existen en una parte, por las que se propaga la luz, de las guías de ondas ópticas, y eliminan, de las guías de ondas ópticas, moléculas de la sustancia química que no reaccionen con la impureza estructural. Después del tratamiento, se miden las pérdidas a una longitud de onda de 1550 nm y a una longitud de onda de 1625 nm, después de que cada una de las fibras ópticas se ha dejado reposar respectivamente durante 100 horas y durante 200 horas.

40 El documento JP 2003-261351 revela la exposición de fibras ópticas a una atmósfera ambiente que contiene deuterio en un porcentaje inferior al 4 % en volumen y superior al 1 % en volumen a una temperatura no superior a 30 °C durante dos días o más y después a una atmósfera ambiente que contiene hidrógeno. Preferentemente, el hidrógeno se proporciona a una concentración de volumen al 100 %, sin suministrar gas de dilución. Las impurezas de SiO<sub>2</sub> se inactivan con deuterio. Después de que la fibra óptica se expone a la atmósfera ambiente que contiene deuterio, se expone a la atmósfera ambiente que contiene hidrógeno. Por lo tanto, incluso si las impurezas de SiO<sub>2</sub> mencionadas anteriormente permanecen ligeramente, sin inactivarse con deuterio, se inactivan por hidrógeno. Por lo tanto, mientras que se usa una fibra óptica, Si-OH no aumenta y el incremento con el tiempo en pérdida de transmisión se evita.

50 El documento US 2004/0047576 revela una fibra óptica que tiene una pérdida de transmisión de 0,40 dB/km o menos en un intervalo de longitudes de onda de 1310 a 1625 nm después de envejecimiento por hidrógeno, en el que la pérdida de transmisión después de envejecimiento por hidrógeno se mide después de exponer la fibra óptica:

a una atmósfera que contiene hidrógeno de aproximadamente 1 % en volumen a temperatura ambiente hasta que la pérdida de transmisión aumenta 0,03 dB/km o más a 1.240 nm comparada con la pérdida inicial antes de envejecimiento de hidrógeno y en atmósfera abierta durante más de 14 días.

5 La inactivación de las impurezas de SiO<sub>2</sub> en una fibra óptica deberá referirse de ahora en adelante como "pasivación".

La técnica anterior informa que la efectividad del tratamiento y por lo tanto la pasivación completa de las impurezas de SiO<sub>2</sub> puede depender de un número de parámetros tales como

10 - la concentración de deuterio y/o de hidrógeno (en adelante también referida como "elemento(s) de pasivación") que debería ser suficiente para saturar todas las impurezas citadas anteriormente, pero no demasiado alta para originar características de absorción indeseables (como se informa, por ejemplo, por el documento US 2005/0123255);

- la temperatura y el tiempo de exposición a tal(es) elemento(s) de pasivación que podrían ocasionar un daño a la fibra óptica (como se informa, por ejemplo, por el documento 6.499.318);

- la concentración y la distribución de impurezas de SiO<sub>2</sub> dentro de la fibra óptica.

En vista de los parámetros anteriores, es de interés verificar el éxito del tratamiento.

15 Como se informa en el preámbulo del documento JP2005-134469, los procedimientos de control conocidos son notablemente consumidores de tiempo dado que ellos se llevan a cabo solamente después de que el tratamiento de pasivación se ha completado y por lo tanto ellos requieren una etapa adicional.

20 El documento JP2005-134469 pretende resolver este problema sometiendo a seguimiento las pérdidas de absorción en una parte de muestreo de fibra mientras el procedimiento de deuterio se lleva a cabo. De acuerdo con este documento, dicho seguimiento se puede llevar a cabo por una fuente de luz con una longitud de onda de 630 nm (el pico de absorción de las impurezas de SiO<sub>2</sub>) y se termina cuando la cantidad de luz transmitida (pérdida de absorción) alcanza una cantidad fija de luz.

25 Sin embargo, dado que la atenuación a 630 nm es detectable solamente después de que las moléculas gaseosas han difundido dentro del núcleo de la fibra óptica, el valor deseado real se alcanzaría interrumpiendo el tratamiento mucho antes del tiempo en el que ello se detecta y así el procedimiento de deuterio se lleva a cabo durante un tiempo más largo que aquel requerido para tener una pasivación completa de la fibra.

El tiempo de tratamiento largo requerido para detectar el valor de atenuación puede dañar también la fibra óptica. Además, este tratamiento se lleva a cabo en espacios cortos de fibra y no en la bobina entera, con consecuencias negativas inevitables en el resultado de predictibilidad real del tratamiento de pasivación en la bobina entera.

30 En cualquier caso, la mayoría de los procesos conocidos están afectados por el mismo problema ya que, no se llevaron a cabo en cada bobina del lote pasivado, sino solamente en bobinas elegidas al azar del lote, incluso si se llevan a cabo sobre la bobina entera.

### Sumario de la invención

35 La presente invención proporciona un procedimiento para elaborar una fibra óptica con un contenido de hidroxilo sustancialmente estable en el tiempo, comprendiendo dicho procedimiento una etapa de pasivación y una etapa de evaluar la saturación de impurezas después de pasivación, siendo la última etapa fiable, ahorradora de tiempo, simple, económica y aplicable en un lote completo.

El solicitante ha intuido que el hidrógeno molecular (H<sub>2</sub>) y su pico de absorción a 1.240 nm podría usarse como marcador para determinar el éxito/extensión de una etapa de pasivación llevada a cabo con deuterio (D<sub>2</sub>).

40 El solicitante ha encontrado que llevando a cabo una etapa de pasivación usando una mezcla de deuterio y una cantidad predeterminada de hidrógeno y monitorizando posteriormente la presencia de un pico de absorción máxima de 1.240 nm en el espectro de absorción de fibras es posible evaluar la pasivación de las impurezas de SiO<sub>2</sub> durante el tratamiento en sí mismo.

45 Ninguno de los documentos de la técnica anterior mencionados anteriormente proporciona una evaluación del pico de absorción de 1.240 nm para evaluar el éxito del tratamiento de pasivación.

El procedimiento de la invención es aplicable a la fibra entera y al lote entero sin dañar las fibras ópticas y sin requerir ajustes de las herramientas de rutina empleadas.

De acuerdo con un primer aspecto, la invención se refiere a un procedimiento para la elaboración de una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:

- preparar una fibra óptica
  - medir la atenuación espectral de la fibra óptica;
  - exponer la fibra óptica a una atmósfera que comprende una mezcla de deuterio y de moléculas de hidrógeno;
  - retirar la fibra óptica de la atmósfera;
- 5
- permitir al deuterio y a las moléculas de hidrógeno difundirse dentro de la fibra óptica;
  - medir la atenuación espectral de la fibra óptica;
  - analizar el coeficiente de atenuación al menos a 1.240 nm.

Preferentemente, la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una fibra óptica unimodal.

10 Ventajosamente, la fibra óptica elaborada por el procedimiento de la invención tiene un pico de atenuación a 1380 nm igual a o inferior a 0,35 dB/km.

Ventajosamente, dicha mezcla de deuterio/hidrógeno se proporciona en una atmósfera inerte, preferentemente en una atmósfera de nitrógeno.

Preferentemente, la fibra óptica se expone a una atmósfera que comprende desde el 1 % en volumen hasta el 10 % en volumen de la mezcla de deuterio/hidrógeno.

15 Preferentemente, dicha atmósfera comprende una cantidad de hidrógeno del 0,15 % en volumen al 8 % en volumen.

En una realización preferida, la etapa de exponer la fibra óptica a una atmósfera se lleva a cabo a una temperatura desde 20 °C hasta 40 °C.

En una realización preferida, la etapa de exponer la fibra óptica a una atmósfera se lleva a cabo durante un tiempo  $t$  desde 5 horas hasta 240 horas, más preferentemente de 10 horas hasta 48 horas.

20 La etapa de preparar una fibra óptica puede comprender las sub-etapas de estirar una fibra óptica a partir de una preforma y de pulirla.

La preforma puede obtenerse por un procedimiento de deposición de vapor (OVD), en el que las capas de las partículas de vidrio se depositaron en la superficie exterior de una varilla objetivo, o por una deposición axial en fase de vapor (VAD), en la que los productos químicos de partida se llevaron desde el fondo en una llama de quemador de oxígeno-hidrógeno para producir hollín de vidrio que se deposita sobre el extremo de una varilla de sílice, por lo tanto una preforma porosa se hace crecer en la dirección axial.

25

Alternativamente, la preforma puede obtenerse por técnicas de deposición de vapor químico, tales como por Deposición de Vapor Química Modificada (MCVD) o por Deposición de Vapor Química de Plasma (EPCV).

30 Ventajosamente, la etapa de medir la atenuación espectral de la fibra después de exposición a la atmósfera de pasivación comprende la etapa de evaluar la intensidad del pico de absorción a 630 nm, es decir, el pico de absorción de las impurezas de SiO<sub>2</sub>. Otros picos de absorción medidos ventajosamente son aquel a 1.380 nm y aquel a 1.240 nm.

Ventajosamente, la etapa de analizar la atenuación de la fibra pasivada también se lleva a cabo a 1.310 nm y/o a 1.380 nm y/o a 1.550 nm.

35 Preferentemente la etapa de medir la atenuación espectral de la fibra se lleva a cabo desde 20 horas hasta 72 horas a partir del comienzo de la etapa de retirada.

40 Para el objeto de la presente descripción y de las reivindicaciones que siguen, salvo donde se indique lo contrario, todos los números que expresen cantidades, magnitudes, porcentajes y así sucesivamente, se entiende como que se modifican en todos los casos por el término "aproximadamente". Además, todos los intervalos incluyen cualquier combinación de los puntos máximos y mínimos revelados e incluyen cualesquiera intervalos intermedios en ellos, que pueden enumerarse o pueden no enumerarse específicamente en el presente documento.

En la presente descripción y reivindicaciones, como "fibra óptica unimodal" se quiere decir una fibra óptica a través de la que solamente se propagará un modo.

45 En la presente descripción, como "lote" se quiere decir un número de bobinas de fibra óptica producidas estirando la fibra en sustancialmente las mismas condiciones de producción.

En la presente descripción y reivindicaciones como "coeficiente de atenuación" se entiende la atenuación - es decir, la reducción en energía óptica según ella pasa a lo largo de la fibra- de una fibra óptica por unidad de longitud, en dB/km y se indica como  $\alpha$ .

**Breve descripción de las figuras**

- 5 Serán más evidentes características y ventajas adicionales de la invención a partir de la siguiente descripción de algunas realizaciones preferidas del procedimiento de elaboración de fibras ópticas de acuerdo con la invención, proporcionadas como ejemplos no limitantes, con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:
- 10 - la figura 1 muestra un diagrama esquemático del cambio de coeficiente de atenuación  $\Delta\alpha$  (dB/Km) a 630 nm como una función del tiempo T (horas) durante la exposición de la fibra óptica a una atmósfera que contiene hidrógeno;
  - la figura 2 muestra dos diagramas esquemáticos del cambio de atenuación (dB/Km) respectivamente a 1.240 nm y a 1.380 nm como funciones del tiempo (T) durante la exposición de la fibra óptica a una atmósfera que contiene hidrógeno;
  - 15 - la figura 3 muestra un diagrama esquemático de la diferencia entre las atenuaciones después y antes de que el procedimiento de acuerdo con la presente invención se ha aplicado.

**Descripción detallada de las realizaciones preferidas actualmente**

El procedimiento de la presente invención permite obtener una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo.

20 La etapa de preparar una fibra óptica se lleva a cabo por un procedimiento conocido por los expertos en la técnica y que comprende las sub-etapas de: obtener una preforma; estirar la fibra óptica a partir de la preforma; pulir con áridos la fibra óptica.

La preforma puede obtenerse por medio de un procedimiento de deposición de vapor exterior, también conocido como procedimiento de OVD, que comprende la deposición de partículas de capas de vidrio en la superficie exterior de una varilla objetivo. De esta manera la preforma crece de acuerdo con una dirección radial.

25 En otra realización, la preforma se puede obtener por Deposición de Vapor Química Modificada (MCVD) que difiere de OVD porque la deposición tiene lugar dentro de un tubo de cuarzo fundido en vez de en el exterior.

30 En otra realización, la preforma puede obtenerse por Deposición de Vapor Químico en Plasma (EPCV) en la que se deposita también vidrio transparente en lugar de hollín dentro de un tubo de sílice como se hace en el procedimiento de MCVD, pero no se usa plasma isotérmico en el intervalo de frecuencia de microondas (2,45 GHz) en lugar de una antorcha o llama.

35 En una realización preferida, el procedimiento de la invención se lleva a cabo para elaborar una fibra óptica unimodal, es decir, una fibra óptica destinada para la propagación de un único modo. Las fibras ópticas unimodales se caracterizan por una dispersión nula a 1.310 nm, pérdida mínima a 1.510 nm y un pico de atenuación a 1.380 nm igual a o inferior a 0,35 dB/km. Una vez se ha preparado la fibra óptica, el procedimiento de acuerdo con la presente invención proporciona la medida de la atenuación espectral de la misma.

Más tarde, el procedimiento de acuerdo con la presente invención comprende la exposición de la fibra a una atmósfera que comprende desde el 1 % en volumen hasta el 10 % en volumen de una mezcla de deuterio e hidrógeno, más adelante también referida como "mezcla de pasivación".

40 Las concentraciones más altas de dicha mezcla pueden dar lugar a estructuras de adsorción transitoria en el espectro de trabajo.

Ventajosamente, dicha mezcla de deuterio e hidrógeno se proporciona en una atmósfera inerte tal como una atmósfera de nitrógeno.

Preferentemente, dicha atmósfera comprende una cantidad de hidrógeno de aproximadamente desde el 0,15 % en volumen hasta el 8 % en volumen.

45 Las etapas posteriores del procedimiento de acuerdo con la presente invención son eliminar la fibra óptica de la mezcla de pasivación y permitir que las moléculas de deuterio e hidrógeno difundan dentro de las fibras ópticas. Dichas etapas se llevan a cabo ventajosamente en una atmósfera inactiva, es decir, una atmósfera sustancialmente químicamente inerte con respecto a la fibra óptica y la mezcla de pasivación, por ejemplo atmósfera ambiente.

En la etapa de permitir a los gases anteriormente mencionados difundir, se da tiempo a las moléculas de hidrógeno

y deuterio para penetrar dentro del centro del núcleo del vidrio de las fibras ópticas para reaccionar, en el caso, con los sitios debidos y para detectarse durante la etapa subsiguiente de análisis.

La atenuación espectral de la fibra óptica se midió de nuevo después de las etapas descritas justo anteriormente.

5 Finalmente la atenuación se analiza al menos a 1.240 nm. La señal a 1.240 nm se corresponde con hidrógeno absorbido en una matriz de sílice.

Ventajosamente, el hidrógeno muestra un pico de absorción a 1.240 nm, es decir, dentro del intervalo sometido a control de forma rutinaria para el lote de fibras ópticas completo (1.200 ÷ 1.600 nm) y así el procedimiento no requiere medidas adicionales de control; y no se originan características de absorción dañinas a la concentración usada en el presente procedimiento.

10 Cuando el tratamiento de deuterio es exitoso, un pico de absorción de 1240 nm aparece en el espectro de atenuación de la fibra. En otras palabras, el hidrógeno se usa como un marcador en el procedimiento de pasivación dado que se da una indicación clara de la extensión de la pasivación de las impurezas de SiO<sub>2</sub>. Esto solamente es posible si se analiza la atenuación espectral a 1240 nm.

15 Ventajosamente la etapa de analizar la atenuación de la fibra pasivada se lleva a cabo también a 1.310 nm, 1.380 nm y 1.550 nm. -

Dicha etapa puede llevarse a cabo de forma ventajosa en el espectro de 1.200 ÷ 1.600 nm completo.

20 Preferentemente dicho paso se lleva a cabo desde 20 horas hasta 72 horas desde el comienzo de la etapa de retirada de la fibra óptica de la atmósfera que comprende una mezcla de moléculas de deuterio y de hidrógeno. Un periodo de tiempo tal permite a las moléculas de hidrógeno y deuterio difundir dentro de la fibra óptica y evitar la desgasificación de moléculas de hidrógeno que no reaccionaron a partir de la fibra óptica.

Como se menciona anteriormente, dicha atmósfera que comprende la mezcla de deuterio e hidrógeno comprende preferentemente una cantidad de hidrógeno comprendida entre el 0,15 % en volumen. y el 8 % en volumen. Este intervalo permite detectar el pico de 1.240 nm sin afectar sustancialmente la región de longitud de onda a 1.400 nm.

25 En la presente descripción, por el término "región de longitud de onda a 1.400 nm" se quiere decir una región de longitud de onda que incluye todas las longitudes de entre 1.335 y 1.435 nm.

30 El límite inferior de dicho intervalo depende del instrumento que detecta hidrógeno. En particular es la cantidad mínima de hidrógeno molecular la que permite detectar la estructura de absorción de hidrógeno al 1.240 nm con instrumentos conocidos de detección. Por ejemplo, usar un sistema de análisis de fibra óptica PK 2500 (vendido por Photon Kinetics), es la cantidad mínima que permite detectar la estructura de absorción de hidrógeno a 1.240 nm con un límite de detección de 0,003 dB/Km. En otras palabras, dicho límite inferior asegura la presencia de al menos 0,03 ppm de hidrógeno molecular en el núcleo de fibra después de que la difusión ha tenido lugar.

35 El límite superior del intervalo anterior es la cantidad máxima de hidrógeno molecular que permite evitar la necesidad de la fibra óptica para permanecer en dicha atmósfera inactivada durante largos periodos de tiempo antes de usarse. Como una cuestión de hecho, si la fibra óptica se ha expuesto a una atmósfera que comprende una concentración demasiado alta de hidrógeno, es necesario someterla a una etapa de desgasificación con el fin de hacer usable a la fibra óptica.

La figura 1 muestra el cambio del coeficiente de atenuación  $\Delta\alpha$  (dB/Km) a 630 nm como una función del tiempo T (horas) mientras que la fibra óptica se expuso a una atmósfera que contiene hidrógeno.

40 T = 0 es el momento cuando el hidrógeno llega al centro del núcleo de la fibra de vidrio óptica y se detecta una reducción del pico a 630 nm. Se puede observar que el pico de absorción de 630 nm y así la presencia de impurezas de SiO<sub>2</sub>, disminuye con el tiempo hasta desaparecer después de un cierto tiempo T1.

Por "pico de 630 nm" queremos decir un pico que varía desde 600 nm a 660 nm (altura media de anchura total). Típicamente, instrumentos conocidos son capaces de detectar un pico a 633 nm.

45 La figura 2 muestra la atenuación de cambio (en dB/Km) a 1.380 nm (el diagrama superior en la figura) y a 1.240 nm (el diagrama inferior en la figura) como una función del tiempo T (en horas), mientras que la fibra óptica se expuso a una atmósfera que contiene hidrógeno.

T = 0 es el momento en el que el hidrógeno alcanza el centro del núcleo de vidrio de fibra óptica.

Se puede observar que el pico de absorción de 1.240 nm y así la presencia de H<sub>2</sub>, es aproximadamente igual a cero hasta un tiempo T2 en el que ello llega a ser detectable.

Se puede observar también que el pico de absorción de 1380 nm y así la presencia de SiOH, se incrementa con el tiempo hasta llegar a ser estable después de un tiempo T3 que es sustancialmente coincidente con T2.

5 Se ha verificado que T2 es igual a T3 que es sustancialmente igual a T1. Por lo tanto se demostró que las impurezas de SiO- desaparecen, SiOH llega a ser estable y H<sub>2</sub> llega a ser detectable al mismo tiempo, como se muestra en las figuras.

Esto significa que la presencia de hidrógeno molecular excluye la presencia de impurezas de SiO-.

10 Dado que las impurezas de SiO- son las principales responsables de la estabilidad del contenido de hidroxilo de las fibras ópticas durante el tiempo y dado que la presencia de hidrógeno molecular es incompatible con la presencia de las mismas, la presencia del pico de absorción de hidrógeno molecular a 1.240 nm en el espectro de absorción de fibra es suficiente para valorar la pasivación completa de la fibra óptica.

Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, el hidrógeno molecular se usa como un marcador y su pico de absorción se usa para diagnosticar la saturación de las impurezas de SiO- y así determinar el éxito de un procedimiento de deuterio y someter a control la estabilidad de hidrógeno de la fibra óptica durante el tiempo.

15 La concentración total de impurezas de SiO- es aproximadamente la misma para todas las fibras obtenidas por una preforma de núcleo única. Este valor puede estimarse por la medida del pico de absorción a 630 nm antes del tratamiento de pasivación.

De acuerdo con ello, la proporción entre concentración de hidrógeno y concentración de deuterio que debe usarse en el procedimiento de acuerdo con la presente invención, depende del valor inicial de la absorción a 630 nm y la absorción a 1.380 nm.

20 En particular se ha encontrado que si el valor inicial de la absorción a 630 nm es aproximadamente -10,5 dB/Km, el coeficiente de atenuación a 1.380 nm (a) no es mayor que 0,02 dB/Km y la concentración de la mezcla de hidrógeno y deuterio en la atmósfera es de aproximadamente el 4% en volumen, el límite superior de la concentración de hidrógeno es aproximadamente el 0,55 % en volumen.

25 Aunque si el valor inicial de la absorción a 630 nm es aproximadamente 13 dB/Km, el coeficiente de atenuación a 1.380 nm (a) es no mayor que 0,04 dB/Km y la concentración de la mezcla de hidrógeno y deuterio en la atmósfera es aproximadamente el 1 % en volumen, el límite superior para la concentración de hidrógeno es aproximadamente el 0,17 % en volumen.

Los resultados de otros ensayos llevados a cabo por el solicitante se muestran en la siguiente tabla 2.

30 Según una realización preferida de la presente invención, la etapa de exponer la fibra óptica a una atmósfera que comprende la mezcla de hidrógeno y deuterio se lleva a cabo a una temperatura desde 20 °C hasta 40 °C y durante un tiempo desde 5 horas hasta 240 horas.

Preferentemente dicha temperatura es igual a 30 °C y la duración de la etapa de exposición es desde 10 horas hasta 48 horas.

35 Más preferentemente la etapa de exposición se lleva a cabo a 28 °C durante un tiempo t igual a 24 horas, con una atmósfera que comprende volumen del 4 % de una mezcla de deuterio e hidrógeno. En este caso, la concentración de hidrógeno se ha encontrado que es como sigue:

Tabla 2

<b>α @633 nm</b>	<b>Conc. min.</b>	<b>Conc.001</b>	<b>Conc.005</b>
8 dB/Km	0,16 %	0,8 %	3,5 %
10 dB/Km	0,16 %	0,4 %	1,8 %
12 dB/Km	0,16 %	0,25 %	1,2 %

En la que:

40 α @633nm es el coeficiente de atenuación a 633 nm;

Conc. min. es la concentración de hidrógeno que permite detectar un pico a 1.240 nm;

Conc. 001 es la concentración de hidrógeno que permite obtener una variación de atenuación a 1.380 nm

aproximadamente igual a 0,01 dB/Km;

Conc.005 es la concentración de hidrógeno que permite obtener una variación de atenuación a 1.380 nm aproximadamente igual a 0,05 dB/Km.

5 El procedimiento para elaborar una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo de acuerdo con la presente invención estará más claro a partir del ejemplo siguiente.

**Ejemplo**

Se pusieron a prueba una serie de muestras de fibras ópticas a partir de diferentes bobinas.

En la tabla 3 se informan las características de las diferentes fibras analizadas antes de aplicar el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

10

Tabla 3

Bobina	$\alpha$ @633 nm	$\alpha$ @1.310 nm	$\alpha$ @1.380 nm	$\alpha$ @1.550 nm	Longitud (km)
1	10,60	0,33	0,31	0,19	10
2	10,42	0,33	0,31	0,19	10
3	9,88	0,33	0,30	0,19	10
4	10,42	0,33	0,33	0,19	10
5	10,88	0,33	0,32	0,19	10

En el que  $\alpha$  es el coeficiente de atenuación (dB/Km).

En la tabla 4 se recogen los valores de los parámetros del procedimiento de acuerdo con la presente invención así como los resultados obtenidos para cada bobina probada.

15

Tabla 4

Bobina	Duración	Temperatura	Concentración deuterio	Concentración hidrógeno	$\Delta\alpha$ @1380 nm (dB/km)
1	22 h	30 °C	3,79%	0,24%	0,007
2	22 h	30 °C	3,79%	0,24%	0,006
3	22 h	30 °C	4,35%	0,52%	0,01
4	22 h	30 °C	4,31%	0,55%	0,013
5	22 h	30 °C	3,57%	0,54%	0,009

En la que:

"Duración" es la duración de la etapa c) de exponer la fibra óptica a la atmósfera que comprende la mezcla de deuterio e hidrógeno;

20 "Temperatura" es la temperatura usada en la misma etapa c);

"Concentración de deuterio" es el porcentaje volumétrico de deuterio en dicha mezcla; "concentración de hidrógeno" es el porcentaje volumétrico de hidrógeno en dicha mezcla; y

" $\Delta\alpha$ @1380 nm" es la diferencia de la atenuación entre después y antes de la aplicación del procedimiento a 1380 nm.

25 En la figura 3 la diferencia de la atenuación,  $\Delta\alpha$  (expresada en dB/Km), se representa diagramáticamente como una función de la longitud de onda (expresada en nm).



En la figura 3 es posible apreciar no solamente el aumento de la atenuación a 1.380 nm sino también la aparición del pico de 1.240 nm debido al hidrógeno molecular y que indica que el tratamiento de deuterio se ha llevado a cabo exitosamente.

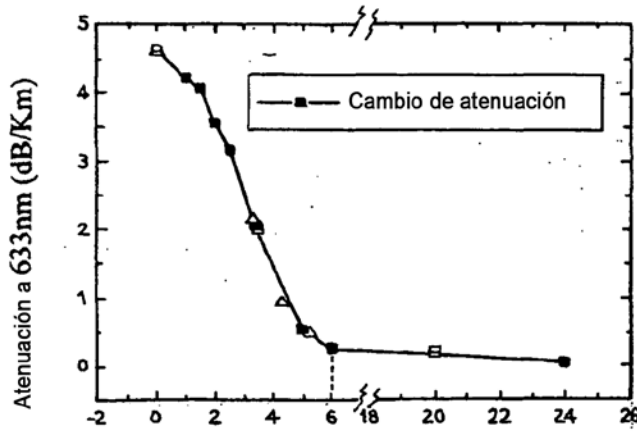
- 5 Se ha verificado que cuando el pico a 1.240 nm no aparece después de unos días de exposición a la atmósfera de deuterio e hidrógeno, la fibra no está conforme con los requisitos necesarios ya que las impurezas de SiO<sub>2</sub> no se han saturado. De hecho, en este caso la fibra no está conforme con las pruebas de control conocidas tal como la prueba de hidrógeno de IEC tampoco.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para fabricar una fibra óptica con un contenido de hidroxilo estable en el tiempo que comprende las etapas de:
- 5 - preparar una fibra óptica;
- medir la atenuación espectral de la fibra óptica;
- llevar a cabo un tratamiento de pasivación:
- exponiendo la fibra óptica a una atmósfera que comprende una mezcla de deuterio y de moléculas de hidrógeno;
- 10 • retirando la fibra óptica de la atmósfera;
- permitiendo al deuterio y a las moléculas de hidrógeno difundirse dentro del núcleo de la fibra óptica;
  - evaluando, después de retirar la fibra óptica de la atmósfera, el tratamiento de pasivación en un periodo de tiempo que permite difundir a las moléculas de hidrógeno y de deuterio dentro del núcleo de fibra óptica y evitando la desgasificación de moléculas de hidrógeno sin reaccionar, a partir de la fibra óptica;
- 15 • midiendo la atenuación del espectro de la fibra óptica;
- sometiendo a seguimiento la aparición de un pico de absorción a 1.240 nm;
  - usando la aparición del pico de absorción a 1.240 nm como marcador para determinar el éxito del tratamiento de pasivación.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicha atmósfera comprende desde el 1 % en volumen hasta el 10 % en volumen de la mezcla de moléculas de deuterio e hidrógeno.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la fibra óptica elaborada por el procedimiento tiene un pico de atenuación a 1.380 nm igual o inferior a 0,35 dB/km.
4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicha mezcla de deuterio e hidrógeno se proporciona en una atmósfera inerte.
- 25 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicha atmósfera comprende una cantidad de hidrógeno desde el 0,15 % en volumen hasta el 8 % en volumen.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de exponer la fibra óptica a dicha atmósfera se lleva a cabo a una temperatura desde 20 °C hasta 40 °C.
- 30 7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de exponer la fibra óptica a dicha atmósfera se lleva a cabo durante un tiempo t de 10 horas a 48 horas.
8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de preparación de la fibra óptica comprende las sub-etapas de estirar una fibra óptica a partir de una preforma y de pulir la fibra óptica.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8 en el que dicha preforma se obtiene por un procedimiento seleccionado de procedimiento de deposición axial de fase vapor (VAD), procedimiento de deposición de vapor externa (OVD), procedimiento de deposición de vapor químico modificado (MCVD), procedimiento de deposición de vapor químico de plasma (PCVD).
- 35 10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de analizar la atenuación de la fibra se lleva a cabo también a 1.310 nm y/o a 1.380 nm y/o a 1.550 nm.
- 40 11. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de medición de la atenuación espectral de la fibra se lleva a cabo desde 20 hasta 72 horas a partir del comienzo de la etapa de retirar la fibra óptica de la atmósfera.
12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de medir la atenuación espectral de la fibra antes de la exposición a la atmósfera que comprende una mezcla de deuterio y moléculas de hidrógeno comprende la etapa de evaluar la intensidad del pico de absorción a 630 nm.

13. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12 en el que la etapa de medición comprende la etapa de evaluar la intensidad de los picos de absorción seleccionados a partir de aquel a 1380 nm, aquel a 1240 nm o ambos.

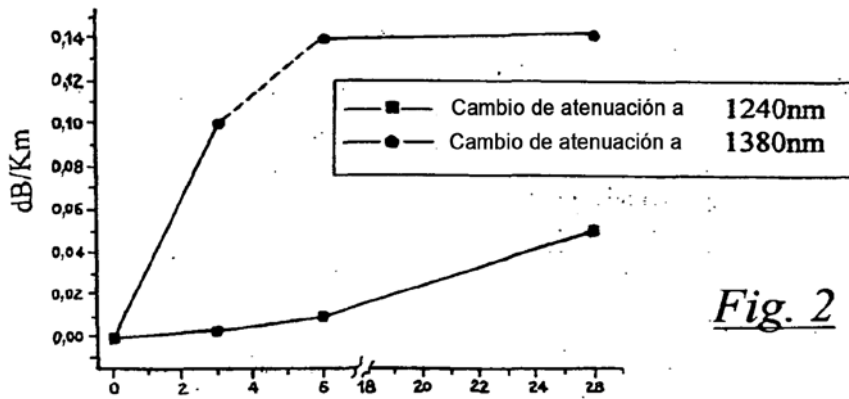
5 14. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la etapa de medir la atenuación espectral de la fibra se lleva a cabo en un plazo de 72 horas desde el final de la etapa de exposición.



*Fig. 1*

T1

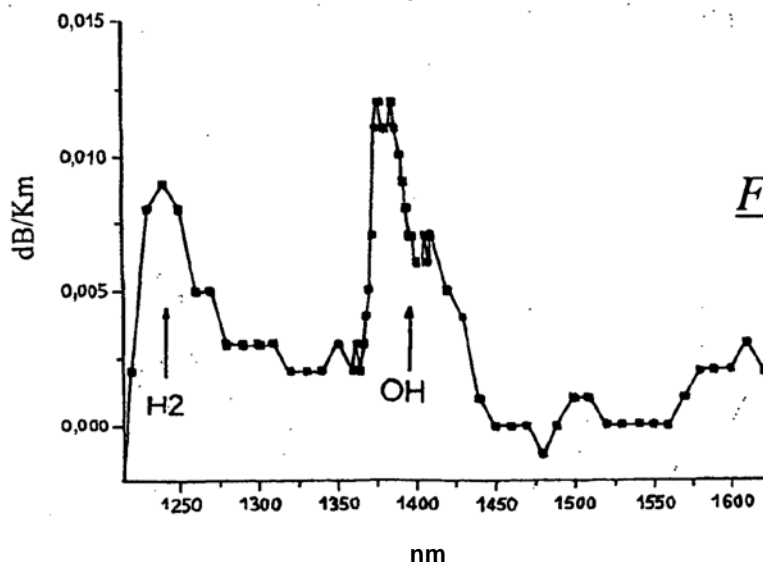
Tiempo después del comienzo de la saturación de impurezas (h)



*Fig. 2*

T2 ≡ T3

Tiempo después del comienzo de la saturación de impurezas (h)



*Fig. 3*