

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 819**

51 Int. Cl.:

C03B 37/012 (2006.01)

C03C 3/06 (2006.01)

C03C 13/04 (2006.01)

G02B 6/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.08.2013 PCT/IB2013/002235**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.02.2015 WO15022562**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.08.2013 E 13815562 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.10.2018 EP 3033308**

54 Título: **Preforma de fibra óptica y procedimiento para la fabricación dicha preforma de fibra óptica a partir de una preforma primaria**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.02.2019

73 Titular/es:

**DRAKA COMTEQ BV (100.0%)
De Boelelaan 7
1083 HJ Amsterdam, NL**

72 Inventor/es:

**GONNET, CÉDRIC;
PETITFRÈRE, EMMANUEL;
CALVO, LAURENT y
DELWAL, OLIVIER**

74 Agente/Representante:

ARPE FERNÁNDEZ, Manuel

ES 2 699 819 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

Preforma de fibra óptica y procedimiento para la fabricación dicha preforma de fibra óptica a partir de una preforma primaria

5

CAMPO DE LA INVENCION

[0001] El campo de la invención es el del diseño y fabricación de fibras ópticas.

10

[0002] La invención es aplicable a la fabricación de preformas de fibra óptica, en particular para la fabricación de fibras de modo único.

[0003] La invención se refiere a una preforma de fibra óptica y a un procedimiento para fabricar dicha preforma de fibra óptica a partir de una preforma primaria.

[0004] La invención se aplica particularmente a la técnica de fabricación de preforma de fibra óptica utilizando deposición externa asistida por plasma.

15

ANTECEDENTES TECNOLÓGICOS

[0005] De manera general, las etapas de fabricación de fibra óptica incluyen obtener una preforma primaria (o varilla de núcleo), sobre revestimiento de la preforma primaria para formar una preforma de fibra óptica y estirar la preforma de fibra óptica en una fibra.

20

[0006] Existen variedad de procedimientos actualmente usados para manufacturar preformas para la fabricación de fibras ópticas, como Deposición Axial en fase de Vapor (VAD) o Deposición de Vapor Químico (CVD) en el interior de un tubo de sustrato para obtener una preforma primaria, seguida de Deposición Externa en fase de vapor (OVD), Deposición en fase de Vapor asistida por Plasma (APVD), o el enfundado con tubos de vidrio para el sobre revestimiento.

25

[0007] En forma conocida, se puede obtener una preforma primaria por deposición química en fase de vapor de capas de vidrio de sílice dopadas y/ o sin dopar dentro de un tubo montado en un torno de trabajo de vidrio, y que es posterior a la deposición de vapor química sometida a una operación de colapso para formar una preforma primaria sólida (o barra de núcleo).

30

[0008] Sin embargo, es ventajoso agregar material, generalmente sílice natural o sintética, a la circunferencia exterior de la preforma primaria para aumentar su diámetro y así obtener, durante el estirado de la fibra, una fibra continua que tiene varios cientos de kilómetros de longitud. Esta operación de deposición también conocida como sobre revestimiento, u operación crecimiento, puede llevarse a cabo mediante deposición externa en fase de vapor o deposición en fase de vapor asistida por plasma.

35

[0009] El proceso de deposición en fase de vapor asistida por plasma consiste en depositar polvo de sílice a través de un soplete de plasma sobre la preforma primaria (es decir, una barra de núcleo de vidrio) y hacer crecer capa por capa de sílice. La preforma primaria tiene forma de barra y gira alrededor de un eje de rotación frente al soplete cuyo plasma es alimentado con granos de sílice. Los granos de sílice se funden por medio del soplete, luego se proyectan y vitrifican sobre la preforma primaria. El diámetro de la preforma obtenido después de la operación de deposición es una función del número de capas de sílice recubiertas sobre la preforma primaria.

40

[0010] La utilización de sílice natural como materia prima está llevando a algunos inconvenientes. De hecho, la sílice natural, incluso si se purifica en grados de extrema pureza, contiene aún algunas trazas de elementos alcalinos como litio (Li) o sodio (Na) en el nivel de partes por millón (ppm) o algunas trazas de aluminio (Al).

45

[0011] Si en la estructura de fibra de vidrio están presentes elementos alcalinos, su atenuación puede degradarse cuando se pone bajo una atmósfera que contiene hidrógeno (H₂). La sensibilidad de la fibra a la exposición al hidrógeno (H₂) se evalúa mediante pruebas de envejecimiento acelerado con alta temperatura (70° C, por ejemplo) y alta presión de hidrógeno (10 bar, por ejemplo) durante un corto periodo de tiempo (72 horas, por ejemplo). Estas pruebas permiten estimar el comportamiento de la fibra después de varias decenas de años de utilización en condiciones normales. Como resultado de la exposición al hidrógeno (H₂), aparecen impurezas químicas de Si-OH o Ge-OH en la estructura del vidrio.

50

[0012] Dichos enlaces son absorbentes a ciertas longitudes de onda, lo que aumenta las pérdidas de atenuación de la fibra óptica en dichas longitudes de onda.

[0013] Por metales alcalinos o elementos alcalinos, deben entenderse los metales del grupo I en la tabla periódica consistente en: litio (Li), sodio (Na), potasio (K), rubidio (Rb), cesio (Cs), francio (Fr).

55

[0014] Una solución conocida para disminuir la cantidad de elementos alcalinos presentes en las capas de sílice depositadas en la preforma primaria, como se describe en los documentos de patente de EE. UU. US 6.477.864 o US 6.269.633, consiste en purificar sílice natural introduciendo en el plasma (que es la sede de la reacción química) un compuesto de flúor (F) o de cloro (Cl) mezclado con un gas portador durante la etapa de sobre revestimiento de la preforma. El litio (Li) o el sodio (Na) contenido en los granos de sílice reacciona con el flúor o el compuesto de cloro, lo que provoca que los fluoruros NaF o LiF o los cloruros NaCl o LiCl se liberen en forma gaseosa. Los elementos de purificación utilizados pueden ser gas a base de SF₆ (flúor), gas a base de C₂F₆ (flúor), gas a base de Cl₂ (cloro).

60

[0015] El documento de patente EP 1700832 describe una preforma y un procedimiento para su fabricación de acuerdo con el preámbulo de las reivindicaciones 1 y 3. Dicho procedimiento se basa en depositar una composición de pre-sinterización purificada a base de sílice sobre una preforma de fibra, y opcionalmente comprende una etapa

65

de suministrar al plasma un compuesto de flúor o cloro mezclado con un gas portador para disminuir la cantidad de elementos alcalinos contenidos en la composición de pre-sinterización.

5 **[0016]** Mientras que una solución de este tipo permite reducir la concentración de litio (Li) o de sodio (Na) en la sílice depositada, sin embargo, no proporciona, para condiciones de funcionamiento dadas, suficientes propiedades de fibra estables entre diferentes lotes de producción de sílice natural utilizados para la deposición. Esto conduce a un problema de reproducibilidad operativa. Especialmente, para fibras ópticas de modo único obtenidas con esa técnica conocida, la atenuación medida a una longitud de onda de 1550 nm (es decir, la cantidad de luz perdida entre la entrada y la salida de la fibra) y durabilidad contra envejecimiento por hidrógeno pueden estar fuera del rango deseado (especificaciones). Una baja concentración de Li o de Na en la sílice depositada mejora la durabilidad contra el envejecimiento por hidrógeno pero degrada la atenuación de la fibra óptica. Por lo tanto, tal solución conocida no es óptima.

METAS DE LA INVENCION

15 **[0017]** La invención, en al menos una realización, está dirigida especialmente a superar estos inconvenientes diferentes de la técnica anterior.

[0018] Más específicamente, un objetivo de, al menos, una realización de la invención es proporcionar una preforma de fibra óptica que confiera a la fibra óptica obtenida a partir de dicha preforma (antes del estirado) una compensación adecuada de características ópticas.

20 **[0019]** Otro objetivo de, al menos, una realización de la invención es proporcionar una preforma de fibra óptica que garantice tanto una atenuación reducida de la fibra como una buena durabilidad frente al envejecimiento por hidrógeno.

[0020] Otro objetivo de al menos una realización de la invención es proporcionar una técnica para fabricar una preforma de fibra óptica que sea fácil de fabricar y poco coste.

25 **[0021]** Otro objetivo de, al menos una realización de la invención es proporcionar una técnica que garantice un mejor control del proceso de purificación de sílice natural y que garantice el cumplimiento de las especificaciones de fibra.

SUMARIO DE LA INVENCION

30 **[0022]** Una realización particular de la invención propone una preforma de fibra óptica que comprende una preforma primaria y al menos una capa de sobre revestimiento a base de sílice purificada que rodea dicha preforma primaria, conteniendo dicha, al menos una capa de sobre revestimiento a base de sílice purificada litio y aluminio, y una la relación entre concentración de litio [Li] y concentración de aluminio [Al] como se define en la reivindicación 1.

35 **[0023]** El principio general es proponer una preforma de fibra óptica que incluya una o varias capas de sobre revestimiento a base de sílice purificada que muestren una relación de purificación que ponga en juego tanto la concentración de litio como la concentración de aluminio. Una fibra óptica obtenida a partir de la preforma de fibra óptica de acuerdo con la invención ofrece una compensación adecuada de propiedades ópticas, particularmente entre la atenuación de la fibra y la durabilidad frente al envejecimiento por hidrógeno.

40 **[0024]** Este enfoque es tanto más sorprendente ya que, para el experto en la materia, el hecho de jugar con la concentración de aluminio no debería tener tanto impacto en las propiedades ópticas como se esperaba. Los inventores han descubierto que el aluminio y el litio (aunque no pertenecen a la misma familia de materiales) están estrechamente relacionados. Se ha observado que la atenuación de la fibra disminuye cuando la cantidad de litio en las capas superpuestas crece y la durabilidad contra el envejecimiento por hidrógeno es mejor con una contaminación de aluminio en lugar de una contaminación alcalina.

45 **[0025]** Aunque las soluciones de la técnica anterior esencialmente conducen a una reducción de la contaminación por elementos alcalinos en las capas de sobre revestimientos, la presente invención se basa en un enfoque completamente nuevo e inventivo que aprovecha una relación particular entre la concentración de litio y la concentración de aluminio, que no pertenece a los elementos alcalinos (grupo I en la tabla periódica).

50 **[0026]** Según la invención, la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 10.10^{-3}$$

55 **[0027]** De este modo, la atenuación de la fibra se reduce aún más manteniendo una buena durabilidad contra el envejecimiento por hidrógeno.

[0028] Según una característica particular, la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 6.10^{-3}$$

60 **[0029]** La atenuación de la fibra se reduce aún más al tiempo que se mantiene una buena durabilidad contra el envejecimiento por hidrógeno.

[0030] De acuerdo con otra realización particular, se propone un procedimiento para fabricar una preforma de fibra óptica a partir de una preforma primaria, que comprende las siguientes etapas:

- depositar, al menos, una capa de sobre revestimiento a base de sílice sobre la preforma primaria, inyectando un polvo de sílice natural en un plasma proporcionado por una fuente de plasma,

- inyectar, en el plasma, un gas purificador destinado a reaccionar con el litio,

estando caracterizado dicho procedimiento por que comprende además una etapa de ajuste de, al menos, un parámetro de inyección del gas purificador de tal manera que dicha, al menos, una capa de sobre revestimiento de sílice depositada sobre la preforma primaria tiene una relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] como se define en la reivindicación 3.

[0031] De este modo, durante la etapa de deposición de la sílice natural sobre la preforma primaria, se ajusta al menos un parámetro de inyección del gas purificador para obtener una preforma de fibra óptica purificada que proporciona propiedades de fibra óptica estables, independientemente de los lotes de sílice natural utilizados para la deposición.

[0032] La contaminación con litio conduce a una disminución de la atenuación de la fibra, mientras que la contaminación con aluminio mejora la durabilidad frente al envejecimiento por hidrógeno. Por lo tanto, al contrario de los procedimientos de la técnica anterior, el procedimiento de acuerdo con la invención garantiza una mejor reproducibilidad y asegura una buena compensación entre la atenuación de la fibra y la durabilidad frente a envejecimiento por hidrógeno.

[0033] Según la invención, la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 10.10^{-3}$$

[0034] De acuerdo con una característica particular, la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 6.10^{-3}$$

[0035] De acuerdo con una característica particular, el procedimiento comprende además una etapa de control de la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] en dicha, al menos, una capa de sobre revestimiento a base de sílice depositada sobre la preforma primaria, dicha etapa de ajustar al menos un parámetro de inyección del gas purificador, se lleva a cabo en función del resultado de dicha etapa de control.

[0036] Esta etapa de control puede llevarse a cabo por medio de un sensor de medición, por ejemplo, capaz de medir en tiempo real la concentración de elementos alcalinos contenidos en las capas de sílice depositadas en la preforma primaria.

[0037] De acuerdo con una característica particular, el procedimiento comprende además una etapa de inyectar en el plasma una cantidad de litio ajustada en función del resultado de dicha etapa de control.

[0038] La contaminación de litio conduce a disminuir la atenuación de la fibra. La cantidad de litio se puede ajustar por medio de una inyección controlada del gas purificador en el plasma (por ejemplo, en función del caudal del gas purificador) de modo que la relación satisfaga al menos una de las desigualdades mencionadas anteriormente. Esto se puede lograr por medio de un conducto de inyección adicional dedicado o una adición de litio en la sílice en bruto.

[0039] De acuerdo con una característica particular, el procedimiento comprende además una etapa de inyectar en el plasma una cantidad de aluminio ajustada en función del resultado de dicha etapa de control.

[0040] El hecho de jugar con la concentración de aluminio en relación con la concentración de litio conduce a un mejor control de las características ópticas de las fibras fabricadas. La contaminación del aluminio mejora la durabilidad frente al envejecimiento por hidrógeno.

[0041] De acuerdo con una característica particular, dicho al menos un parámetro de inyección del gas purificador comprende un caudal del gas purificador.

[0042] Ello es una forma fácil y efectiva de satisfacer al menos una de las inecuaciones mencionadas anteriormente.

[0043] Ventajosamente, dicho caudal de gas purificador se establece entre 0 y 5000 centímetros cúbicos normalizados por minuto y más particularmente entre 0 y 800 centímetros cúbicos normalizados por minuto.

[0044] Según una característica particular, dicho gas purificador pertenece al grupo que comprende: SF₆, C₂F₆, Cl₂, CF₄, NF₃, CF₃Cl, C₂Cl₃CF₃.

[0045] Cabe señalar que esta lista no es exhaustiva.

LISTA DE FIGURAS

[0046] Otras características y ventajas de las realizaciones de la invención resultaran a partir de la siguiente descripción, dada a modo de ejemplo indicativo y no exhaustivo, y de los dibujos adjuntos, en los cuales:

- La figura 1 proporciona una ilustración esquemática de un ejemplo de una preforma de fibra óptica que se ha fabricado en aplicación de la invención;

- La figura 2 proporciona un esquema que ilustra la ejecución de un procedimiento para fabricar una preforma de fibra óptica de acuerdo con una realización particular de la invención;
- La figura 3 representa gráficamente un rendimiento de purificación para elementos alcalinos en función del caudal del compuesto purificador;
- 5 - La figura 4 muestra gráficamente el envejecimiento a una longitud de onda de 1385 nm de una fibra óptica después de haber sido expuesta a una presión de 10 bar de hidrógeno puro durante 72 horas y a una temperatura de 70° C, en función de la relación [Li]/[Al] en un material sobre revestido para fibra de modo único G652d.

10 DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0047] En todas las figuras del presente documento, los elementos y etapas idénticos están designados por el mismo signo de referencia numérico.

15 **[0048]** Con referencia a la figura 1, se puede ver un ejemplo de una preforma de fibra óptica 20 que se ha sido sobre revestida aplicando la invención. La preforma de fibra óptica 20 ilustrada aquí está lista para ser estirada en una fibra.

20 **[0049]** La preforma de fibra óptica 20 comprende una preforma primaria 21 de forma de barra y una capa de sobre revestimiento 22 que rodea dicha preforma primaria 21. La capa de sobre revestimiento 22 es una capa purificada a base de sílice obtenida mediante un procedimiento de purificación de sílice sintética o natural llevado a cabo durante la operación de deposición de sílice sobre la preforma primaria 21. El principio de tal procedimiento se explica con mayor detalle a continuación en relación con la figura 2.

25 **[0050]** La operación de deposición, también conocida como operación de sobre revestimiento, sirve para aumentar el diámetro de la preforma primaria 21, para permitir estirar, a partir de la misma, una fibra que tenga varios cientos de kilómetros de longitud. La preforma de fibra óptica 20 puede comprender una o varias capas de sobre revestimientos 22 (ilustradas en líneas discontinuas en la figura 1).

30 **[0051]** El procedimiento de purificación de sílice de acuerdo con la invención hace posible depositar una o más capas de sílice que contienen una cantidad optimizada de impurezas (donde la técnica anterior solo apunta a minimizar las cantidades de elementos alcalinos), para conferir a la fibra óptica futura una compensación adecuada entre la atenuación de fibra y buena durabilidad contra envejecimiento por hidrógeno.

35 **[0052]** La preforma de fibra óptica 20 de acuerdo con la invención comprende una capa de sobre revestimiento 22 a base de sílice purificada que tiene una relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] comprendida entre $1 \cdot 10^{-3}$ y $20 \cdot 10^{-3}$. Las concentraciones se expresan en peso como ppm. Por ejemplo, la capa de sobre revestimiento 22 a base de sílice purificada exhibe una relación de purificación entre concentración de litio y la concentración de aluminio de aproximadamente $5 \cdot 10^{-3}$.

40 **[0053]** Los inventores han descubierto que, depositando capas 22 de sobre revestimiento a base de sílice que muestran una relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] que está comprendida entre $1 \cdot 10^{-3}$ y $20 \cdot 10^{-3}$, más particularmente entre $4 \cdot 10^{-3}$ y $10 \cdot 10^{-3}$, y aún más particularmente entre $4 \cdot 10^{-3}$ y $6 \cdot 10^{-3}$, la preforma de fibra óptica así obtenida permite que la futura fibra (después del estirado) muestre una buena compensación entre la atenuación en la longitud de onda de 1550 nm y la durabilidad contra envejecimiento por hidrógeno y por lo tanto cumplir con las especificaciones de fibra requeridas.

45 **[0054]** Con referencia a la figura 2, se puede ver un ejemplo de ejecución del procedimiento de fabricación de acuerdo con la invención. El procedimiento tiene por objetivo fabricar una preforma de fibra óptica 20 a partir de una preforma primaria 21.

50 **[0055]** El procedimiento comprende una etapa de depósito sobre la preforma primaria 21 de varias capas 22 de sobre revestimiento a base de sílice. Esta etapa consiste en inyectar un polvo de sílice natural o sintética 11 en un plasma 4 proporcionado por un soplete de plasma 3. La preforma primaria 21 se extiende a lo largo de un eje longitudinal (referenciado como L) y se hace girar alrededor de dicho eje longitudinal L en la dirección indicada por la flecha 7. La preforma se desplaza según un movimiento de vaivén a lo largo de dicho eje longitudinal frente al plasma de la fuente 3 que proporciona el plasma 4 delante de la preforma primaria 21 sustancialmente perpendicular a dicho eje longitudinal L. La etapa de depósito se lleva a cabo por medio de un conducto de inyección 9 que entrega granos de sílice 11 al plasma 4. Estos granos son el resultado, por ejemplo, de moler bloques gruesos de cuarzo natural o de la extracción de grano de cuarzo de piedra de granito utilizando el proceso de purificación adecuado. La inyección se realiza aquí simplemente por gravedad. Una válvula (no mostrada) coopera con el conducto de inyección 9 para permitir ajustar el caudal de inyección.

55 **[0056]** El procedimiento comprende además una etapa de purificación de la sílice depositada sobre la preforma primaria 21. Consiste en inyectar, en el plasma 4, un gas purificador 15 conteniendo un elemento de flúor o de cloro para neutralizar los elementos alcalinos contenidos en el polvo de sílice que se deposita sobre la preforma primaria 21. Esta etapa se lleva a cabo por medio de un conducto de inyección 13 que suministra el plasma con el gas purificador 15. El gas purificador 15 es, por ejemplo, hexafluoruro de azufre SF₆.

60 **[0057]** Las etapas de deposición y purificación se llevan a cabo cuando la preforma primaria 21 está girando y moviéndose frente a la columna de plasma.

[0058] El procedimiento comprende además una etapa de ajuste del flujo de gas purificador de manera que la capa 22 de sobre revestimiento a base de sílice que se deposita sobre la preforma primaria 21 tenga una relación entre concentración de litio [Li] y concentración de aluminio [Al] determinada.

65 **[0059]** En el presente ejemplo, la capa 2 de sobre revestimiento a base de sílice purificada presenta una relación de purificación de aproximadamente $5 \cdot 10^{-3}$.

[0060] Una válvula (no mostrada) está conectada a una alimentación de gas (no mostrada) que coopera con el conducto de inyección 13 para ajustar el caudal de gas purificador. Lo que define el caudal de flúor SF₆.

[0061] A modo de ejemplo, el caudal de sílice se establece entre 0,5 y 6 kg/hora, con un tamaño medio de grano de entre 50 y 400 μm. La potencia de plasma se establece entre 60 y 140 KW. El caudal de SF₆ se establece entre 0 y 1000 sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto). La barra central se desplaza a una velocidad de 5 a 80 mm/min frente a la llama de plasma.

[0062] En el plasma, se producen las reacciones químicas entre los granos de sílice y el flúor SF₆. La temperatura del plasma se encuentra en el rango de 5.000° C a 10.000 ° C, lo que hace que los granos de sílice se fundan.

[0063] El flúor SF₆ reacciona con los elementos alcalinos que están presentes en la sílice natural para neutralizarlos de manera que las capas superpuestas cumplan con los criterios anteriores.

[0064] Para una temperatura de reacción dada y un caudal de sílice dado, el caudal de SF₆ se puede ajustar para obtener la concentración deseada de litio y aluminio en las capas de sobre revestimiento (es decir, después de la purificación), que depende del contenido de litio y aluminio contenido en el lote de sílice en bruto (es decir antes de la purificación).

[0065] Es posible ajustar uno de estos parámetros de inyección de gas purificador o una combinación de estos parámetros para satisfacer la inecuación (1) mencionada anteriormente.

[0066] La contaminación del sobre revestimiento en elementos alcalinos puede expresarse por $[\text{álcali}]_{\text{después de purificación}} = \alpha \cdot [\text{álcali}]_{\text{antes de purificación}}$, siendo α un parámetro que es función de la velocidad de flujo del gas purificador.

[0067] La figura 3 representa gráficamente el rendimiento de purificación $(1 - [\text{álcali}]_{\text{después purificación}}) / [\text{álcali}]_{\text{antes purificación}}$ en función del caudal de SF₆, para condiciones de APVD (deposición en fase de vapor asistida por plasma) dadas.

[0068] La curva muestra que, cuando el caudal de SF₆ se elige entre 0 y 800 sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto), el rendimiento de purificación varía entre el 0% y el 85%. La contaminación de litio en el revestimiento de la preforma se puede establecer en el objetivo requerido eligiendo el flujo correcto. Más generalmente, el caudal de SF₆ se puede establecer entre 0 y 5000 sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto).

	Al (ppm)	Li (ppm)	Caudal de gas (sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto))	[Li]/[Al] en sobre revestimiento	Atenuación a 1550 nm (dB/km)	Envejecimiento* (dB/km)
Ensayo 1	14	0,4	800	0,004	0,194	0,30
Ensayo 2	14	0,4	200	0,008	0,190	0,43
Ensayo 3	7	0,2	250	0,007	0,190	0,40
Ensayo 4	7	0,04	800	0,003	0,200	0,26

*Envejecimiento medido a una longitud de onda de 1385 nm, temperatura 70° C, durante 72H a una presión de 10 bar

[0069] La figura 4 muestra el envejecimiento a una longitud de onda de 1385 nm medida después de una exposición de una fibra óptica a una presión de 10 bar de hidrógeno puro durante 72 horas y a una temperatura de 70° C, en función de la relación [Li] / [Al] en el material de sobre revestimiento para la fibra de modo único G652d.

[0070] A partir de esa tabla, debe observarse que los rangos reivindicados de relación de purificación garantizan una buena compensación entre atenuación y envejecimiento por hidrógeno. De hecho, si la relación se elige entre 0,004 y 0,010, entonces la atenuación a una longitud de onda de 1550 nm, para el tipo de preforma G652d con configuración de estirado habitual, es inferior a 0,19 dB/km mientras se mantiene una resistencia razonable de las fibras cuando se exponen a una atmósfera de hidrógeno (entre 0,2 y 0,6). La degradación a una presión de 10 bar de hidrógeno puro y una temperatura de 70° C, no excederá de 0,6 dB/km a 1385 nm.

[0071] Si la relación se elige entre 0,004 y 0,010, la atenuación en longitudes de onda de 1310 nm y 1550 nm, para el tipo de preforma G652d con configuración de estirado habitual, es inferior a 0,32 y 0,19 dB/km respectivamente, manteniendo un razonable valor de resistencia de las fibras cuando se exponen a una atmósfera de hidrógeno. La degradación a una presión de 10 bar de hidrógeno puro a una temperatura de 70° C no superará los 0,6 dB / km a 1385 nm después de 72 horas.

[0072] En una variante de realización, la cantidad de aluminio se puede ajustar en la deposición previa de sílice natural sin tratar, utilizando un procedimiento adecuado, para satisfacer el rango objetivo de concentraciones de litio y aluminio. Esta variante es de particular interés en el caso de sílice altamente contaminada que no se puede purificar a las purezas satisfactorias durante la etapa de sobre revestimiento. En esta variante también se podría usar un gas purificador inyectado en el plasma a través del conducto 13.

[0073] Según una realización particular, el procedimiento comprende además una etapa de control de la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] en tiempo real de las capas 22 de sobre revestimiento a base de sílice depositadas sobre la preforma primaria 21. Luego, la etapa de ajuste de los parámetros de inyección de gas portador se realiza en función del resultado de dicha etapa de control.

[0074] Aunque la presente revelación se ha descrito con referencia a uno o más ejemplos, los expertos en la técnica reconocerán que se pueden realizar cambios en la forma y en los detalles sin apartarse del alcance de la revelación y/o las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Preforma de fibra óptica (20) que comprende una preforma primaria (21) y al menos una capa de sobre revestimiento a base de sílice purificada (22) que rodea a dicha preforma primaria (21), comprendiendo dicha al menos, una capa de sobre revestimiento a base de sílice purificada (22) que comprende litio y aluminio, caracterizada porque dicha al menos una capa (22) de sobre revestimiento a base de sílice purificada presenta una relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] que satisface la siguiente desigualdad: en donde las concentraciones se expresan en ppm en peso

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 10.10^{-3}$$

2. Preforma de fibra óptica según la reivindicación 1, en la que la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 6.10^{-3}$$

3. Procedimiento para fabricar una preforma de fibra óptica (20) a partir de una preforma primaria (21), que comprende las siguientes etapas:

- depositar al menos una capa de sobre revestimiento a base de sílice (22) sobre la preforma primaria mediante la inyección de un polvo de sílice natural (11) en un plasma (4) proporcionado por una fuente de plasma,
- inyectar, en el plasma (4), un gas purificador (15) destinado a reaccionar con el litio, caracterizado dicho procedimiento por que comprende además una etapa de ajuste de, al menos un parámetro de inyección de gas purificador de tal manera que dicha al menos una capa de sobre revestimiento (22) a base de sílice depositada sobre la preforma primaria (21) comprende litio y aluminio con una relación entre concentración de litio [Li] y concentración de aluminio [Al] que satisface la siguiente desigualdad: en donde las concentraciones se expresan en ppm en peso

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 10.10^{-3}$$

4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que la relación entre la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] satisface la siguiente desigualdad:

$$4.10^{-3} \leq \frac{[Li]}{[Al]} \leq 6.10^{-3}$$

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3 y 4, en el que comprende además una etapa de control de la concentración de litio [Li] y la concentración de aluminio [Al] en dicha al menos una capa (22) de sobre revestimiento a base de sílice depositada sobre la preforma primaria (21), y en el que dicha etapa de ajuste de, al menos, un parámetro de inyección de gas purificador se lleva a cabo en función del resultado de dicha etapa de control.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que comprende además una etapa de inyectar en el plasma (4) una cantidad de litio ajustada en función del resultado de dicha etapa de control.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que comprende además una etapa de inyectar en el plasma (4) una cantidad de aluminio ajustada en función del resultado de dicha etapa de control.

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 7, en el que dicho al menos un parámetro de inyección de gas purificador comprende un caudal de gas purificador.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que dicho caudal de gas purificador se establece entre 0 y 5000 sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto), y más particularmente entre 0 y 800 sccm (centímetros cúbicos normalizados por minuto).

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 9, en el que dicho gas purificador (15) pertenece al grupo que comprende: SF₆, C₂F₆, Cl₂, CF₄, NF₃, CF₃Cl, C₂Cl₃CF₃.

11. Procedimiento para fabricar una fibra óptica, que comprende:

- obtención de una preforma primaria;
- fabricar una preforma de fibra óptica (20) a partir de dicha preforma primaria (21), según el procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 3 a 10;
- estirar dicha preforma de fibra óptica (20) en una fibra óptica.

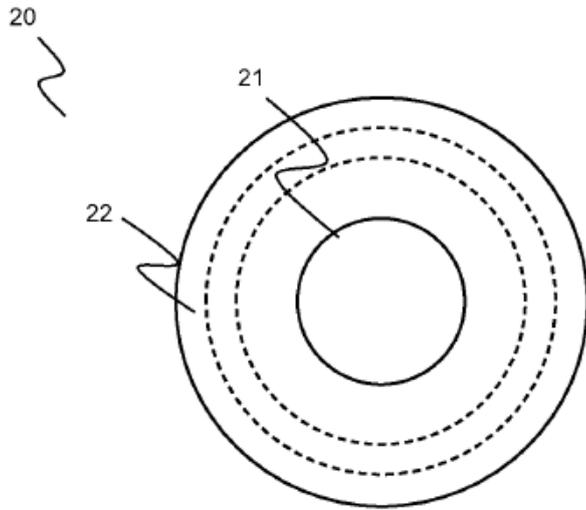


Figura 1

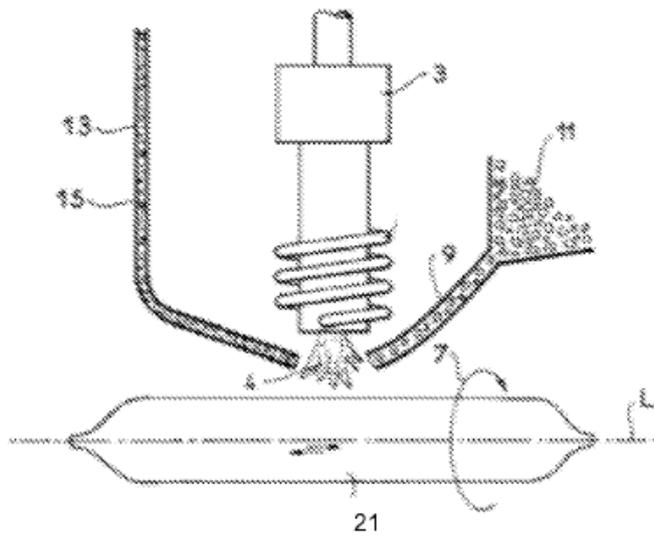


Figura 2

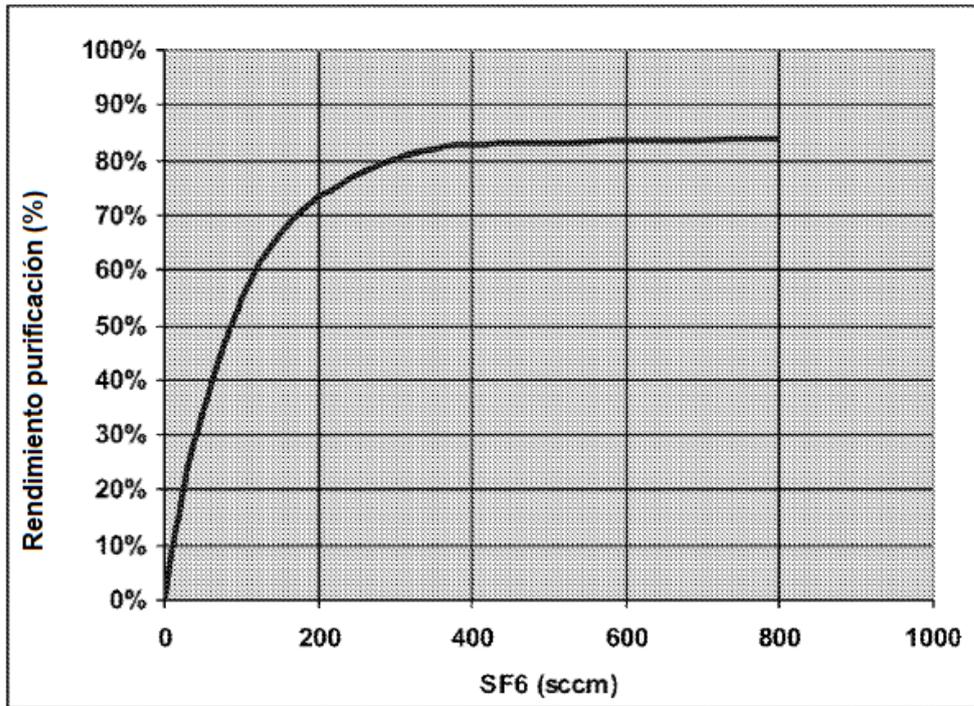


Figura 3

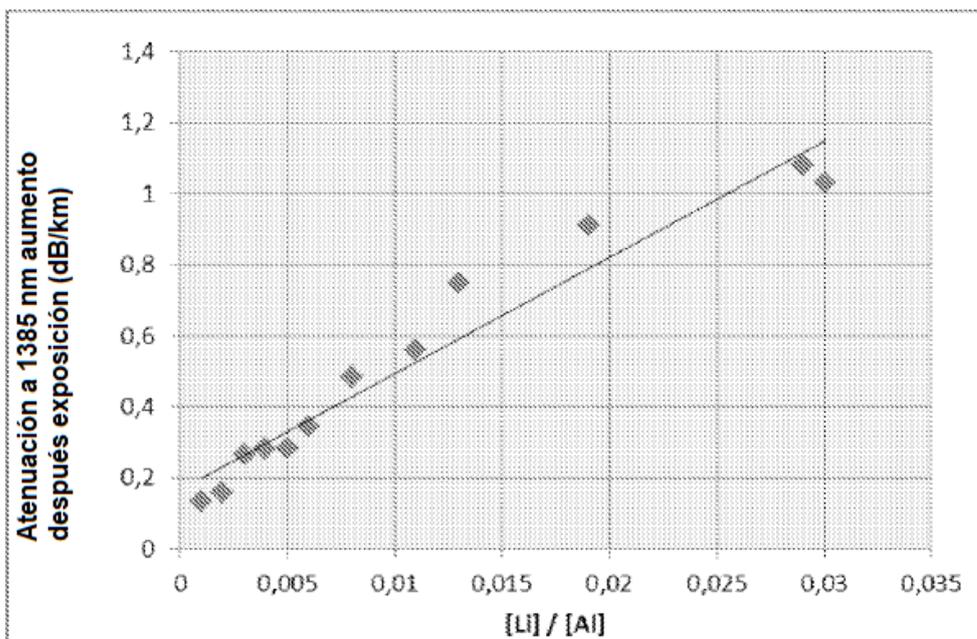


Figura 4

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 La lista de referencias citada por el solicitante lo es solamente para utilidad del lector, no formando parte de los documentos de patente europeos. Aún cuando las referencias han sido cuidadosamente recopiladas, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP rechaza toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patente citados en la descripción

- US 6477864 B [0014]
- US 6269633 B [0014]
- EP 1700832 A [0015]

10