

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 426 729**

51 Int. Cl.:

**C03B 37/018** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.04.2011 E 11161434 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 2377824**

54 Título: **Proceso de deposición en fase de vapor interna**

30 Prioridad:

**13.04.2010 NL 2004544**

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

**24.10.2013**

73 Titular/es:

**DRAKA COMTEQ B.V. (100.0%)  
De Boelelaan 7  
1083 HJ Amsterdam, NL**

72 Inventor/es:

**MILICEVIC, IGOR;  
VAN STRALEN, MATTHEUS JACOBUS  
NICOLAAS;  
HARTSUIKER, JOHANNES ANTOON y  
ALDEA, EUGEN**

74 Agente/Representante:

**ARPE FERNÁNDEZ, Manuel**

**ES 2 426 729 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

Proceso de deposición en fase de vapor interna

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, que comprende las etapas de:
- 10 i) proporcionar un tubo de sustrato de vidrio hueco que tiene un lado de suministro y un lado de descarga,  
 ii) rodear mediante un horno, al menos, una parte del tubo de sustrato de vidrio hueco,  
 10 iii) suministrar gases de formación de vidrio dopados o sin dopar en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco a través del lado suministro del mismo,  
 iv) crear una zona de reacción en la que son creadas condiciones de tal manera que la deposición de vidrio se llevarán a cabo en el interior del tubo de vidrio hueco y  
 15 v) desplazar la zona de reacción en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato de vidrio hueco entre un punto de inversión situado próximo al lado de suministro y un punto de inversión situado próximo al lado de descarga del tubo de sustrato de vidrio hueco, en el que, durante, al menos, parte de la etapa v), el flujo de gas comprende una primera concentración de compuesto conteniendo flúor cuando la zona de reacción se desplaza en la dirección del lado de descarga.
- 20 **[0002]** La presente invención se refiere además a un procedimiento para la fabricación de una preforma final para fibras ópticas.
- [0003]** La presente invención se refiere además a un procedimiento para la fabricación de una fibra óptica.
- [0004]** Un procedimiento tal es conocido per se a partir de la solicitud de patente EE.UU. US 2005/0000253. Más en particular, dicha solicitud de patente describe un proceso de deposición en fase de vapor interna de acuerdo con la tecnología PCVD, en el que un tubo de sustrato de vidrio está parcial o totalmente rodeada por una cavidad resonante a lo largo de su eje cilíndrico, y en el que una mezcla de gas que comprende O<sub>2</sub>, SiCl<sub>4</sub>, GeCl<sub>4</sub> es suministrada al tubo de sustrato. En dicha cavidad resonante se produce un plasma local, causando una reacción entre los componentes de la mezcla de gas en el interior del tubo de sustrato, formando SiO<sub>x</sub> principalmente dopado con germanio. La cavidad resonante se mueve en vaivén a lo largo del eje cilíndrico del tubo de sustrato, de modo que dicho tubo es recubierto internamente con capas de vidrio. Dicha solicitud de patente EE.UU., describe además la posibilidad de añadir freón (C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>) a la mezcla de gas, para así reducir la formación de grupos hidroxilo en el cristal depositado.
- 25 **[0005]** El documento JP 56-104735 se refiere a un procedimiento para fabricar una preforma para fibras ópticas para rayos infrarrojos.
- 35 **[0006]** El documento US 2009/0004404 se refiere a un método para fabricar una preforma para fibras ópticas por un proceso de deposición interna.
- [0007]** El documento US 2005/0081566 se refiere a un método para la fabricación de una preforma en forma de varilla, en cuyo método al final del proceso de deposición de la cantidad de compuesto de flúor que se suministra al interior del tubo de sustrato se aumenta en un valor de, al menos, el 10%.
- 40 **[0008]** Una fibra óptica consta de un núcleo y una capa exterior que rodea dicho núcleo, cuya capa externa también se denomina como "revestimiento".
- [0009]** El núcleo de una fibra óptica puede estar hecho de una o más capas concéntricas diferentes, dependiendo de las propiedades ópticas requeridas. Al menos una parte del núcleo generalmente tiene un índice de refracción más alto que el revestimiento, por lo que la luz puede ser transportada a través de la fibra óptica, principalmente a través del núcleo de la misma.
- 45 **[0010]** Para una fibra óptica de vidrio, el índice de refracción más alto del núcleo se puede obtener mediante el dopado del vidrio del núcleo con un dopante de aumento del índice de refracción, tal como germanio, por ejemplo. En el cristal, el germanio está presente principalmente como GeO<sub>2</sub>. También es posible dopar el núcleo con dopante para aumento del índice de refracción de aumento de dopante, así como con un dopante para disminución del índice de refracción, en cuyo caso las proporciones relativas de dichos dopantes se establecen de manera que se obtiene el índice de refracción requerido. En particular se utiliza el flúor como dopante para disminución del índice de de refracción.
- 50 **[0011]** Durante el transporte de la luz a través de la fibra óptica, varios factores hacen disminuir la intensidad de la señal (capacidad óptica). Dicha disminución se conoce como "atenuación" y se expresa por un coeficiente de atenuación en dB/km.
- 55 **[0012]** Una primera causa de la atenuación es la denominada dispersión de Rayleigh, que depende en particular de la cantidad y el tipo de agentes de dopado en el núcleo de la fibra óptica. Debido a dicha dispersión de Rayleigh, una

señal de luz que es transportada a través de una fibra óptica que comprende una cantidad relativamente alta de dopante de germanio en el núcleo, será atenuada con mayor intensidad que una señal de luz que es transportada a través de una fibra óptica que comprenda una cantidad relativamente baja de dopante de germanio.

- 5 **[0013]** El grado en el que la dispersión de Rayleigh tiene lugar, además, depende de la longitud de onda. Más particularmente, el grado de dispersión de Rayleigh es proporcional a  $\lambda^{-4}$ , en donde  $\lambda$  es la longitud de onda. La dispersión de Rayleigh causada por el dopado con germanio es, además, varias veces mayor que la dispersión de Rayleigh causada por el dopado con flúor.
- 10 **[0014]** Una segunda causa de la atenuación es la presencia de impurezas en el vidrio, cuyas impurezas absorben luz para una o más longitudes de onda específicas. En particular, la presencia de grupos hidroxilo, presentes principalmente como SiOH o GeOH en la fibra óptica, es importante, porque al menos una longitud de onda de absorción está comprendida en la gama de longitud de onda en la que se utilizan las fibras ópticas, en particular, fibras ópticas de modo único. Más en particular, se observa un pico de absorción para una longitud de onda de aproximadamente 1.385 nm. Dicho pico de absorción también se conoce como pico de agua o atenuación de agua.
- 15 **[0015]** La longitud máxima sobre la cual una señal óptica puede ser transportado por una fibra óptica sin ser amplificada depende y está limitada por, entre otros factores, el grado en que la señal óptica es atenuada.
- [0016]** En consecuencia, existe una necesidad de fibras ópticas en las que se minimice la cantidad de impurezas, en particular, grupos hidroxilo.
- [0017]** Además hay una necesidad de fibras ópticas en las que se minimice la atenuación causada por la dispersión de Rayleigh.
- 20 **[0018]** Es un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, en el que es posible influir en la cantidad de grupos hidroxilo que se incorporan durante el proceso de deposición en fase de vapor.
- [0019]** Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, en el que la fibra óptica fabricada a partir de la preforma primaria exhiba menos atenuación para una longitud de onda de 1.385 nm, y en el que la dispersión de Rayleigh no se ve afectada adversamente.
- 25 **[0020]** Aún otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, en el que la fibra óptica fabricada a partir de la preforma primaria exhiba menos dispersión de Rayleigh y en el que la atenuación para una longitud de onda de 1.385 nm, no se ve afectada adversamente.
- 30 **[0021]** Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, en el que es posible influir en la incorporación de grupos hidroxilo en el vidrio depositado como una función de la posición en la dirección longitudinal del tubo de sustrato de vidrio hueco.
- 35 **[0022]** La presente invención como se describió en la introducción se caracteriza porque el flujo de gas comprende una segunda concentración del compuesto conteniendo flúor con el movimiento de la zona de reacción en la dirección del lado de suministro siguiendo el movimiento del mismo en la dirección del lado de descarga, en el que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor es diferente de la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor durante, al menos, parte de la etapa v).
- 40 **[0023]** Los presentes inventores han encontrado sorprendentemente que, además de la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas, también la dirección del desplazamiento de la zona de reacción durante el proceso de deposición en fase de vapor interna tiene una influencia sobre el grado en que el compuesto conteniendo flúor influye en el número de grupos hidroxilo en el vidrio depositado.
- 45 **[0024]** Más particularmente, los inventores han encontrado que, usando un procedimiento de la técnica anterior, es decir, utilizando unas primera y segunda concentraciones idénticas de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas, el número de grupos hidroxilo en el vidrio depositado se reduce más intensamente cuando la zona de reacción se desplaza en la dirección del lado de descarga que cuando dicha zona se desplaza en la dirección del lado de suministro. Se supone por lo tanto que hay una diferencia en el grado de eficiencia con el que el compuesto conteniendo flúor reduce la formación de grupos hidroxilo en el vidrio depositado.
- 50 **[0025]** Los presentes inventores han encontrado, además, que la variación en la cantidad de grupos hidroxilo incorporados en el vidrio depositado se diferencia como una función de la posición en la dirección longitudinal del tubo de sustrato de vidrio hueco. Más particularmente, se observó que la cantidad de grupos hidroxilo varía de alta cerca del lado de suministro a baja cerca del lado de descarga en la realización en la que el compuesto conteniendo flúor sólo se añade cuando la zona de reacción se está desplazando en la dirección del lado de descarga.

**[0026]** Se observó, además, que la cantidad de grupos hidroxilo varía de baja cerca del lado de suministro a alta cerca del lado de descarga en la realización en la que el compuesto conteniendo flúor sólo se añade cuando la zona de reacción se está desplazando en la dirección del lado de suministro.

5 **[0027]** La utilización de un método de la técnica anterior, es decir, usando idénticas concentraciones de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas, los presentes inventores fueron incapaces de observar diferencia alguna entre la cantidad de flúor que está siendo incorporada como dopante en el vidrio depositado tras el movimiento de la zona de reacción en la dirección del lado de descarga y la cantidad de flúor que se incorpora en el vidrio depositado como dopante al producirse el desplazamiento de la zona de reacción en la dirección del lado de suministro.

10 **[0028]** Estas observaciones han llevado a la presente invención, que hace que sea posible reducir la cantidad de flúor que se incorpora en el vidrio depositado, sin que esto tenga un efecto adverso sobre la cantidad de grupos hidroxilo en el cristal depositado. Más en particular, es posible, usando una cantidad inalterada de grupos hidroxilo, obtener una cantidad reducida de dopante de flúor en el cristal depositado, haciendo uso de la diferencia en la eficiencia con la que el compuesto conteniendo flúor reduce la formación de grupos hidroxilo en el cristal depositado.

15 **[0029]** Una cantidad reducida de dopante de flúor en el vidrio depositado, resulta en una menor disminución del índice de refracción del vidrio depositado. Por lo tanto se hace posible reducir la cantidad de dopante que aumenta el índice de refracción, tal como el germanio, que se necesita para obtener un índice de refracción requerido. Esto hace que sea posible para reducir la dispersión de Rayleigh, y por lo tanto la atenuación de una señal óptica en la fibra óptica.

20 **[0030]** Además, las observaciones antes mencionadas han dado lugar a la percepción de que la presente invención hace que sea posible para reducir la cantidad total de grupos hidroxilo en el cristal depositado sin que esto tenga un efecto adverso en la atenuación de una señal óptica en una fibra óptica final causada por dispersión de Rayleigh. Más en particular, los presentes inventores se han dado cuenta de que es posible, proporcionar una dispersión de Rayleigh constante, para reducir el pico de agua, es decir, la atenuación para una longitud de onda de 1.385 nm.

25 **[0031]** Por último, los presentes inventores se han dado cuenta que la presente invención hace que sea posible influir en la variación de la cantidad de grupos hidroxilo en el vidrio depositado a lo largo de la longitud de la preforma primaria.

**[0032]** Así, uno o más de los objetos anteriores se alcanzan mediante la ejecución de la invención.

30 **[0033]** En una forma de realización preferida, la primera concentración de compuesto conteniendo flúor es superior a la segunda concentración del compuesto conteniendo flúor. Los presentes inventores han encontrado que en tal forma de realización se reduce más intensamente el número de grupos hidroxilo incorporados en comparación con una forma de realización en la que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor es menor que la segunda concentración.

35 **[0034]** En una forma de realización específica, dichas primera y dicha segunda concentraciones de compuesto conteniendo flúor se ajustan de modo que la cantidad total de compuesto conteniendo flúor que se suministra al tubo de sustrato de vidrio hueco durante una por así decir carrera sigue siendo la misma en comparación con un método de la técnica anterior, en el que la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas es la misma para ambas direcciones de desplazamiento de la zona de reacción. El término "carrera" ha de entenderse que significa el desplazamiento en vaivén de la zona de reacción, empezando desde y terminando en el punto de inversión próximo al lado de suministro.

40 **[0035]** Utilizando una cantidad total inalterable, de compuesto conteniendo flúor durante una carrera, ninguna influencia perceptible se puede observar en el índice de refracción del vidrio depositado, pero la cantidad de grupos hidroxilo en el vidrio depositado no obstante, se reduce.

45 **[0036]** En otra forma de realización preferida, el compuesto conteniendo flúor está exento de átomos de hidrógeno y se selecciona preferiblemente del grupo consistente en los compuestos  $CF_4$ ,  $C_2F_6$ ,  $C_4F_8$ ,  $CCl_2F_2$ ,  $SiF_4$ ,  $Si_2F_6$ ,  $SF_6$ ,  $NF_3$ ,  $F_2$  o una mezcla de dos o más de estos compuestos. En una forma de realización específica, el compuesto conteniendo flúor es  $C_2F_6$  o  $C_4F_8$  o una mezcla de los mismos.

50 **[0037]** En una realización preferida, el flujo de gas comprende además, al menos, un dopante seleccionado entre el grupo consistente en germanio, nitrógeno, boro, titanio, fósforo y aluminio. Entonces se incorpora en el vidrio, dicho dopante que aumenta el índice de refracción. En consecuencia el efecto de disminución del índice de refracción del flúor puede ser compensado por la presencia de uno o más de los anteriores dopantes para aumento del índice de refracción.

**[0038]** El germanio estará principalmente presente en el vidrio depositado como  $GeO_2$ . El germanio dopante se puede añadir a la corriente de gas por ejemplo, en forma de  $GeCl_4$ .

55 **[0039]** El nitrógeno estará principalmente presente en el vidrio depositado como  $SiO-N$ . El dopante de nitrógeno se puede añadir al flujo de gas en forma de  $N_2$ .

- [0040]** El titanio estará principalmente presente en el vidrio depositado como  $\text{TiO}_2$ . El dopante de titanio se puede añadir al flujo de gas en forma de  $\text{TiCl}_4$ .
- [0041]** El fósforo estará principalmente presente en el vidrio depositado como  $\text{P}_2\text{O}_5$ . El dopante de fósforo se puede añadir al flujo de gas en forma de  $\text{POCl}_3$ .
- 5 **[0042]** El aluminio estará presente principalmente, en el vidrio depositado como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . El dopante de aluminio se puede añadir al flujo de gas en forma de  $\text{AlCl}_3$ .
- [0043]** En una forma de realización especial, la primera y / o la segunda concentraciones de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas se ajusta/n para que el índice de refracción del vidrio depositado se reduzca en menos de  $4 \times 10^{-3}$ , preferiblemente menos de  $2 \times 10^{-3}$ . Los presentes inventores han encontrado que el efecto de la dirección de desplazamiento de la zona de reacción en la incorporación de grupos hidroxilo disminuye cuando se utilizan concentraciones relativamente altas de compuesto conteniendo flúor, es decir, concentraciones que den lugar a una disminución del índice de refracción mayor de  $4 \times 10^{-3}$ .
- 10 **[0044]** Una disminución del índice de refracción de  $4 \times 10^{-3}$  se corresponde con una concentración de aproximadamente  $11,3 \times 10^{-3}$  por ciento en peso (% en peso) de flúor en el vidrio depositado.
- 15 **[0045]** En otra forma de realización especial, la primera concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas se ajusta de modo que el índice de refracción del vidrio depositado se reduce en más de  $0,1 \times 10^{-3}$ . Una disminución del índice de refracción de  $0,1 \times 10^{-3}$  se corresponde con una concentración de aproximadamente  $0,3 \times 10^{-3}$  por ciento en peso (% en peso) de flúor en el vidrio depositado.
- [0046]** El experto en el arte puede determinar por experimentación qué concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas es necesaria con el fin de efectuar una disminución requerida del índice de refracción. A tal fin, se selecciona un primer ajuste de la concentración, fabricándose una preforma primaria que comprende una capa de vidrio dopado con flúor y una capa de vidrio sin dopar, es decir, vidrio de cuarzo puro, y midiéndose posteriormente el índice de refracción de las dos capas, utilizando un analizador de preforma. Si la diferencia del índice de refracción entre la capa de clase dopada con flúor y la capa de vidrio sin dopar no se corresponde con el valor requerido, se necesitará adaptar la concentración de compuesto conteniendo flúor en la fabricación de una siguiente preforma primaria. El experto en la materia puede por lo tanto relacionar la concentración de gas conteniendo flúor con la disminución del índice de refracción que se obtendrá.
- 20 **[0047]** En otra forma de realización especial, la proporción R, a saber el cociente de la primera concentración de compuesto conteniendo flúor y la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas, se ajusta de modo que dicha proporción R se encuentre comprendida en el intervalo  $1 < R < 100$ , preferentemente  $1 < R < 10$ .
- 25 **[0048]** En otra realización preferida, la proporción R se encuentra comprendida en el rango de  $1,5 < R < 10$ , preferiblemente de  $1,5 < R < 3$ .
- [0049]** El empleo de esta forma de realización especial implica que la primera y la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor no son iguales a cero.
- 35 **[0050]** En una realización específica, no se añade ningún compuesto conteniendo flúor al tubo de sustrato de vidrio hueco al producirse el desplazamiento de la zona de reacción en la dirección del lado suministro. En esta realización específica, la segunda concentración es por tanto igual a cero.
- [0051]** Preferiblemente, el proceso de deposición en fase de vapor interna de acuerdo con la presente invención es del tipo PCVD.
- 40 **[0052]** En una forma de realización específica, la zona de reacción en la etapa iv) es un plasma, preferiblemente un plasma de microondas.
- [0053]** En otra forma de realización, en la etapa v) la zona de reacción se desplaza a una velocidad de 5 a 40 metros por minuto (m / min), preferiblemente de 15 a 25 metros por minuto, especialmente de 15 a 30 m / min.
- 45 **[0054]** En otra forma de realización específica, durante la etapa v) el horno se ajusta a una temperatura de 800 a  $1200^\circ \text{C}$ , preferentemente de  $900$  a  $1100^\circ \text{C}$ .
- [0055]** En otra forma de realización específica, el horno comprende una o más zonas de temperatura, que se pueden ajustar a diferentes temperaturas, posiblemente de forma independiente entre sí. Además, la temperatura en una o más zonas de temperatura puede variar durante el proceso de deposición en fase de vapor interna.

- [0056]** Un proceso de deposición en fase de vapor interna del tipo PCVD, en el que se utiliza el horno que comprende varias zonas de temperatura, se describe en la solicitud de patente holandesa nº 1037163, la cual no se encontraba abierta a inspección pública aún en el momento de la presentación de la presente solicitud.
- 5 **[0057]** Un proceso de deposición de vapor interna del tipo PCVD, en el que la temperatura del horno se varía durante el proceso de deposición, se describe en la solicitud de patente holandesa nº 1037164, la cual no se encontraba abierta a la inspección pública aún en el momento de la presentación de la presente solicitud.
- [0058]** Estos métodos de acuerdo con estas dos solicitudes de patente holandesas se incorporan aquí como referencia.
- 10 **[0059]** La presente invención se refiere además a un procedimiento para la fabricación de una preforma final para fibras ópticas, que comprende las etapas de:
- i) fabricación de una preforma primaria de acuerdo con la presente invención, y posteriormente
  - ii) colapsar la preforma primaria obtenida en la etapa i) en una preforma primaria compacta, utilizando una fuente de calor,
  - 15 iii) depositar opcionalmente una cantidad adicional de vidrio en el exterior de la preforma primaria compacta a fin de conformar la preforma final.
- [0060]** La presente invención se refiere adicionalmente a un procedimiento para la fabricación de una fibra óptica, que comprende la fabricación de la preforma final, cuyo procedimiento comprende las siguientes etapas:
- i) fabricación de una preforma primaria de acuerdo con la presente invención, y posteriormente
  - 20 ii) colapsar la preforma primaria obtenida en la etapa i) en una preforma primaria compacta, utilizando una fuente de calor,
  - iii) opcionalmente, aplicar una cantidad adicional de vidrio al exterior de la preforma primaria compacta a fin de conformar la preforma final, y posteriormente,
  - iv) calentar un extremo de la preforma final obtenido en la etapa iii) y estirar la fibra óptica a partir de la preforma final.
- 25 **[0061]** En una forma de realización especial del procedimiento de acuerdo con la presente invención, la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas se varía durante el desplazamiento de la zona de reacción en la dirección de uno o ambos puntos de inversión. En dicha forma de realización, los términos "primera" y "segunda" concentraciones han de entenderse como los valores medios de la concentración durante la dirección del desplazamiento en cuestión.
- 30 **[0062]** La presente invención se explicará ahora en más detalle con referencia a varias figuras y ejemplos, en relación con lo cual cabe señalar, sin embargo, que la presente invención no está de ninguna manera limitada a los mismos.
- La figura 1 es una representación esquemática de un dispositivo para llevar a cabo un proceso de deposición en fase de vapor interna.
- 35 La figura 2 es una representación esquemática de un dispositivo adecuado para llevar a cabo la presente invención
- La figura 3 es una vista que muestra la atenuación a 1.385 nm, para fibras ópticas fabricadas a partir de preformas primarias de acuerdo con una realización de la presente invención.
- La figura 4 es una vista que muestra la atenuación a 1.385 nm, para fibras ópticas fabricadas a partir de preformas primarias de acuerdo con una realización de la presente invención.
- 40 **[0063]** La figura 1 muestra esquemáticamente un dispositivo 100 para llevar a cabo un proceso de deposición en fase de vapor interna para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas. El dispositivo 100 comprende un horno 1, que rodea, al menos, una parte de un tubo de sustrato de vidrio hueco 2. El tubo de sustrato de vidrio hueco 2, tiene un lado suministro 3 y un lado de descarga 4. El lado de suministro 3 y el lado de descarga 4 se pueden colocar respectivamente entre una entrada de gas y una salida de gas (no mostradas). El lado de suministro 3 y el lado de descarga 4, se pueden fijar en un pasaje cilíndrico provisto de una junta tórica, de manera que el volumen interno del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 se encuentre aislado de la atmósfera exterior. Tal construcción hace que sea posible llevar a cabo un proceso de deposición en fase de vapor interna a una presión reducida cuando una bomba (no mostrada) se conecta a la salida de gas.
- 45
- 50 **[0064]** La figura 1 muestra adicionalmente de manera esquemática, una zona de reacción 7, cuya zona de reacción 7 se desliza en vaivén durante el proceso de deposición de vapor interna entre un punto de inversión 5 situado

próximo al lado de suministro 3 y un punto de inversión 6 situado próximo al lado de descarga 4. La distancia entre los dos puntos de inversión es la longitud de carrera, es decir, la longitud a lo largo de la cual las capas de vidrio se depositan en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco 2. Los dos puntos de inversión están rodeados por un horno 1.

5 **[0065]** Durante el proceso de deposición en fase de vapor interna, los gases de formación de vidrio dopados o sin dopar se suministran al tubo de sustrato de vidrio hueco 2 a través del lado de suministro 3. En la zona de reacción 7, dichos gases formadores de vidrio se convierten en vidrio, que se deposita en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco 2. Por lo tanto, en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 se puede depositar varias de capas de vidrio, haciendo que la zona de reacción se desplace en vaivén durante el proceso de deposición en fase de vapor interna. La zona de reacción 7 tiene una anchura de deposición específica (no mostrada), vista en la dirección longitudinal del tubo de sustrato de vidrio hueco 2, cuya anchura deposición es al menos 2 veces, preferiblemente al menos 3 veces, preferiblemente al menos 4 veces, menor que el longitud de carrera. La longitud de carrera puede ser por ejemplo 1,3 m. El ancho de deposición puede estar comprendido en el rango de 30 a 10 cm, especialmente 25 a 15 cm.

10 **[0066]** La presente invención es particularmente adecuada para un proceso de deposición en fase de vapor interna del tipo PCVD, en el que las microondas se acoplan en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco 2, a fin de conformar un plasma local, a través de una cavidad de resonancia (también llamada resonador) que rodea parcialmente el tubo de sustrato de vidrio hueco 2, visto en la dirección longitudinal del mismo. La expresión "plasma local" se entiende que significa un plasma que tiene una longitud que corresponde más o menos con la longitud del resonador, ambos vistos en la dirección longitudinal del tubo de sustrato de vidrio hueco 2. En un proceso PCVD, la cavidad de resonancia se desplaza en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 entre los dos puntos de inversión 5, 6.

15 **[0067]** Un proceso PCVD se conoce en la técnica, por ejemplo, a partir de las solicitudes de patente de EE.UU. N° 2005/0000253, US 2008/0044150, US. 2005/0120751, US 2008/0063812, US 2005/0041943 y patentes de EE.UU., números US 4.741.747 y US 4.493.721.

20 **[0068]** En la técnica son conocidos resonadores, por ejemplo, a partir de las solicitudes de patente de Estados Unidos publicadas con los números US 2007/0289532, US 2003/0159781 y US 2005/0172902, y patentes de EE.UU., números US 4.844.007, US 4.714.589 y US 4.877.938.

25 **[0069]** El proceso PCVD es un proceso llamado a baja presión, lo que significa que la presión se ajusta en un valor de 1 a 40 mbar, preferentemente de 5 a 30 mbar, durante el proceso de deposición en fase de vapor interna.

30 **[0070]** La figura 2 muestra esquemáticamente una forma de realización preferida de un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento según la presente invención. Un flujo de gas 10 que se alimenta en el lado de suministro 3 del tubo de sustrato de vidrio hueco 2, es una combinación de un flujo de gas principal 8 y un flujo de vidrio secundario 9. El flujo de gas principal 8 comprende los gases de formación de vidrio dopados o sin dopar. El flujo de gas principal 8 comprende opcionalmente un primer flujo de compuesto conteniendo flúor.

35 **[0071]** Un segundo flujo de compuesto conteniendo flúor puede ser añadido durante el proceso de deposición en fase de vapor interna por medio del flujo de gas secundario 9. En el conducto a través del cual se transporta el flujo de gas secundario 9, una válvula 11, preferiblemente una válvula de doble vía, se puede cambiar a posiciones "abierta" o "cerrada". Por lo tanto, es posible añadir un flujo de gas secundario 9 al flujo gas principal 8.

40 **[0072]** Utilizando el dispositivo que se muestra esquemáticamente en la figura 2, es posible cambiar entre un flujo de gas 10 que consiste solamente en el flujo principal de gas 8 y un flujo de gas 10 consistente en una combinación del flujo de gas principal 8 y el flujo de gas secundario 9. Utilizando el dispositivo que se muestra esquemáticamente en la figura 2, es por lo tanto posible cambiar entre una primera concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas 10 correspondiente a la concentración resultante del primer de flujo opcional de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas principal 8, y una segunda concentración de compuesto conteniendo flúor que corresponde a la concentración de compuesto conteniendo flúor resultante de combinar el flujo de gas principal 8 con el flujo de gas secundario 9.

45 **[0073]** El ajuste del flujo de compuesto conteniendo flúor, y por lo tanto la concentración en el flujo de gas 10, se puede hacer de una manera rápida y precisa, ajustando tanto la presión del gas por detrás de la válvula 11, visto en la dirección aguas arriba, como el tamaño del pasaje 12. En la figura 2, la válvula 11 y el pasaje 12 se muestran separados. Es preferible, sin embargo, para disponer la válvula 11 y el pasaje 12 tan próximos como sea posible o conjuntamente integrados.

50 **[0074]** En la figura 2 el flujo de gas secundario 9 se representa constando de un solo conducto que comprende una válvula 11 y un pasaje 12. También es posible, sin embargo, utilizar varios conductos conectados en paralelo, comprendiendo cada uno una válvula de dos vías y un pasaje, de modo que el flujo de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas secundario 9 y por lo tanto la concentración del mismo en el flujo de gas 10 se puede ajustar a diferentes niveles.

**[0075]** Preferiblemente, el volumen del conducto a través del cual se transporta el flujo de gas secundario 9 entre la válvula 11 y el lado suministro 3 del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 es tan pequeño como sea posible.

5 **[0076]** En una forma de realización práctica, se utiliza un conducto que tiene una longitud de como máximo 1,0 m y un diámetro de 1/4 de pulgada, que corresponde a 6,35 mm. El flujo de gas secundario 9 es preferiblemente añadido al flujo de gas principal 8 en una posición tan próxima al lado de suministro 3 como sea posible. También es posible alimentar el flujo de gas secundario 9 directamente al lado de suministro 3.

**[0077]** Un sistema que comprende válvulas de dos vías, que es adecuado para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la presente invención se describe en la solicitud de patente de EE.UU. 2010/154479, que no estaba abierta a inspección pública aún en el momento de la presentación de la presente solicitud.

10 **[0078]** Aunque es preferido un dispositivo como se muestra esquemáticamente en la figura 2, la presente invención de ninguna manera se encuentra limitada a tal realización. También es posible utilizar una válvula ajustable o un controlador de flujo en lugar de la válvula de dos vías 11 y el pasaje 12. Además, es también posible utilizar sólo un flujo de gas, a saber, el flujo de gas principal 8, en cuyo caso la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas principal 8 se varía en función de la dirección del desplazamiento de la zona de reacción.

15 Ejemplo 1

**[0079]** Fueron fabricadas cinco preformas primarias para fibras ópticas multimodo de índice con gradiente, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna de tipo PCVD, por medio del dispositivo que se muestra esquemáticamente en la figuras 1 y 2.

20 **[0080]** Durante el proceso de deposición en fase de vapor interna una cantidad de compuesto conteniendo flúor, más particularmente,  $C_2F_6$ , fue suministrado al tubo de sustrato de vidrio hueco 2 sólo durante el desplazamiento de la zona de reacción 7 en dirección del lado de descarga 4. Esto se llevó a cabo poniendo la válvula 11 en la posición "cerrada" tras el movimiento de la zona de reacción en dirección al lado de suministro 3 y en posición "abierta" al producirse el desplazamiento de la zona de reacción 7 en dirección al lado de descarga 4. El flujo de gas 8 no comprende ningún compuesto conteniendo flúor.

25 **[0081]** Para formar una preforma primaria compacta, cada uno de los cinco tubos de sustrato de vidrio huecos con las capas de vidrio depositados en ella se colapsó, utilizando una fuente de calor, después de la finalización del proceso de deposición en fase de vapor interna.

30 **[0082]** Utilizando un analizador de preforma, el perfil radial de índice de refracción se determinó posteriormente para algunas posiciones a lo largo de la longitud de cada preforma primaria compacta. El término "perfil radial del índice de refracción" ha de entenderse en el sentido de una representación del índice de refracción como una función de la posición radial en un (primaria) preforma o una fibra óptica.

**[0083]** Posteriormente, una capa adicional de vidrio se depositó sobre la preforma primaria compacta usando una técnica de sobre-revestimiento de plasma, en la que polvo de sílice natural fue depositado en el exterior de la preforma primaria y vitrificado, usando un quemador de plasma.

35 **[0084]** From each final preform thus obtained a gradient index multimode optical fibre was drawn. The optical fibre thus drawn, which had a total length of about 200 km, was divided into a number of smaller parts (optical fibres), and the attenuation (expressed in the attenuation coefficient) at a wavelength of 1385 nm of each of said parts was determined.

40 A partir de cada preforma final así obtenida se estiró una fibra óptica multimodo de índice con de gradiente. La fibra óptica así estirada, tenía una longitud total de unos 200 km, se dividió en un varias partes más pequeñas (fibras ópticas), y se determinó la atenuación (expresada en el coeficiente de atenuación) para una longitud de onda de 1.385 nm de cada una de dichas partes.

Ejemplo 2

45 **[0085]** Fueron fabricadas cinco preformas primarias para fibras ópticas multimodo de índice con gradiente, utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna tipo PCVD, por medio del dispositivo que se muestra esquemáticamente en las figuras 1 y 2.

50 **[0086]** Durante el proceso de deposición en fase de vapor interna, una cantidad de compuesto conteniendo flúor, más particularmente,  $C_2F_6$ , fue suministrada al tubo de sustrato de vidrio hueco 2 sólo durante el desplazamiento de la zona de reacción 7 en dirección al lado de suministro 3. Esto se llevó a cabo poniendo la válvula 11 en la posición "cerrada" tras el desplazamiento de la zona de reacción en dirección al lado de descarga 4 y en la posición "abierta" al producirse el desplazamiento de la zona de reacción 7 en dirección al lado de suministro 3. El flujo de gas 8 no comprendía ningún compuesto conteniendo flúor. En el ejemplo 2, la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas 8 tras el desplazamiento de la zona de reacción en dirección al lado de suministro se ajustó al

mismo valor que la concentración tras el desplazamiento de la zona de reacción en dirección al lado de descarga del ejemplo 1.

5 **[0087]** Para formar una preforma primaria compacta, cada uno de los cinco tubos de sustrato de vidrio huecos con las capas de vidrio depositados en ella se colapsó, utilizando una fuente de calor, después de la finalización del proceso de deposición en fase de vapor interna.

**[0088]** Utilizando un analizador de preforma, posteriormente se determinó el perfil radial de índice de refracción para algunas posiciones a lo largo de la longitud de cada preforma primaria compacta.

10 **[0089]** Posteriormente, se depositó una capa adicional de vidrio sobre la preforma primaria compacta, usando una técnica sobre-revestimiento por plasma, en la que polvo de sílice natural fue depositado sobre el exterior de la preforma primaria y vitrificado, utilizando un quemador de plasma.

**[0090]** La concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas 10 de acuerdo con el ejemplo 2 se ajustó al mismo valor que la concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas 10 de acuerdo con el ejemplo 1.

15 **[0091]** A partir de cada preforma final así obtenida se estiró una fibra óptica multimodo de un índice con gradiente. La fibra óptica así estirada, tenía una longitud total de unos 200 km, se dividió en un varias de porciones más pequeñas (fibras ópticas), y se determinó la atenuación (expresada como coeficiente de atenuación) para una longitud de onda de 1.385 nm, de cada una de dichas partes.

**[0092]** En las cinco preformas primarias de acuerdo con el ejemplo 1 y las cinco preformas primarias de acuerdo con el ejemplo 2 se formaron vueltas.

20 **[0093]** Los presentes inventores no observaron diferencia alguna en el perfil radial del índice de refracción entre preformas primarias estables fabricadas de acuerdo con el ejemplo 1 y las preformas primarias estables fabricadas de acuerdo con el ejemplo 2. Los presentes inventores concluyeron que la cantidad de flúor incorporado en el cristal depositado como un dopante no depende de la dirección del desplazamiento de la zona de reacción.

25 **[0094]** La figura 3 es una vista que muestra la atenuación a 1.385 nm, medida en fibras ópticas fabricadas de acuerdo con el ejemplo 1.

**[0095]** En el eje vertical se representa el coeficiente de atenuación expresado en dB/km.

**[0096]** En el eje horizontal se representa la posición en la fibra óptica estirada, expresada en kilómetros. Una posición "0" corresponde a la posición del punto de inversión 6 próximo al lado de descarga 4 del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 durante el proceso de deposición en fase de vapor interna.

30 **[0097]** Así puede discernirse claramente en la figura 3 que la atenuación de las fibras ópticas muestra una disminución desde la posición -200 a la posición 0. De esto se deduce que la cantidad de grupos hidroxilo en la fibra óptica muestra una disminución desde la posición -200 a la posición 0. Por tanto, los presentes inventores concluyen que la cantidad de grupos hidroxilo que se incorpora en el cristal depositado muestra una disminución en la dirección del lado de descarga 4 del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 durante el proceso de deposición en fase de vapor interna de acuerdo con el ejemplo 1.

35 **[0098]** La figura 4 es una vista que muestra la atenuación para 1.385 nm, medida en fibras ópticas fabricadas de acuerdo con el ejemplo 2.

**[0099]** En el eje vertical se representa el coeficiente de atenuación expresado en dB / km.

40 **[0100]** En el eje horizontal se representa la posición en la fibra óptica estirada, expresada en kilómetros. Una posición "0" en la fibra óptica corresponde a la posición del punto de inversión 6 próximo al lado de descarga 4 del tubo de sustrato de vidrio hueco 2 durante el proceso de deposición en fase de vapor interna.

45 **[0101]** Así en la figura 4 puede discernirse claramente que la atenuación de las fibras ópticas para una longitud de onda de 1.385 nm, muestra un aumento desde la posición -200 a la posición 0. De esto se deduce que la cantidad de grupos hidroxilo en la fibra óptica muestra un aumento desde la posición -200 a la posición 0. Los presentes inventores concluyen que la cantidad de grupos hidroxilo que se incorpora en el cristal depositado muestra un aumento en la dirección del lado de descarga del tubo de sustrato de vidrio hueco durante el proceso de deposición en fase de vapor interna de acuerdo con el ejemplo 2.

50 **[0102]** A partir de las figuras 3 y 4 se deduce que la atenuación de las fibras ópticas fabricadas a partir de preformas primarias acuerdo con el ejemplo 1 es inferior a lo largo de la mayor parte de su longitud que la atenuación de las fibras ópticas obtenidas a partir de preformas primarias fabricados de acuerdo con el ejemplo 2. Más particularmente, en la parte aproximadamente entre las posiciones longitudinales "-150" y "-50" la atenuación a 1.385 nm, para fibras ópticas obtenidas a partir de preformas primarias fabricadas de acuerdo con el ejemplo 1, es

en promedio menor que la atenuación de la fibra óptica obtenida a partir de preformas primarias fabricadas de acuerdo con el ejemplo 2.

5 **[0103]** De acuerdo con los presentes inventores, se puede concluir a partir de los resultados que se muestran en las figuras 3 y 4 que es posible reducir la cantidad de grupos hidroxilo incorporados en una preforma primaria fabricada por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interna en comparación con un método de acuerdo con la técnica anterior, aunque se utilice la misma cantidad de dopante de flúor en el cristal depositado. Para este fin, la primera concentración de compuesto conteniendo flúor debe ser mayor que la segunda concentración, mientras que la cantidad total de compuesto conteniendo flúor que se añade en una carrera durante el proceso de deposición en fase de vapor interna se mantiene en el mismo nivel.

10 **[0104]** Según los inventores, también puede llegarse a la conclusión de que es posible reducir la atenuación causada por la dispersión de Rayleigh en una preforma primaria en comparación con un método de acuerdo con la técnica anterior, aunque la cantidad de grupos hidroxilo, incorporada en el vidrio se mantengan inalterada. Para este fin, la primera concentración debe ser mayor que la segunda concentración, mientras que la cantidad total de compuesto conteniendo flúor que se añade en una carrera durante el proceso de deposición de vapor interna se reduce.

15 **[0105]** Por último, se puede concluir que la primera y la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor se puede ajustar de manera que la cantidad de grupos hidroxilo incorporados en el vidrio es sustancialmente constante, visto a lo largo de la longitud de una preforma primaria, en comparación con un método de acuerdo con la técnica anterior, en el que la concentración de compuesto conteniendo flúor no depende de la dirección del desplazamiento de la zona de reacción.

20 **[0106]** Aunque los ejemplos se refieren a fibras ópticas multimodo de índice con gradiente, la presente invención no está de ninguna manera limitada a tales fibras ópticas. La presente invención se puede utilizar con cada tipo de fibra óptica que se fabrica por medio de un proceso de deposición en fase de vapor interna. La presente invención es particularmente adecuada para las fibras de modo único, debido a que la longitud de onda de 1.385 nm, es una de las posibles longitudes de onda en la que dicha fibra se utiliza en una red de comunicación.

25 **[0107]** En la realización en la que se fabrica una preforma primaria para fibras ópticas, en la que la fibra óptica exhibe un perfil radial de índice de refracción que comprende varias capas concéntricas (también referidas como "conchas"), que puede o no puede tener diferentes valores de índice de refracción, la presente invención se puede aplicar a una o más de las capas concéntricas correspondientes en la preforma primaria durante el proceso de deposición en fase de vapor interna.

30

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de una preforma primaria para fibras ópticas utilizando un proceso de deposición en fase de vapor interna, que comprende las etapas de:
- i) proporcionar un tubo de sustrato de vidrio hueco (2) que tiene un lado de suministro (3) y un lado de descarga (4),
  - ii) rodear mediante un horno, al menos, una parte del tubo de sustrato de vidrio hueco (2),
  - iii) suministrar de gases de formación de vidrio dopados o sin dopar en el interior del tubo de sustrato de vidrio hueco (2) a través del lado de suministro (3) del mismo,
  - iv) crear una zona de reacción (7) en la que son creadas condiciones de tal manera que la deposición de vidrio se llevarán a cabo en el interior del tubo de vidrio hueco y
  - v) desplazar la zona de reacción (7) en vaivén a lo largo de la longitud del tubo de sustrato de vidrio hueco (2) entre un punto de inversión (5) situado próximo al lado de suministro (3) y un punto de inversión (6) situado próximo al lado de descarga (4) del tubo de sustrato de vidrio hueco (2), en el que, durante, al menos, parte de la etapa v), el flujo de gas comprende una primera concentración de compuesto conteniendo flúor cuando la zona de reacción (7) se está desplazando en la dirección del lado de descarga (4), caracterizado porque el flujo de gas contiene una segunda concentración del compuesto conteniendo flúor con el desplazamiento de la zona de reacción (7) en la dirección del lado de suministro (3) siguiente al desplazamiento de la misma en la dirección del lado de descarga (4), en el que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor es diferente de la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor durante, al menos, parte de la etapa v).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor es mayor que la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor.
3. Procedimiento de acuerdo con una o ambas de las reivindicaciones 1 y 2 anteriores, en el que el compuesto conteniendo flúor está exento de átomos de hidrógeno y se selecciona preferiblemente del grupo consistente en los compuestos de  $CF_4$ ,  $C_2F_6$ ,  $C_4F_8$ ,  $CCl_2F_2$ ,  $SiF_4$ ,  $Si_2F_6$ ,  $SF_6$ ,  $NF_3$ ,  $F_2$  o una mezcla de dos o más de estos compuestos.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el compuesto conteniendo flúor es  $C_2F_6$  y / o  $C_4F_8$ .
5. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 4 anteriores, en el que el flujo de gas comprende además, al menos, un agente de dopado, preferiblemente seleccionado del grupo consistente en germanio, nitrógeno, boro, titanio, fósforo, aluminio.
6. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 5 anteriores, en el que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas se ajusta de modo que el índice de refracción del vidrio depositado se reduce en menos de  $4 \times 10^{-3}$ , preferiblemente menos de  $2 \times 10^{-3}$ .
7. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 6 anteriores, en el que la primera concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas se ajusta de modo que el índice de refracción del vidrio depositado se reduce en más de  $0,1 \times 10^{-3}$ .
8. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 7 anteriores, en el que la proporción R, a saber el cociente de la primera concentración de compuesto conteniendo flúor y la segunda concentración de compuesto conteniendo flúor en el flujo de gas, se establece de modo que dicha proporción R se encuentra comprendida en el intervalo  $1 < R < 100$ , preferentemente  $1 < R < 10$ .
9. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores 1 a 8, en el que la segunda concentración es del 0%.
10. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 9 anteriores, en el que durante la etapa v), la zona de reacción (7) se desplaza a una velocidad de 5 a 40 m / min, preferiblemente de 15 de 25 m / min, especialmente de 15 a 30 m / min.
11. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores 1 a 10, en el que la zona de reacción (7) en la etapa iv) es un plasma, preferiblemente un plasma de microondas.
12. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores 1 a 11, en el que durante la etapa v) el horno se ajusta a una temperatura de 800 a 1.200° C, preferiblemente 900 a 1100° C.
13. Procedimiento para la fabricación de una preforma final para fibras ópticas, que comprende las etapas de:
- i) fabricar una preforma primaria de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 12 precedentes,
  - ii) colapsar la preforma primaria obtenida en la etapa i) en una preforma primaria compacta, utilizando una fuente de calor,
  - iii) depositar opcionalmente una cantidad adicional de vidrio en el exterior de la preforma primaria compacta a fin de conformar la preforma final.

**14.** Procedimiento para la fabricación de una fibra óptica, que comprende la fabricación de una preforma final para fibras ópticas según la reivindicación 13, seguido por etapas de calentar un extremo de la preforma final y el estirado la fibra a partir de la misma.

FIGURA 1

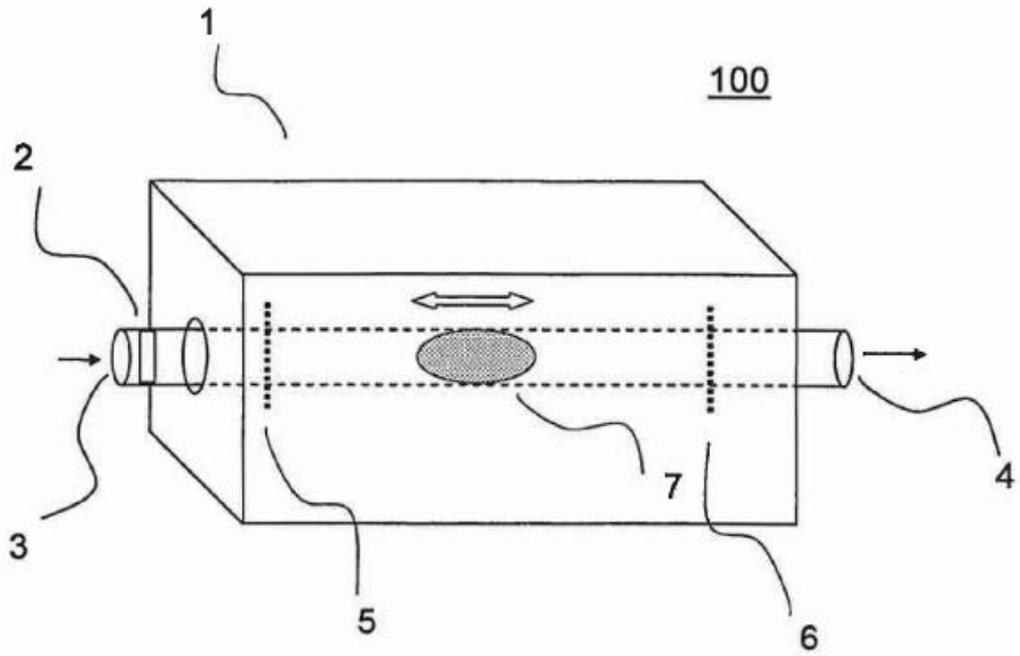


FIGURA 2

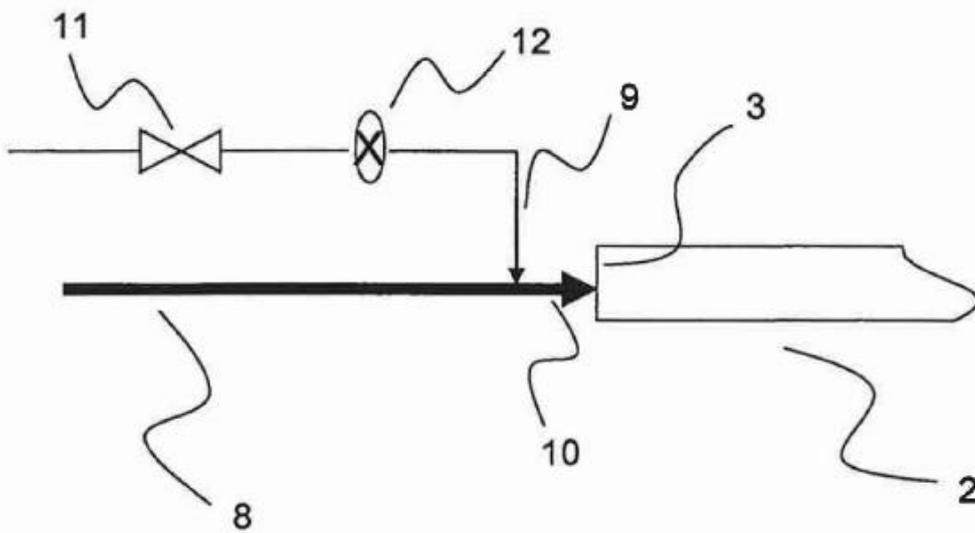


FIGURA 3

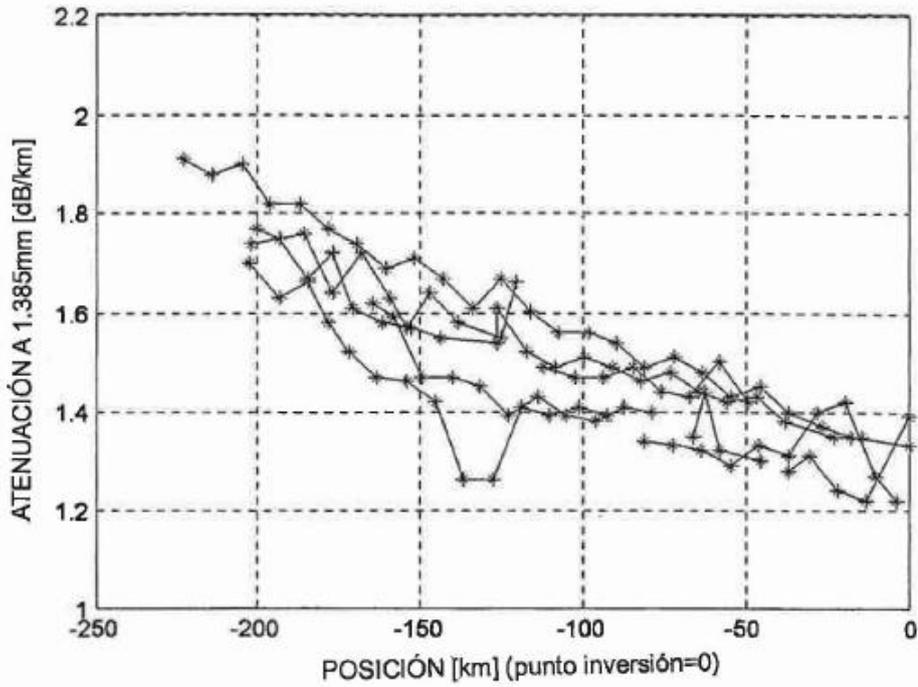
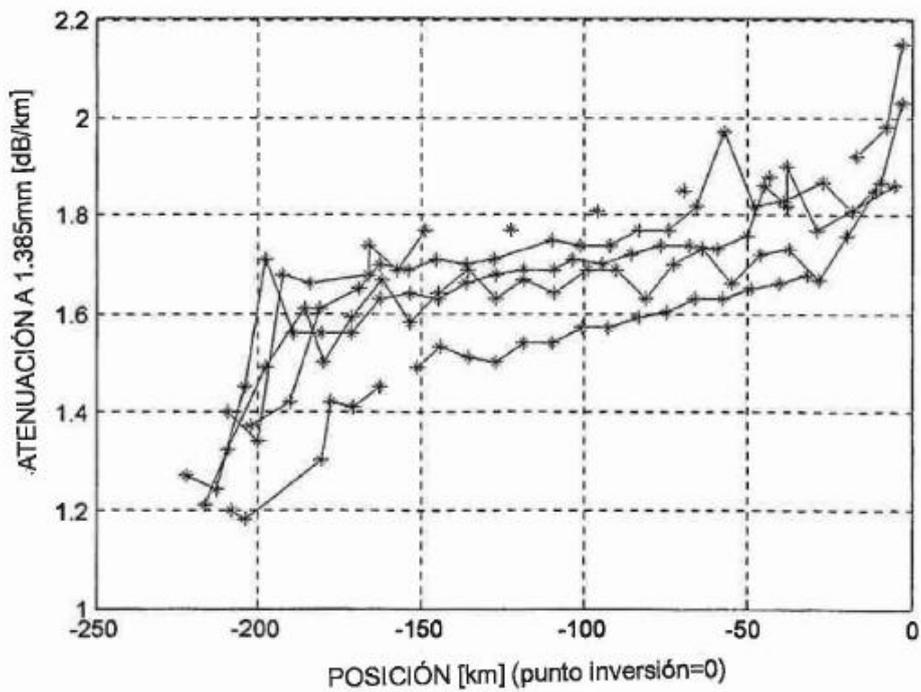


FIGURA 4



**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

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.

5

**Documentos de patente citados en la descripción**

- US 20050000253 A [0004] [0067]
- JP 56104735 A [0005]
- US 20090004404 A [0006]
- US 20050081566 A [0007]
- DE 1037163 [0056]
- DE 1037164 [0057]
- US 20080044150 A [0067]
- US 20050120751 A [0067]
- US 20080063812 A [0067]
- US 20050041943 A [0067]
- US 4741747 A [0067]
- US 4493721 A [0067]
- US 20070289532 A [0068]
- US 20030159781 A [0068]
- US 20050172902 A [0068]
- US 4844007 A [0068]
- US 4714589 A [0068]
- US 4877938 A [0068]
- US 2010154479 A [0077]