

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

Departamento de Óptica



**DESARROLLO DE SENSORES DE FIBRA ÓPTICA PARA
EL CONTROL "IN-SITU" DE PARÁMETROS FÍSICOS
DEL MEDIO ACUÁTICO**

**MEMORIA PRESENTADA PARA OPTAR AL GRADO DE
DOCTOR POR**

Natalia Díaz Herrera

Bajo la dirección de los Doctores:

María Cruz Navarrete
Agustín González

Madrid, 2005

ISBN: 978-84-692-3672-7

©Natalia Díaz Herrera, 2005



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

Departamento de Óptica

Memoria de Tesis Doctoral para la obtención del grado de
Doctor en Ciencias Físicas

DESARROLLO DE SENSORES DE FIBRA
ÓPTICA PARA EL CONTROL *IN-SITU* DE
PARÁMETROS FÍSICOS DEL MEDIO
ACUÁTICO.

Natalia Díaz Herrera

Madrid, Mayo de 2005



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

Departamento de Óptica

Memoria de Tesis Doctoral para la obtención del grado de
Doctor en Ciencias Físicas

DESARROLLO DE SENSORES DE FIBRA
ÓPTICA PARA EL CONTROL *IN-SITU* DE
PARÁMETROS FÍSICOS DEL MEDIO
ACUÁTICO.



Natalia Díaz Herrera

Madrid, Mayo de 2005

A mis padres
A Borja y Luis

Agradecimientos

La realización de una tesis es una tarea que conlleva una considerable cantidad de trabajo resultado de la colaboración de mucha gente. Por esa razón, quisiera en primer lugar hacer una mención especial a todos aquellos que han contribuido en este caso.

Deseo agradecer al Departamento de Óptica de la Universidad Complutense y a su Director en aquel momento, el Profesor Eusebio Bernabeu, por haberme dado la oportunidad de incorporarme a él. Su seguimiento y sus valiosos comentarios han sido de gran ayuda.

Asimismo quiero expresar mi profunda gratitud a mis directores de tesis, M^a Cruz Navarrete y Agustín González. Sus cualidades opuestas se complementan a la perfección, y su calidad tanto profesional como humana me ha hecho crecer enormemente. Ha sido una delicia compartir el día a día con M^a Cruz, por sus recursos, su enorme perseverancia y porque siempre tiene una sonrisa en la boca aún en los momentos menos gratos. Agustín, con sus ideas siempre claras y su enorme energía, es el punto de optimismo que tan a menudo se echa en falta.

Quiero mencionar también a Óscar Esteban. Siempre tan práctico, su ayuda en el laboratorio ha resultado imprescindible, pero además, las conversaciones mantenidas han resultado muy clarificadoras.

Es necesario agradecer al Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Zaragoza y en particular a Francisco Villuendas y Carmen Cosculluela por su disponibilidad a la hora de realizar los depósitos de los sensores.

Igualmente agradecer al INTA las facilidades que nos han brindado para el análisis de muestras siempre que ha sido pertinente.

Me gustaría recordar también a los miembros del Consorcio MISPEC, especialmente a Ceri Gibson y Michel Lehâitre, con quienes he compartido experiencias inolvidables en las campañas de campo, tanto profesionalmente como en los ratos de recreo.

Quiero tener presentes además a mis compañeros de trabajo, gracias a los cuales las horas de la comida son realmente entretenidas, a base de increíbles ejercicios de agilidad

mental que acaban haciendo saltar las lágrimas de la risa. En particular quiero agradecerles a Pikachu e Informix su paciencia e inestimable ayuda con mis problemas informáticos.

A mis padres, y en particular a mi hermano, quiero darles las gracias por la comprensión mostrada durante estos meses en que la falta de atención no ha impedido que me muestren su cariño. En cuanto a Charly, no tengo palabras para expresar cuán importante ha sido para mí su apoyo y ayuda, y por encima de todo el que me haya azuzado en los momentos en que lo he necesitado. Gracias,... ya encontraré la manera de compensaros.

ÍNDICE

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN	1
1.1 Sensores de fibra óptica	3
1.1.1 <i>Tecnologías de fibra óptica</i>	6
1.1.2 <i>Sensores de fibra óptica de campo evanescente</i>	11
1.2 Sensores de fibra óptica para monitorización medioambiental	12
1.3 Motivación del trabajo	13
Referencias	16

CAPÍTULO 2

FIBRAS ÓPTICAS ESTRECHADAS (<i>TAPERS</i>)	17
2.1 Fibras ópticas estrechadas	19
2.2 Tipos y técnicas de fabricación de las fibras ópticas estrechadas	24
2.3 Técnica del quemador móvil	25
2.3.1 <i>Equipo de fabricación de tapers utilizado</i>	26
2.3.2 <i>Ajuste de los parámetros fundamentales de los tapers</i>	28
2.4 Comportamiento de la luz guiada por una fibra estrechada	30
2.4.1 <i>Criterio de adiabaticidad</i>	33
2.4.2 <i>Efecto del núcleo de una fibra estrechada</i>	35
2.4.3 <i>Efecto del cuello de una fibra estrechada</i>	37
2.4.4 <i>Particularización al caso de las fibras tipo W</i>	39
- Criterio de variación lenta	41
- Criterio de pequeño acoplamiento	42
- Reducción del espesor del revestimiento	43
2.5 Efecto de la curvatura en el comportamiento de los tapers	44
2.6 Fibras tapered con una multicapa depositada	50
2.7 Tapes producidos en la UCM	53
2.7.1 <i>Parámetro V</i>	53
2.7.2 <i>Fabricación de tapers</i>	53
2.7.3 <i>Adiabaticidad de los tapers fabricados</i>	56
2.7.4 <i>Efecto del núcleo de la fibra</i>	58
Referencias	59

CAPÍTULO 3

SENSOR DE TEMPERATURA BASADO EN LA DEPOSICIÓN DE UN MATERIAL TERMOCRÓMICO SOBRE UN <i>TAPER</i>	61
3.1 Concepto del sensor	62
3.1.1 <i>Termocromismo</i>	64
3.1.2 <i>Lofina (2,4,5-Trifenilimidazol)</i>	65
3.1.3 <i>Lofina como elemento transductor</i>	66
3.2 Fabricación del sensor	67
<i>Fibra</i>	67
<i>Detalles del proceso de fabricación</i>	68
3.3 Caracterización de los sensores	71
3.4 Resultados de la caracterización	73
3.4.1 <i>Comportamiento respecto a series ascendentes y descendentes de temperatura</i>	76
3.4.2 <i>Comportamiento respecto al cuello del taper</i>	78

3.4.3 <i>Elección de los parámetros fundamentales de los tapers</i>	81
3.4.4 <i>Evolución temporal de la respuesta</i>	81
3.5 Conclusiones	83
Referencias	85

CAPÍTULO 4

SENSOR DE TEMPERATURA BASADO EN TUBOS CAPILARES	87
4.1 Concepto del sensor	87
4.2 Fabricación del sensor	89
4.3 Caracterización de los sensores	93
4.4 Resultados de la caracterización	94
4.4.1 <i>Comportamiento respecto al material del cilindro</i>	94
- Capilares de vidrio	94
- Capilares cerámicos	97
- Capilares metálicos	99
4.4.2 <i>Comportamiento frente a series ascendentes y descendentes de temperatura</i>	104
4.4.3 <i>Evolución temporal de la respuesta del sensor</i>	107
4.5 Conclusiones	113
Referencias	115

CAPÍTULO 5

SENSOR DE SALINIDAD BASADO FIBRAS <i>TAPERED</i> CON DOBLE RECUBRIMIENTO	117
5.1 Resonancia de plasmones superficiales	118
5.1.1 <i>Teoría</i>	118
5.1.2 <i>Posibles configuraciones para la excitación de plasmones</i>	121
5.1.3 <i>Aplicaciones de los sensores basados en la resonancia de plasmones superficiales</i>	128
5.2 Concepto del sensor	132
5.3 Fabricación del sensor	136
5.4 Caracterización de los sensores	140
5.4.1 <i>Montaje experimental</i>	140
5.4.2 <i>Metodología</i>	142
5.5 Resultados de la caracterización	145
5.5.1 <i>Resultados con los sensores de la serie 1</i>	145
5.5.2 <i>Resultados con los sensores de la serie 2</i>	155
5.6 Conclusiones	165
Referencias	168

CAPÍTULO 6

CAMPAÑAS DE MEDIDAS DE CAMPO PARA LA MEDIDA DE LA SALINIDAD	171
6.1 Antecedentes	172
6.1.1 <i>Proyecto SOFIE</i>	172
6.1.2 <i>Proyecto MISPEC</i>	176
6.2 Sensor de salinidad basado en fibras tipo D con doble recubrimiento	177
6.2.1 <i>Descripción del optodo de salinidad</i>	177
6.2.2 <i>Fabricación del optodo</i>	179
6.2.3 <i>Calibración del optodo</i>	180
6.3 Campañas de medidas en campo	187
6.3.1 <i>Campaña de medidas en el Báltico</i>	187
- Medidas estacionarias	193

- Medidas de arrastre	195
- Perfiles de profundidad	197
6.3.2 <i>Campaña de medidas en el Bósforo</i>	200
6.4 Conclusiones	203
Referencias	205
CAPÍTULO 7	
CONCLUSIONES	207
Anexo	
Publicaciones y comunicaciones a congresos	211

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

La limitada capacidad de la Tierra de soportar la contaminación debida a la actuación del ser humano es un asunto que está recibiendo en las últimas décadas una atención creciente. Se ha mostrado una especial preocupación por los efectos globales, como son el efecto invernadero, la contaminación de los recursos hídricos mundiales y los agujeros de la capa de ozono, puesto que son efectos particularmente inquietantes. Pero además, el crecimiento de las actividades industriales así como el incremento de los desperdicios domésticos provocan sucesos adicionales de contaminación del medioambiente localizados, cuya naturaleza esporádica los hace difíciles de cuantificar pero que causan graves problemas, en ocasiones de muy alta peligrosidad o incluso provocan muertes. Asimismo, hay multitud de ejemplos en los que se pone de manifiesto el derroche de recursos valiosos como la pérdida de energía calorífica, vertidos químicos, etc., que causan grandes pérdidas económicas. Por todo ello, la calidad del medio que nos rodea se ha convertido en el centro de los intereses públicos, políticos, legislativos y económicos. [1]

El incremento en la aparición de estos problemas medioambientales hace necesaria la monitorización del medio que nos rodea para determinar más exactamente el nivel de contaminación y el derroche de recursos. Para ello resulta indispensable disponer de herramientas de análisis precisas, fiables y de un coste aceptable, capaces de detectar y procesar una amplia variedad de parámetros medioambientales. Se están desarrollando estrategias internacionales para resolver los problemas medioambientales y así mantener la salud pública y sostener la calidad de los ecosistemas. Sin embargo, en muchos casos la necesidad de utilizar equipos de detección no viene impulsada por el afán de proteger al ser humano o el medioambiente sino que se debe a intereses económicos de las empresas, impulsadas por el aumento en el número y coste de los pleitos como respuesta a peligros de contaminación. Por añadidura, se ha producido también un incremento en el nivel de responsabilidad, mediante una legislación preventiva, orientada a evitar incidentes peligrosos.

La monitorización del medio ambiente normalmente significa la investigación del entorno, en fase líquida o gaseosa de forma cualitativa y cuantitativa, con el objeto de

detectar sustancias que pueden tener un efecto adverso en la salud del ser humano y en general en los ecosistemas locales. La diversidad de esta tarea se hace patente si, como dato curioso, nos percatamos de que, sin contar con las sustancias contaminantes, más de 700 constituyentes orgánicos diferentes se pueden encontrar en el agua potable. La trascendencia de controlar sustancias relevantes para el medioambiente, y los enormes esfuerzos y gastos requeridos, ponen de manifiesto las desventajas que supone el análisis clásico, que consiste en la toma de muestras en diferentes emplazamientos espaciales y con una secuencia temporal determinada para su posterior análisis en el laboratorio. Las desventajas más importantes de esta manera de proceder son las siguientes:

- las muestras se toman en un reducido número de emplazamientos, lo que implica una limitación a la hora de valorar la situación de un área extensa en condiciones reales,
- el análisis discontinuo supone retrasos y restricciones en tiempo, y errores en las muestras tomadas que pueden sufrir alteraciones, lo cual resulta especialmente negativo cuando en la zona a analizar los cambios suceden con rapidez tanto espacial como temporalmente, como puede ocurrir en las desembocaduras de ríos,
- falta de información en tiempo real,
- altos costes involucrados en el proceso.

Por tanto, existe una clara demanda de dispositivos de análisis de contaminantes medioambientales que operen *in-situ* de forma continua, capaces de proporcionar información en tiempo real a un coste aceptable, complementarios a los análisis convencionales en el laboratorio.

El campo de investigación de tecnologías de sensores es una de las áreas de mayor crecimiento actualmente, como puede deducirse de la enorme cantidad de artículos publicados sobre este tema durante las dos últimas décadas. Entre la amplia variedad de esquemas que actúan como sensores, los sensores ópticos están ganando una importancia considerable. Un sensor es de tipo óptico siempre que la información acerca del parámetro a medir se obtenga a partir de un haz de luz, pues disponemos de diferentes mecanismos que modulan ese haz de forma variable cuando sobre él actúa un estímulo externo. En la tabla 1.1 aparecen algunas de las técnicas utilizadas en sensores ópticos, atendiendo al tipo de modulación sobre el haz incidente, bien sea de tipo lineal o no lineal. El efecto de la modulación puede traducirse en cambios directamente medibles como son la intensidad, la fase o la polarización.

MODULACIÓN	CARACTERÍSTICA	EFFECTO DE LA MODULACIÓN
LINEAL	Invariancia de la frecuencia	Modificación de la atenuación espectral Retardo Cambios de polarización, etc.
NO LINEAL	Cambio de frecuencia o aparición de nuevas componentes	Raman Brillouin Luminiscencia, etc.

Tabla 1.1: Métodos de modulación óptica.

Estos sensores ópticos son muy adecuados debido a que proporcionan una alta sensibilidad y una respuesta prácticamente inmediata, son inmunes a interferencias electromagnéticas, robustos y versátiles y por estas razones han encontrado muchas aplicaciones prácticas en monitorización medioambiental, procesos de control y en el campo biomédico.

1.1 Sensores de fibra óptica

Dentro del conjunto de sensores ópticos nos centraremos en el subgrupo de los sensores de fibra óptica que son los que describiremos en esta memoria. En los sensores de fibra óptica las características de la luz guiada dentro de ésta se modifican en respuesta a una influencia externa física, química o biológica.

Con el desarrollo de la fibra óptica a finales de los años 60, se consiguieron sistemas prácticos de comunicaciones ópticas. Pronto estas tecnologías desarrolladas para las comunicaciones ópticas, se unieron a las tecnologías de detección ópticas permitiendo la introducción de las fibras ópticas como elementos de guías de onda para los sensores ópticos, y desde entonces han mostrado un progreso continuado y se han desarrollado enormemente. [2] La aplicación de fibras ópticas tanto para transportar la señal como para operar como elemento activo del sensor (transductor) hace posible que los sistemas ópticos puedan miniaturizarse (lo que los hace compactos y portátiles aptos para su uso en campo), aumentar su sensibilidad y utilizar fuentes de radiación más potentes e idóneas. La avanzada tecnología de bajo coste disponible es crucial para el éxito de los sistemas de sensores ópticos, que pueden aprovecharse de la tecnología de fibra y los métodos de

fabricación de dispositivos producidos para telecomunicaciones. El principal esfuerzo de los investigadores se ha realizado en producir un conjunto de técnicas basadas en fibra óptica que puedan usarse para una amplia variedad de propósitos, proporcionando una buena base para una tecnología de medida efectiva que pueda complementar los métodos convencionales. Esta es la clave del éxito de los sensores de fibra óptica: la toma de medidas en situaciones difíciles para ambientes específicos, donde el uso de los sensores convencionales no es posible.

Tal y como se acaba de mencionar, el interés en desarrollar sensores de fibra óptica ha aumentado en los últimos años, y ello es debido a las ventajas que presentan en comparación con los sensores basados en medidas eléctricas. Los sensores de fibra óptica añaden las ventajas que presentan los métodos ópticos con las propias de la fibra óptica. Aunque se han mencionado algunas de ellas en el párrafo anterior, se van a enumerar más detalladamente las características que poseen los sensores resultantes:

- Inmunidad a interferencias electromagnéticas: ya que no hay corrientes eléctricas fluyendo por el sensor.
- Utilización de métodos no invasivos: naturaleza no eléctrica, riesgo de combustión despreciable, etc.
- Baja atenuación: permitiendo un análisis remoto en muchos km.
- Capacidad de realizar medidas puntuales o distribuidas en muchos km de fibra.
- Sensores compactos y ligeros.
- Excelente resistencia a la corrosión.
- Aislamiento eléctrico y pasividad química.
- Sensibilidad alta.
- Posibilidad de multiplexación.
- Accesibilidad a espacios difíciles.

Debería ser posible su producción a un relativamente bajo o competitivo coste, como ya se ha comentado. En diversas investigaciones han demostrado sobrevivir en ambientes difíciles, especialmente en el caso de sensores basados en redes de Bragg, cuya anchura, amplitud y sensibilidad con la temperatura de la resonancia se mantienen inalteradas incluso para altas dosis de radiación. Esta característica los hace potencialmente adecuadas en aplicaciones en la industria nuclear.

Para especificar la diversidad de las técnicas e instrumentación de medidas ópticas y para catalogar los dispositivos, se han usado un gran número de clasificaciones más o menos complejas. Es posible hacer una división de los sensores en tres principales esquemas de detección: *puntual*, en los que el sensor realiza la medida de un determinado parámetro en una localización particular, y que es el modo en que funcionan la mayoría de los sensores; *distribuida*, en los que el parámetro a determinar se puede medir a lo largo de toda la longitud de la propia fibra; y *cuasi-distribuida*, a medio camino entre los dos anteriores y en los que la información acerca del parámetro a medir se obtiene a partir de unas localizaciones predeterminadas a lo largo de la longitud de una red de fibra.

La clasificación más usual es la que está dada por el papel que juega la fibra en el proceso de detección, y que divide a los sensores de fibra óptica en dispositivos *intrínsecos* o *extrínsecos*. Los sensores extrínsecos se definen normalmente como aquellos en los que la luz es guiada por la fibra pero la interacción entre la luz y el parámetro a medir ocurre en un elemento fuera de la fibra, aunque se puede unir a ella mediante fusión, pegado o con conexiones mecánicas. Esto contrasta con los intrínsecos en los que la interacción tiene lugar dentro de la fibra, por lo que la fibra es parte activa del proceso de detección. Esta característica le proporciona una estabilidad mecánica de la que carecen los sensores ópticos tradicionales, permitiendo así su utilización en condiciones extremas, como las asociadas al control de los parámetros medioambientales. Este último grupo puede subdividirse en sensores “directos”, en los que el parámetro a medir actúa directamente sobre la fibra e “indirectos” en los que el parámetro a medir se transforma en otro parámetro que actúa en la fibra, obteniéndose un proceso en dos pasos.

Es posible también usar distintas configuraciones ópticas. La parte activa de la fibra óptica puede encontrarse en el borde de la fibra, a un lateral de la fibra o como una sección insertada dentro de la fibra. La configuración en la que la parte activa está en el extremo de la fibra se aplica comúnmente a sensores basados en absorción, luminiscencia o fluorescencia que utilizan la fibra como guía de luz hasta y desde la muestra. La configuración en la que la parte activa está en un lado de la fibra se suele aplicar en esquemas sensores basados en medidas de *campo evanescente*. La fibra actúa como guía de onda y simultáneamente como transductor activo en regiones en las que se ha retirado el revestimiento. La radiación electromagnética incidente a la intercara de la superficie expuesta de la fibra y el medio que la rodea, sufre reflexión total interna si el índice de refracción de la fibra es mayor que el del medio exterior. Una pequeña parte de la radiación penetra, disminuyendo exponencialmente, en el medio adyacente debido a la superposición

de la radiación interna incidente y reflejada. La profundidad de penetración de este denominado campo evanescente depende de los índices de refracción, del ángulo de incidencia y de la longitud de onda de la radiación. Este principio de medida denominado Reflexión Total Atenuada puede usarse para excitación/recogida de fluorescencia, detección de cambios en el índice de refracción o detección espectroscópica en el rango espectral del infrarrojo cercano y medio. La última de las configuraciones incorpora la región activa del sensor directamente en la fibra mediante la alteración de una sección de ésta, como puede ser la introducción de una sección porosa que aumente la superficie de interacción, la modificación de las características del índice de refracción como en las redes de Bragg, la inserción de interferómetros en la fibra, etc. Esta aproximación puede ser usada incluso con detección distribuida a lo largo de la fibra con varias secciones a lo largo de la longitud de la guía de ondas.

1.1.1 Tecnologías de fibra óptica

Para llevar a cabo el diseño de sensores de fibra óptica y optimizar así su desarrollo es necesario conocer la tecnología disponible.

Para producir los sensores de fibra óptica existe en el mercado una gran variedad de fibras ópticas que van desde las monomodo (las que permiten la propagación de un número pequeño de modos dentro de la fibra) a las multimodo (las que permiten la propagación de muchos modos, incluso varios cientos, por lo que proporcionan una fuente incoherente de luz a partir de la fuente original), y además, existen fibras que preservan la polarización. Todos estos tipos de fibras se han utilizado en la fabricación de sensores ópticos. Por otro lado, el uso de fibras de plástico en los sensores está creciendo rápidamente gracias a los nuevos avances en los sistemas de telecomunicaciones, abriendo nuevas posibilidades en las aplicaciones de los sensores de fibra óptica.

Principalmente han sido utilizados los sensores extrínsecos, aunque progresan los trabajos que manejan sensores intrínsecos. Dentro de los extrínsecos, los que utilizan fibras ópticas multimodo son los más comunes y los más convenientes de emplear. Estos proporcionan un acoplamiento más sencillo de la luz procedente de fuentes incoherentes, como es el caso de lámparas halógenas que proporcionan un espectro ancho. [3]

- Diseño de sensores de fibra óptica

Las principales ventajas que la tecnología de fibra óptica pone al alcance de los investigadores para su uso en sensores incluyen:

- Fibras de telecomunicaciones baratas.
- Fuentes infrarrojas disponibles: LEDs, diodos láser. Posibilidad de usar fibras láser.
- Amplio rango de láseres que se pueden acoplar a fibras de forma razonablemente efectiva.
- Amplio rango de detectores: dispositivos p-i-n, fotodiodos de avalancha, etc.
- Disponibilidad de nuevos sistemas ópticos u ópticos integrados.

Sin embargo, existe una serie de problemas tecnológicos que hacen que la situación ideal no sea aplicable tan fácilmente:

- Las fibras de telecomunicaciones son a menudo inapropiadas para su aplicación como sensores: necesitan diámetros/aperturas numéricas mayores, las fibras exóticas son caras por su producción en pequeñas tiradas, las fibras con mayores diámetros son caras y poco flexibles.
- Las pérdidas por curvatura de la fibra afectan a sensores basados en medidas de intensidad.
- Las fuentes láser son a menudo difíciles de acoplar con las fibras ópticas: muchos diodos láser o LEDs tienen ángulos de emisión anchos y numerosos láseres proporcionan una potencia limitada en las bandas útiles.
- Muchas fuentes láser en el visible medio o el infrarrojo son grandes, caras e inadecuadas para el uso y acoplamiento con fibras.
- Las fibras de telecomunicaciones tienen un rango de temperatura limitado: típicamente el límite superior está en 100-150 °C mientras que muchas aplicaciones requieren temperaturas mayores de 200 °C.
- Los métodos de acoplamiento mecánicos en sensores extrínsecos pueden ser complejos o no fiables, especialmente con cambios medioambientales.
- Las fibras dopadas son caras y limitadas en dopantes disponibles, que están regidos por las necesidades en telecomunicaciones (Er, Nd).

- Las fibras láser, prometedoras como fuentes, son caras y son principalmente infrarrojas o rojas, o se requiere un equipo complejo de doblado de frecuencia.
- Necesidad de montaje a mano de los sensores: alto coste asociado a muchos de ellos.
- Es necesario un adiestramiento para el personal para familiarizarse con las nuevas técnicas.

Como resultado de todo esto, a la hora de desarrollar los sensores es necesario alcanzar una serie de compromisos prácticos en especificaciones, materiales, respuesta, tamaño del sensor y robustez, etc. Esto puede fijarse para llegar a definir lo que debe ser un sensor de fibra ideal. Las especificaciones ideales sólo serán practicables para unas ciertas aplicaciones, sin embargo merece la pena, para el caso particular de sensores de fibra óptica diseñados para explorar el medioambiente, intentar conseguir estos ideales aunque sólo algunos puedan adoptarse. Por todo ello, para aprovecharse al máximo de las ventajas disminuyendo al mínimo los inconvenientes un sensor debería:

- Operar en el infrarrojo o rojo para aprovechar la simpleza y el bajo coste de fuentes y detectores.
- Operar de forma intrínseca para evitar acopladores y no estar basados en medidas de intensidad para evitar pérdidas por acoplamiento o curvatura.
- No mostrar problemas con los niveles de potencia: suficientes fotones para una detección con bajo ruido.
- Usar fibra de telecomunicaciones y minimizar la necesidad y el número de acopladores.
- Operar en un rango de temperaturas $T < 150$ °C.
- Ser insensible a cualquier otro parámetro en la medida de lo posible.
- Ser barato y fácil de fabricar automáticamente.

El potencial de los sensores de fibra óptica es significativo. Se ha visto que a medida que el coste de los componentes claves disminuye y el número de componentes más baratos se amplía, el potencial para un mayor mercado y calidad de los componentes aumenta.

- Calibración de los sensores de fibra óptica

Una vez que se ha diseñado adecuadamente y se ha producido un sensor, es necesaria una calibración del dispositivo que de cuenta de su comportamiento. [3]

La calibración de cualquier instrumento es frecuentemente un proceso menos sencillo de lo que parece a simple vista. En particular, cuando las técnicas de fibra óptica se usan en sensores químicos, las técnicas de uso del instrumento tanto en campo como en el laboratorio son a menudo las mismas. El método usual de calibración implica el uso de estándares de referencia conocidos y representar un conjunto de datos frente a otro, normalmente usando una línea o función que mejor se ajuste, para dar una gráfica de calibración, que normalmente se asume lineal. A menudo, sin embargo, dichos sistemas son no lineales, siendo una aproximación cualquier ajuste lineal de los datos. Como ejemplo mencionar que deben realizarse correcciones cuando se requiere alta precisión para monitorizar las variaciones en lo que concierne a parámetros como temperatura, presión y humedad del aire y su efecto sobre el índice de refracción.

Una aproximación alternativa a la calibración de sistemas consiste en el uso de redes neuronales. Cada nodo suma los valores de todos los estados previos de los nodos conectados a él y realiza una función no lineal en él. Cualquier función real puede ser modelada mediante el uso de los pesos correctos, después de experimentar una apropiada “fase de adiestramiento”, donde los valores del nodo de salida son calculados basados en los valores del nodo de entrada, y entonces comparados con el valor “verdadero” en el proceso de calibración. La discrepancia se usa para ajustar el conjunto de parámetros libres internos y con el uso de muchos datos de entrada y aplicación correcta del proceso repetidamente, se puede obtener convergencia de valores que definen con exactitud el trazado de la calibración. Estos métodos en principio pueden aplicarse a la calibración de sistemas de fibra óptica donde existan no-linealidades y en las que una simple línea que relaciona la entrada con la salida es inapropiada.

- Especificaciones básicas de los sensores

Desde un punto de vista práctico, los sistemas sensores deben tener una serie de especificaciones y características que permitan la cuantificación de la respuesta y que haga posible deducir objetivamente la idoneidad del comportamiento real para la aplicación como sensor para un propósito particular. Es interesante mencionar el significado de cada

uno de los términos básicos para entender dichas especificaciones y evitar malos entendidos. [4]

- Histéresis: Es la incapacidad del sensor de mostrar la misma señal de salida para un valor dado del parámetro a medir. Se traduce en el error en la señal de salida cuando en la curva de calibración se cambia el sentido de variación de dicho parámetro. Se puede medir tras varios ciclos completos de representaciones de la curva de calibración, como el máximo error en la señal de salida para un valor dado del parámetro de entrada a medir.
- Sensibilidad: En general expresa la capacidad de reacción del sistema a un estímulo de entrada. Cuantitativamente se expresa como el cociente entre la variable de salida y la variable de entrada (parámetro a medir), medido en el punto de la curva de calibración determinado por el valor deseado de la variable de entrada. Así en general, depende del punto de la curva de calibración en que la medida se va a realizar. Para señales de entrada pequeñas y tomando incrementos muy pequeños alrededor del punto de funcionamiento, podemos aproximar la *Sensibilidad Absoluta* a

$$S_a \cong \Delta V_o / \Delta V_i$$

donde ΔV_o , ΔV_i son los incrementos en las variables de salida y de entrada. Si $\Delta V_i \rightarrow 0$ se convierte en

$$S_a = dV_o(V_i) / dV_i$$

Sólo cuando la curva de calibración es lineal la sensibilidad toma un único valor, el del gradiente de la línea en cuestión. El caso habitual es el que corresponde a sensores en que la curva de calibración no es lineal. En esos casos es común considerar la sensibilidad como el gradiente de la línea de regresión que mejor se ajusta a la curva.

Un parámetro importante desde el punto de vista práctico es la *sensibilidad cruzada*, que es la sensibilidad con respecto a otras variables indeseadas en la entrada, puesto que una variable de salida puede responder a más de una variable de entrada. Desde el punto de vista de aplicabilidad del sensor es necesario minimizarla de manera que la variable de salida responda sólo a la variable deseada (o en algunos casos variables deseadas).

- Resolución: Es la mínima variación a la entrada que se puede detectar y medir a la salida del sensor con un mínima calidad. La resolución de un sensor está limitada por el ruido del dispositivo sensor.

- Rango de operación: Es el rango de valores del parámetro a determinar que puede medirse con el sensor.
- Rango dinámico: Indica el margen de valores de la señal de entrada que puede ser medida por el sensor. Es el intervalo entre los valores máximo y mínimo de la variable a medir que puede medirse con el sensor. Cuantitativamente se expresa como el cociente de los valores máximo y mínimo medibles de acuerdo con las especificaciones anteriores.

1.1.2 Sensores de fibra óptica de campo evanescente

Un gran número de sensores de fibra óptica, como es el caso de los que describiremos en esta memoria, basan su funcionamiento en la interacción de los modos guiados de la fibra con el exterior, bien directamente o bien mediante el acoplamiento con estructuras intermedias (normalmente en forma de capas) a través del campo evanescente. Cualquier interacción con dicho campo evanescente producirá cambios en las características de la luz que se propaga por la fibra. Lo que se mide entonces es la potencia de salida transmitida por la fibra o su distribución espectral, produciendo así sensores intensiométricos o espectrométricos, de transmisión (cuando lo que se mide es la potencia de salida después de que se ha producido la interacción con el medio externo) o de reflexión (cuando lo que se detecta es la luz que se refleja en la zona sensora).

Existen diferentes formas de acceder a ese campo evanescente del modo guiado. Una de las posibilidades son las fibras *tipo D*, en las que la fibra es curvada y pulida, de modo que el revestimiento se rebaja hasta alcanzar un grosor de unas pocas micras, mientras que el núcleo permanece inalterado, pudiendo interactuar así con el campo evanescente. Como alternativa a las fibras tipo D nos encontramos con las fibras ópticas estrechadas (*tapered*), en las que la fibra es calentada hasta el punto de fusión del vidrio al mismo tiempo que es estirada desde ambos extremos, de forma que la sección transversal disminuye hasta valores del orden de unas pocas micras en una zona de varios milímetros de largo. En esa zona, denominada *cuello*, el diámetro del núcleo puede considerarse despreciable por lo que la fibra pasa a ser una guía de onda formada por el revestimiento de la fibra y el medio externo, pudiendo acceder así al campo evanescente. En comparación con las fibras tipo D, las fibras estrechadas presentan la ventaja de que conservan la simetría cilíndrica, lo cual facilita su tratamiento teórico y hace que su comportamiento sea independiente de la polarización.

1.2 Sensores de fibra óptica para monitorización medioambiental

La clara demanda que existe de métodos de exploración que operen *in-situ* y de forma continua conlleva que las potenciales aplicaciones medioambientales de los sensores en general y de sensores de fibra óptica en particular sean:

- análisis medioambiental como medidas puntuales,
- monitorización continua del objetivo,
- sistemas de alarma precoz,
- sistemas de control medioambiental,
- sistemas de protección medioambiental. [4]

Se pueden clasificar las aplicaciones de detección medioambiental de acuerdo con el área que se va monitorizar: sensores domésticos, monitorizaciones industriales dentro de edificios, sensores al aire libre y en el espacio, sensores marinos o de pureza de agua, etc.

La estrategia apropiada para la monitorización medioambiental es fuertemente dependiente del analito a detectar, el medio que contiene la sustancia de interés, la accesibilidad del área a analizar, la peligrosidad de los entornos circundantes, la calidad deseada de la información obtenida, y de la legislación vigente. Cada paso desde la identificación de un problema de contaminación hasta la limpieza y la potencial monitorización posterior requieren diferentes tipos de técnicas de análisis que ponen de manifiesto los potenciales campos de aplicación de sensores en la monitorización medioambiental.

Tras la identificación de una zona contaminada, es esencial una caracterización extensiva del lugar, incluyendo la naturaleza y nivel de la contaminación. Son necesarias técnicas de análisis y herramientas de diagnóstico para identificar contaminantes esperados y desconocidos. El análisis de los datos obtenidos nos dará las especificaciones de los contaminantes.

Estas medidas requieren normalmente la toma de numerosas muestras discretas, que se analizarán de forma discontinua para conocer la presencia o ausencia de contaminantes. La demanda de explorar el campo y de tener dispositivos portátiles acentúa el uso de métodos en laboratorio miniaturizados aplicables en campo, así como sensores capaces de proporcionar el análisis *in-situ*. Esta última característica es una ventaja de gran valor cuando se considera la determinación de compuestos orgánicos volátiles,

especialmente en fase acuosa, ya que el análisis *in-situ* sin procedimientos de toma de muestras hace que los errores debidos a la evaporación del analito o cambios en las condiciones del medio puedan minimizarse.

Tras trazar el mapa de las áreas contaminadas, se desarrollan estrategias de limpieza que generalmente involucran medidas de análisis para la vigilancia del proceso de limpieza. Una monitorización constante de los contaminantes es crítica para continuamente adaptar dicho proceso así como para disminuir los costes mediante la minimización de esfuerzos de corrección si se alcanza el nivel de limpieza deseado.

Dependiendo de las medidas legislativas, puede ser obligatorio un tratamiento o una monitorización posterior. En ese caso, sensores *in-situ* que actúen como dispositivos de umbrales de alarma serían altamente efectivos en tiempo y coste comparados con el análisis clásico de laboratorio. La robustez, fiabilidad y el ser inertes a influencias electromagnéticas hace a los sensores de fibra óptica candidatos ideales para esas tareas.

Otra área de interés para sistemas de análisis que operan de manera continua es la observación a largo plazo de parámetros medioambientales, como la contaminación del agua causada por considerables cantidades de fertilizantes agrícolas, herbicidas y pesticidas o por la entrada de aguas residuales industriales. Se demandan sensores para determinar parámetros como oxígeno, pH, dióxido de carbono, amoníaco, nitratos, PAH, etc., puesto que dispositivos de monitorización facilitan el control de la calidad del agua y la regulación de los umbrales de alerta medioambientales en caso de accidente. Los lugares de aplicación para dichos sistemas son estaciones de monitorización continua en ríos, estuarios y aguas costeras superficiales. Debido a su versatilidad y flexibilidad los sensores de fibra óptica representan una alternativa atractiva a las medidas electroquímicas establecidas.

1.3 Motivación del trabajo

Como ya se ha puesto de manifiesto, la contaminación de las zonas costeras es uno de los problemas que van en aumento debido especialmente al impacto que provocan las actividades humanas. Es un objetivo esencial, por tanto, para prevenir la contaminación y disponer de agua marina de buena calidad, poseer la capacidad de detección de forma rápida y eficaz de las sustancias contaminantes presentes en ella. Tradicionalmente el control de la calidad del agua se realizaba, tal y como se ha comentado, mediante la toma de muestras para su posterior análisis en el laboratorio, sin embargo sería muy interesante poder disponer de una instrumentación robusta y compacta que permitiera la

monitorización “*in-situ*” y en tiempo real de los parámetros físico-químicos de interés en un laboratorio a bordo de un barco. Para ello los medios ópticos son especialmente apropiados puesto que se pueden adaptar bien a las limitaciones de espacio y su interacción con la sustancia a medir es rápida, no invasiva y muy selectiva. Sin embargo, estos métodos no han sido plenamente explotados.

Esta línea de investigación ha estado presente dentro de los Programas Marco 4º y 5º de la Unión Europea. El grupo de investigación de sensores de fibra óptica, dentro del Grupo Complutense de Óptica Aplicada (AOCG) perteneciente al Departamento de Óptica de la Universidad Complutense, ha participado dentro de dichos Programas Marco en dos proyectos europeos de monitorización medioambiental, el proyecto SOFIE y el proyecto MISPEC.

El proyecto europeo SOFIE¹ se concibió para conseguir la monitorización deseada de las aguas, aprovechando las ventajas que estos métodos ópticos proporcionan. El objetivo final de este proyecto era el diseño, construcción y evaluación de un sistema modular autónomo para la medida de contaminantes y salinidad en el agua marina por métodos ópticos. Es a la medida de este último parámetro en la que se centraron los esfuerzos del grupo de investigación, desarrollando un sensor basado en la resonancia de plasmones superficiales en fibras tipo D recubiertas con una doble capa de aluminio y dióxido de titanio. Como continuación del proyecto SOFIE, una vez demostrada la posibilidad de usar sistemas de fibra óptica para la detección de contaminantes del agua del mar, la Unión Europea proporcionó la financiación necesaria para llevar a cabo un nuevo proyecto, denominado MISPEC², encaminado a la potenciación y mejora de las capacidades de SOFIE. El objetivo final era el desarrollo de sensores, su validación en el laboratorio y la realización de pruebas con el sistema completo en campañas de medidas en campo bajo condiciones reales en emplazamientos relevantes europeos. El trabajo del grupo de investigación consistía en la medida de parámetros tan relevantes como son la salinidad, la temperatura y la presión. Para ello se planteó la mejora del sensor desarrollado

¹ SOFIE (Spectroscopy using Optical Fibres in the marine Environmental), referencia MAS3-CT97-0157, 1997-2000. Más detalles en el capítulo 6.

² MISPEC (Multiparametric in-situ spectroscopic measuring system for coastal monitoring), referencia EVK3-CT2000-00045, 2001-2004. Más detalles en el capítulo 6.

dentro del proyecto SOFIE y se abordó el diseño y desarrollo de sensores de temperatura y presión con fibra óptica. Paralelamente, el proyecto nacional OPTIMA³, al que está asociada mi beca, tenía como propósito el desarrollo de sensores para la determinación simultánea del grado de salinidad y temperatura del agua, aptos para el uso *in-situ* en diferentes escenarios, pero esta vez mediante el uso de fibras estrechadas ya que como se ha mencionado éstas presentan ciertas ventajas con respecto a las fibras tipo D. En el año 2005, dentro del proyecto ROMA⁴ financiado por la Comunidad de Madrid, el propósito es el de producir y caracterizar sensores basados en la resonancia de plasmones superficiales en fibras estrechadas recubiertas con una doble capa de aluminio y dióxido de titanio, en los que mediante la variación de parámetros de las capas depositadas y de los *taper* se puede adaptar a la medida diferentes parámetros.

En la presente memoria se describen principalmente los sensores basados en fibras ópticas estrechadas desarrollados, que es en lo que se centra el grueso de la labor desempeñada. Sin embargo, se mencionará el caso particular del sensor de salinidad basado en fibras tipo D desarrollado en el proyecto MISPEC.

Para alcanzar el fin último de nuestro trabajo (conseguir sensores operativos), las labores realizadas van desde la puesta a punto del dispositivo de fabricación de los *tapers* hasta la caracterización de su comportamiento, pasando por la fabricación de los sensores.

³ OPTIMA (Aplicación de sensores de fibra óptica al control *in-situ* de parámetros físicos del medio acuático), referencia REN 2001-1495, 2002-2004.

⁴ ROMA (Nueva generación de Refractómetros de fibra Óptica para aplicaciones MedioAmbientales), referencia GR/AMB/0615/2004, 2005. Más detalles en capítulo 5.

Referencias

- [1] J.P. Dakin, "Optical Fiber Environmental Sensors", *6th International Conference on Optical Fiber Sensors, Proceedings OFS 89, Springer-Verlag, Berlin*, 186-193 (1989).
- [2] K.T.V. Grattan, T. Sun, "Fiber optic sensor technology: an overview", *Sensors and Actuators A* **82**(1-3), 40-61 (2000).
- [3] K.T.V. Grattan, "Principles of optical fiber sensing for water industry applications", *Measurement* **20**(2), 109-119 (1997).
- [4] "Handbook of optical fibre sensing technology", edited by J.M. López-Higuera, John Wiley & Sons LTD (2002).

CAPÍTULO 2

FIBRAS ÓPTICAS ESTRECHADAS (TAPERS)

Como ya se ha mencionado en el capítulo anterior, numerosos sensores de fibra óptica están basados en la interacción de los modos guiados de ésta con el medio exterior, bien directamente o bien a través del acoplamiento con estructuras, normalmente multicapas, de diversos materiales. Existen diversos procedimientos para hacer posible el acceso de ese campo guiado a dichas estructuras (pulido, *etching*, etc), entre los cuales, desde hace unos años, está cobrando importancia el llamado *tapering* o estrechamiento de las fibras. Respecto de otras configuraciones posibles para los sensores de campo evanescente, como las fibras tipo *D* (curvadas y pulidas hasta que el revestimiento se rebaja a unas pocas micras), las fibras estrechadas presentan la ventaja fundamental de su simetría cilíndrica, lo que facilita su tratamiento teórico y, lo que es más importante, hace su comportamiento independiente de la polarización de la luz incidente, lo que es una característica muy interesante a efectos prácticos. En la literatura se encuentran referencias que muestran que en determinadas aplicaciones los dispositivos basados en fibras estrechadas muestran sensibilidades menores que los basados en fibras pulidas tipo *D* [1,2], aunque presentan eficiencias mayores puesto que las fibras *tapered* permiten interacciones más fuertes.

Podemos construir una fibra óptica *tapered* o estrechada calentándola y estirándola al mismo tiempo en un procedimiento experimental cuyos parámetros deben controlarse con cuidado. En principio, es posible conseguir fibras estrechadas de variada configuración, siendo las magnitudes que definen al *taper* el diámetro de su cintura (región más estrecha), la longitud del estrechamiento y el perfil de la región de transición. Si el estrechamiento se ha realizado adecuadamente se puede conseguir un nivel de pérdidas muy bajo, con lo que la mayoría del campo guiado por la fibra consigue atravesar el *taper*. Es en esa zona estrechada donde ese campo va a estar en contacto con el medio exterior, ya que el núcleo se habrá reducido a un diámetro prácticamente despreciable en la zona estrechada y por lo tanto el campo es guiado por el revestimiento. Se consigue así un más fácil acceso al campo guiado por la fibra.

Recientemente se han propuesto diversos sensores que están basados en las propiedades de transmisión de los *tapers*. En general, el paso de la luz por la zona

estrechada se saldará con unas pérdidas que van a depender fuertemente de las características del medio que rodea al *taper*, así como de las características de la geometría del *taper*. De ese modo, midiendo la potencia óptica transmitida por la fibra dispondremos de un sensor cuyo comportamiento nos revela la variación de una magnitud física asociada al medio exterior (índice de refracción, por ejemplo). También es posible realizar medidas espectrales y emplear muy diversos efectos físicos en la región estrechada para acoplar la radiación, por lo que este tipo de dispositivos muestra una versatilidad poco común, lo que redundará en una potencialidad de uso muy elevada.

Sin embargo, las fibras ópticas estrechadas son dispositivos interesantes tanto desde el punto de vista aplicado que se acaba de comentar, como desde un punto de vista fundamental ya que no se han realizado estudios muy exhaustivos de caracterización de estos dispositivos en función de sus propiedades, aunque sí se conoce bastante bien cuál es el modo de funcionamiento que tienen. Con ánimo de ahondar en esos aspectos, novedosos aún, hemos llevado a cabo varias propuestas de sensores basados en fibras ópticas estrechadas y comprobado su comportamiento en función de diversos parámetros.

En la presente memoria se detallan diversos sensores basados en fibras ópticas estrechadas. Aunque en un *taper* el campo va guiado por el revestimiento, la respuesta que proporciona un *taper* desnudo es a menudo insuficiente para el uso de éste como sensor. En ese caso, para que posea una sensibilidad apropiada se ha de realzar el efecto mediante el uso de un transductor adecuado, que vea modificadas sus propiedades ópticas de forma acusada con las variaciones del parámetro a medir. En este trabajo se han desarrollado sensores en los que el transductor actúa tanto sin modificar la estructura de las fibras estrechadas como modificándola, con intención de ilustrar todo el abanico de posibilidades que proporcionan estos dispositivos. Así se han obtenido dos tipos de sensores, dependiendo de cómo actúe el transductor:

- El transductor responde al efecto del parámetro a medir cambiando la geometría del *taper*. En ese caso seremos capaces de medir dicho parámetro.
- Sobre el *taper* depositamos una estructura de capas, que va a jugar el papel de transductor, siendo posible de esta manera provocar acoplamiento de modos entre la fibra y esa estructura en función de las características del medio que rodea al *taper*. En particular, las fibras estrechadas son muy sensibles a los cambios en el índice de refracción del medio exterior.

En primer lugar se comentará el modo de funcionamiento de las fibras estrechadas, comunes a todos los sensores propuestos, puesto que son muy interesantes en sí mismas. Dejaremos las particularidades de los sensores desarrollados para los capítulos posteriores, en los que se describirán detalladamente cada uno de ellos. Además, nos centraremos en el caso de fibras monomodo, puesto que son estas las que hemos utilizado para realizar el estudio.

2.1 Fibras ópticas estrechadas

Como ya se mencionó en la introducción, calentando y estirando simultáneamente una fibra óptica producimos un estrechamiento en una zona de la fibra llamada *taper*. El *taper* puede entenderse como una estructura de guiado compuesta por cinco regiones diferentes, como puede verse en la figura 2.1.

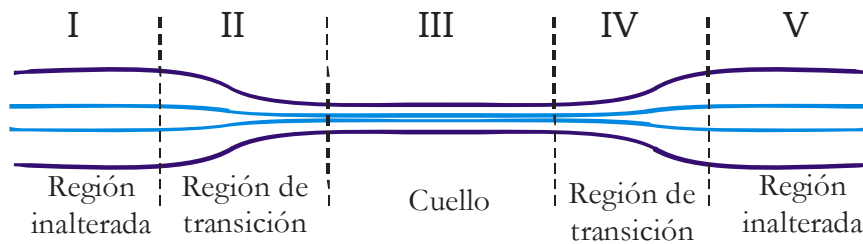


Figura 2.1: Esquema del perfil de una fibra tapered.

Las regiones I y V corresponden a la fibra que ha permanecido inalterada en el proceso de producción del *taper*. Las regiones II y IV son zonas de transición de diámetro decreciente y creciente, respectivamente, normalmente con perfil de forma exponencial. La región III, la zona más estrecha, es el cuello o cintura del *taper*.

La frecuencia normalizada del núcleo de la fibra, V_{co} , es un parámetro que determina el número de modos que puede soportar la fibra y cuya expresión es:

$$V_{co} = \frac{2\pi a}{\lambda} (n_{co}^2 - n_{cl}^2)^{1/2} \quad (2.1)$$

donde a es el radio del núcleo, λ es la longitud de onda de la luz, n_{co} y n_{cl} son los índices de refracción de núcleo y revestimiento respectivamente. Para una fibra monomodo se cumple que $V_{co} \leq 2.405$. Durante el proceso de estrechamiento se reduce el valor de la frecuencia normalizada del núcleo de la fibra. Así mismo, la distribución de intensidad del modo

fundamental de ésta cambia de un perfil estrecho a uno ancho, de manera que ya no podemos considerar los modos como modos del núcleo sino como modos del revestimiento. Si sigue decreciendo el diámetro del núcleo, el campo finalmente llega a introducirse completamente en el revestimiento. Cuando V_{co} pasa a ser menor que 1, la luz ya no está guiada por la frontera núcleo-revestimiento sino que el guiado es controlado por la frontera revestimiento-medio exterior, es decir por el valor local de $V_{cl}(z)$:

$$V_{cl}(z) = \frac{2\pi}{\lambda} \rho(z) (n_{cl}^2 - n_{ext}^2)^{1/2} \quad (2.2)$$

donde $\rho(z)$ es el radio de la fibra en la zona en que $V_{co} < 1$, n_{cl} y n_{ext} son los índices de refracción de revestimiento y medio externo (aire) respectivamente. El núcleo en este punto puede haberse reducido de 5 a 6 veces por lo que puede ser ignorado y considerar que se tiene una guía en la que lo que era el revestimiento ahora actúa como núcleo mientras que el medio externo (aire) actúa de revestimiento. Por tanto, el efecto del proceso de estrechamiento es el de crear una región donde existan los modos del revestimiento. Esta región en la que $V_{co} < 1$, tendrá un valor efectivo de V_{cl} mucho mayor que 2.405 ya que el radio de la fibra es mucho mayor que el del núcleo pero también porque la diferencia de índices de refracción entre el revestimiento y el medio externo es mayor de lo que era la diferencia entre índices del núcleo y el revestimiento, y por tanto puede soportar muchos modos, por lo que la fibra pasa a ser multimodo.

La manera de calcular los modos en una fibra es un procedimiento que está perfectamente descrito en la teoría. [3] Considerando la propagación de una onda electromagnética en una fibra cilíndrica a lo largo de la dirección z , la expresión para los campos en coordenadas cilíndricas están dadas por:

$$\vec{E} = \vec{E}_0(r, \phi) e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.3a)$$

$$\vec{H} = \vec{H}_0(r, \phi) e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.3b)$$

que son armónicos en tiempo y en la coordenada z , y donde ω es la frecuencia angular de la onda y β es la componente z del vector de propagación. Sustituyendo estas expresiones en las ecuaciones de Maxwell para materiales dieléctricos lineales e isotrópos en ausencia de corrientes y densidades de carga que representan el rotacional del campo eléctrico y la divergencia del campo magnético, podemos escribir para las distintas componentes de los campos:

$$\frac{1}{r} \left(\frac{\partial E_z}{\partial \phi} + jr\beta E_\phi \right) = -j\omega\mu H_r; \quad \frac{1}{r} \left(\frac{\partial H_z}{\partial \phi} + jr\beta H_\phi \right) = j\omega\varepsilon E_r \quad (2.4a)$$

$$j\beta E_r + \frac{\partial E_z}{\partial r} = j\omega\mu H_\phi; \quad j\beta H_r + \frac{\partial H_z}{\partial r} = -j\omega\varepsilon E_\phi \quad (2.4b)$$

$$\frac{1}{r} \left(\frac{\partial(rE_\phi)}{\partial r} - \frac{\partial E_r}{\partial \phi} \right) = -j\omega\mu H_z; \quad \frac{1}{r} \left(\frac{\partial(rH_\phi)}{\partial r} - \frac{\partial H_r}{\partial \phi} \right) = j\omega\varepsilon E_z \quad (2.4c)$$

donde μ es la permeabilidad magnética y ε es la permitividad eléctrica. Manipulando estas ecuaciones se consigue que conociendo E_z y H_z , el resto de las componentes de los campos puedan ser determinadas por las siguientes expresiones:

$$E_r = \frac{-j}{q^2} \left(\beta \frac{\partial E_z}{\partial r} + \frac{\mu\omega}{r} \frac{\partial H_z}{\partial \phi} \right); \quad H_r = \frac{-j}{q^2} \left(\beta \frac{\partial H_z}{\partial r} - \frac{\varepsilon\omega}{r} \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \right) \quad (2.5a)$$

$$E_\phi = \frac{-j}{q^2} \left(\frac{\beta}{r} \frac{\partial E_z}{\partial \phi} - \mu\omega \frac{\partial H_z}{\partial r} \right); \quad H_\phi = \frac{-j}{q^2} \left(\frac{\beta}{r} \frac{\partial H_z}{\partial \phi} + \varepsilon\omega \frac{\partial E_z}{\partial r} \right) \quad (2.5b)$$

donde $q^2 = \omega^2\varepsilon\mu - \beta^2 = k^2 - \beta^2$, siendo k el número de onda cuyo valor en términos de la longitud de onda, λ , es $k = 2\pi/\lambda$. Por tanto, basta con resolver las ecuaciones para E_z y H_z para conocer todas las componentes de los campos.

Sustituyendo las ecuaciones (2.5) en las ecuaciones (2.4c) se obtienen las ecuaciones de onda en coordenadas cilíndricas para las componentes longitudinales:

$$\left\{ \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \phi^2} + q^2 \right\} \psi = 0 \quad (2.6)$$

donde ψ representa cualquiera de las dos componentes longitudinales de los campos, E_z y H_z .

Consideraremos el caso de una fibra de salto de índice de revestimiento infinito (el espesor del revestimiento es lo suficientemente grande como para que el campo de los modos guiados por el núcleo tenga valores despreciables en la frontera con el medio externo) que definimos como:

$$n(r) = n_{co}; \quad \text{para } r < a,$$

$$n(r) = n_{cl}; \quad \text{para } r > a.$$

con $n_{co} > n_{cl}$ para que sea una guía de ondas. Se buscan los modos guiados y para ello se recurre al método de separación de variables, de manera que la solución de la ecuación de ondas puede escribirse como:

$$E_z = A F_1(r) F_2(\phi) F_3(z) F_4(t) \quad (2.7)$$

Se asume que las dependencias en z y t son de la forma:

$$F_3(z) F_4(t) = e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.8)$$

puesto que la onda es sinusoidal en el tiempo y se propaga a lo largo del eje z . Además, debido a la simetría circular de la fibra, las componentes de los campos han de ser periódicas en ϕ ya que no deben cambiar cuando la coordenada ϕ se incremente en 2π . Así:

$$F_2(\phi) = e^{j\nu\phi} \quad (2.9)$$

donde ν debe ser un número entero, positivo o negativo. Introduciendo esta solución en la ecuación de onda dada por (2.3), queda:

$$\frac{\partial^2 F_1}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial F_1}{\partial r} + \left(q^2 - \frac{\nu^2}{r^2} \right) F_1 = 0 \quad (2.10)$$

que es la ecuación diferencial para las ecuaciones de Bessel. La misma ecuación se obtiene para H_z . Esta ecuación tiene diferentes soluciones dentro y fuera del núcleo ya que en el núcleo los modos guiados deben ser finitos para $r \rightarrow 0$ pero la solución ha de tender a cero para $r \rightarrow \infty$. Así, definiendo los parámetros:

$$u^2 = k_1^2 - \beta^2, \quad \text{con} \quad k_1 = k_0 n_{co} = 2\pi n_{co} / \lambda \quad (2.11a)$$

$$w^2 = \beta^2 - k_2^2, \quad \text{con} \quad k_2 = k_0 n_{cl} = 2\pi n_{cl} / \lambda \quad (2.11b)$$

los campos dentro y fuera del núcleo se pueden escribir como:

$$E_z(r < a) = A J_\nu(ur) e^{j\nu\phi} e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.12a)$$

$$H_z(r < a) = B J_\nu(ur) e^{j\nu\phi} e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.12b)$$

$$E_z(r > a) = C K_\nu(wr) e^{j\nu\phi} e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.12c)$$

$$H_z(r > a) = D K_\nu(wr) e^{j\nu\phi} e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (2.12d)$$

donde A, B, C y D son constantes arbitrarias, y $J_\nu(ur)$ y $K_\nu(wr)$ son las funciones de Bessel de primera y segunda especie de orden ν . De las definiciones de las funciones de Bessel y de las condiciones de guiado de nuestra fibra puede deducirse que el rango permitido para los valores de la constante de propagación para que haya soluciones guiadas es:

$$n_2 k = k_2 \leq \beta \leq k_1 = n_1 k \quad (2.13)$$

Las soluciones para β se determinan a partir de las condiciones de frontera. Las componentes tangenciales de los campos deben ser iguales dentro y fuera de la intercara entre núcleo y revestimiento. Para igualar dichas componentes en $r = a$, sustituimos las expresiones de las componentes longitudinales dadas por (2.12) en las expresiones para las componentes transversales dadas por (2.5b) y obtener así sus expresiones para las regiones del núcleo y revestimiento. Aplicando la igualdad de las componentes en la frontera:

$$E_{z1} - E_{z2} = A J_\nu(ua) - C K_\nu(wa) = 0 \quad (2.14a)$$

$$H_{z1} - H_{z2} = B J_\nu(ua) - D K_\nu(wa) = 0 \quad (2.14b)$$

$$E_{\phi1} - E_{\phi2} = -\frac{j}{u^2} \left[A \frac{j\nu\beta}{a} J_\nu(ua) - B \omega \mu u J'_\nu(ua) \right] - \frac{j}{w^2} \left[C \frac{j\nu\beta}{a} K_\nu(wa) - D \omega \mu w K'_\nu(wa) \right] = 0 \quad (2.14c)$$

$$H_{\phi1} - H_{\phi2} = -\frac{j}{u^2} \left[B \frac{j\nu\beta}{a} J_\nu(ua) + A \omega \epsilon_{co} u J'_\nu(ua) \right] - \frac{j}{w^2} \left[D \frac{j\nu\beta}{a} K_\nu(wa) + C \omega \epsilon_{cl} w K'_\nu(wa) \right] = 0 \quad (2.14d)$$

donde $J'_\nu(ur)$ y $K'_\nu(wr)$ son las derivadas de dichas ecuaciones de Bessel con respecto al argumento. Este es un conjunto de cuatro ecuaciones con cuatro incógnitas, los coeficientes A, B, C y D. Existirá solución no trivial para estas ecuaciones únicamente si el determinante de estos coeficientes es cero, y eso nos lleva a la siguiente ecuación de autovalores para β :

$$(J_\nu + K_\nu)(k_1^2 J_\nu + k_2^2 J_\nu) = \left(\frac{\beta\nu}{a} \right)^2 \left(\frac{1}{u^2} + \frac{1}{w^2} \right)^2 \quad (2.15)$$

donde:

$$J_v = \frac{J'_v(ua)}{uJ_v(ua)}, \quad K_v = \frac{K'_v(wa)}{wK_v(wa)} \quad (2.16)$$

Resolviendo esta ecuación trascendental se observa que únicamente un número discreto de valores están permitidos por encontrarse dentro del rango permitido dado por (2.13).

Para el caso en que se trabaje con una fibra *tapered* en la que el núcleo pueda considerarse despreciable, la situación resuelta es precisamente el caso de interés puesto que la luz pasa a estar guiada por el revestimiento, que hará las veces de núcleo de la fibra, y el medio externo pasa a ser el revestimiento infinito. Cuando no puede despreciarse el núcleo el procedimiento a seguir es el mismo, pero ahora es necesario considerar una capa más por lo que habrá que definir parámetros extra que la describan.

2.2 Tipos y técnicas de fabricación de las fibras ópticas estrechadas

Los *tapers* pueden mostrar perfiles longitudinales muy diferentes, lo que redonda en diferentes respuestas y por lo tanto en distintas aplicaciones. Cuando la variación del perfil de la fibra estrechada sea lo suficientemente suave como para que el guiado del campo no se vea afectado y las pérdidas totales en la luz transmitida sean bajas, hablaremos de los llamados *tapers adiabáticos*. Un *taper* es aproximadamente adiabático si el ángulo del *taper* en las zonas de transición es lo suficientemente pequeño para que asegure una pérdida de potencia del modo fundamental despreciable según se va propagando a lo largo del *taper*. [4] Para producir un *taper* adiabático es preciso tener un control total de los parámetros fundamentales del *taper* (su longitud total, la de su cuello, y la longitud y forma de las zonas de transición hacia el estrechamiento). A menudo los *tapers* son producidos con una fundidora de fibra y se denominan entonces *bicónicos*. Esos *tapers* son cortos, de una longitud de cuello de típicamente 0.1 mm y longitud total 1 mm, [5] y muy abruptos y sus parámetros fundamentales no pueden ser controlados.

Existe la posibilidad de producir *tapers* largos calentando la fibra tanto mediante el uso de pequeños calentadores eléctricos (placas, cilindros, etc) como mediante la técnica del *travelling-burner*, o quemador móvil, que describiremos en el apartado siguiente. Estos *tapers* pueden tener longitudes de cuello de varios milímetros, 2.5 mm [6] y 15 mm [7] respectivamente, y longitudes totales de varios centímetros. Entre los autores que optan por el primer método Bobb et al. [6] se valen del calentamiento de un calentador de platino

de 1 cm de ancho para producir *tapers*, sujetan un extremo de la fibra y tiran del otro extremo aplicando una tensión de 5-10 g mientras calientan la fibra con el horno. Tras un periodo de tiempo determinado, cesa el estiramiento y al medir el perfil se observa un perfil asimétrico debido a que únicamente se aplica tensión en un extremo. Usando el método del quemador móvil los parámetros del *taper* sí son controlables, de manera que podemos establecerlos para asegurarnos un perfil suave en las diferentes regiones, obteniendo así *tapers* prácticamente adiabáticos. La posibilidad de controlar los parámetros que caracterizan al *taper* supone una gran ventaja a la hora de diseñar un dispositivo sensible para una tarea específica. Por el hecho de tener cuellos de varios milímetros de longitud es por lo que denominamos a los *tapers* realizados de esta manera como *tapers de cuello uniforme* (UWT: *Uniform-Waist Tapered fibers*). El incremento en la longitud de los *tapers* debido a este método de producción es una característica positiva también ya que un aumento en la longitud del *taper* implica un aumento del área sensible. Por todas estas razones ventajosas nosotros hemos utilizado en el desarrollo de nuestros sensores, *tapers* de cuello uniforme.

2.3 Técnica del quemador móvil

Como hemos mencionado en el apartado anterior, para la fabricación de los *tapers* hemos optado por el uso de la técnica del quemador móvil. Este método consiste en la sujeción de una fibra de manera horizontal sobre una fuente de calor y, al tiempo que el quemador va barriendo la zona deseada de la fibra, el estirado de la misma por unos motores, hasta alcanzar la forma adecuada. El quemador proporciona una llama a partir de la combustión de una mezcla de oxígeno y butano. La velocidad de barrido del quemador debe ser mucho mayor que la velocidad de elongación de la fibra para poder simular así una llama extensa con una distribución de temperaturas uniforme, y la longitud de barrido puede alterarse durante el proceso de estrechamiento para conseguir *tapers* con el perfil deseado. Mediante esta técnica se puede conseguir cualquier perfil razonable de *taper* ya que los parámetros fundamentales del *taper* pueden ajustarse controlando la velocidad de los carros que sostienen la fibra y el movimiento del quemador, tanto en rango como en velocidad, recurriendo a modelos teóricos que predicen los parámetros geométricos de los *tapers* a partir de esas magnitudes.

Otros sistemas en los que la fuente de calor permanece estacionaria, *quemador estacionario*, han mostrado ser capaces también de producir *tapers* de pocas pérdidas. En este caso la llama tiene varios milímetros de longitud y no se mueve. Experimentalmente se

observa que la zona caliente efectiva es menor que la longitud física de la llama y que cambiando la longitud del quemador utilizado aumenta o disminuye pero de forma impredecible. Claramente dentro de la llama existe una región de máxima temperatura que se aproxima a una zona de temperatura uniforme y es enormemente dependiente de la naturaleza de la llama. La principal desventaja es que no es posible con este método alterar la longitud de esa zona caliente durante el estiramiento para poder producir *tapers* de cualquier perfil. [8]

2.3.1 Equipo de fabricación de *tapers* utilizado

Como se ha apuntado anteriormente, la posibilidad de producir *tapers* con las características físicas y de guiado que deseemos es algo primordial para nuestras necesidades. Se ha mostrado que la elección del tipo de fuente de calor es un factor decisivo es ese aspecto y por esa razón se ha optado por el uso de la técnica del quemador móvil en la fabricación de nuestros *tapers*. El dispositivo del que disponemos para la producción de *tapers*, y que puede verse en la figura 2.2, fue desarrollado por la Universidad de Valencia con este fin, y utiliza esta técnica del quemador móvil. [9]

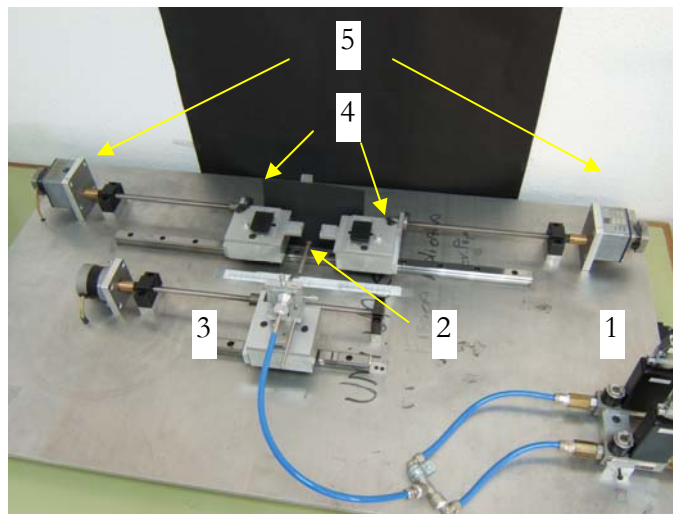
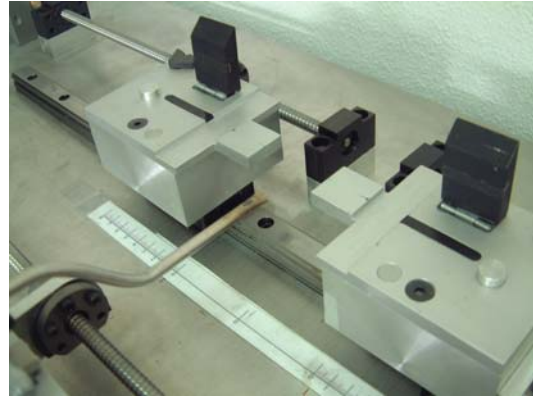
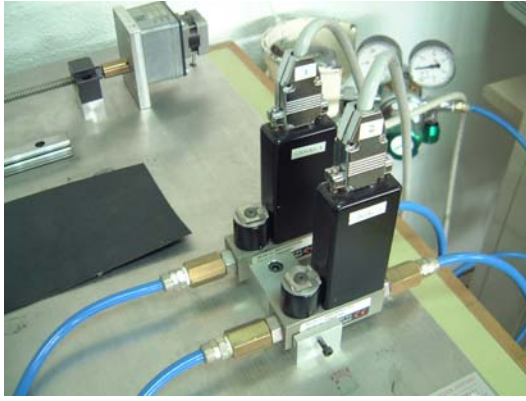


Figura 2.2: Foto del dispositivo para la fabricación de fibras *tapered*. (1) Controladores de flujo de gases, (2) Quemador, (3) Sistema de barrido, (4) Sujeción de las fibras, (5) Mecanismo de estiramiento de fibra.

La máquina se controla mediante ordenador y consta de un quemador con su sistema mecánico de barrido, el mecanismo de sujeción y estirado de las fibras y el sistema de control. Estos elementos pueden verse con más detalle en las siguientes figuras:



Figuras 2.3: a) Detalle de los controladores máxicos de flujo, b) Detalle del quemador y del mecanismo de sujeción y estirado de la fibra.

Se va a describir a continuación cada uno de los elementos más detalladamente:

➤ El quemador y el control de la llama

La llama de que dispone el sistema, que como ya se ha dicho se obtiene a partir de una mezcla de oxígeno y butano, tiene un tamaño muy pequeño (aproximadamente 2 mm de ancho por 3 mm de alto, aunque la zona de máxima temperatura, que es la zona en que hay que colocar la fibra, es de 1 mm de alto) de manera que se puede considerar cuasi-puntual.

Es muy importante poder controlar las características de la llama tanto para lograr una producción eficaz de los *tapers* como para conseguir una buena repetibilidad en el proceso de fabricación. Por esta razón, a la salida de las bombonas de cada uno de los gases se instalaron unos reguladores de presión que ajustan la presión de salida de los gases desde las bombonas, y a la salida de éstos se colocaron unos controladores máxicos de flujo¹ digitales que con una alta precisión permiten fijar el valor deseado de flujo para cada uno de los gases, que proporcionan la llama óptima para la producción de los *tapers*, y que se pueden ver en la figura 2.3a. La ventaja que presentan estos controladores de flujo es que una vez que se conocen los valores óptimos para los flujos de los diferentes gases ya no es necesario volver a calibrar el sistema puesto que no se desajusta, a diferencia de lo que ocurre con otros mecanismos de control de flujo como pueden ser las llaves de aguja en los

¹ Controladores máxicos 5850TR y unidad de control 0154 proporcionados por Euroval.

que cada cierto tiempo es necesario volver a realizar pequeños ajustes. La mezcla de gases se produce en un microsoplete convencional, como se observa en la figura 2.3b.

La llama óptima es aquella cuya temperatura es lo suficientemente alta como para que se alcance la temperatura de deformación plástica del vidrio y no se rompa la fibra cuando se la empieza a estirar, pero no demasiado alta porque en ese caso se producen deformaciones y asimetrías en la fibra por su propio peso que se traducen en unas mayores pérdidas. La temperatura de la fibra se controla variando la temperatura de la llama mediante el cambio en la proporción de los gases o bien variando la altura del microsoplete, y por tanto de la llama, con respecto a la fibra.

➤ Sistema de barrido

El quemador está ensamblado en un carro que se encuentra sobre unas guías y cuyo movimiento gobierna un motor de corriente continua. El motor está dirigido por un sistema electrónico que permite controlar su velocidad. Cambiando la polaridad de la alimentación del motor se consigue que el desplazamiento del carro invierta el sentido, lográndose así el movimiento oscilatorio de barrido.

➤ Mecanismo de sujeción y de estirado de la fibra

La fibra se coloca y se asegura mediante unas pinzas sobre dos carros que son arrastrados a la misma velocidad y en sentidos opuestos sobre un sistema de guías como el del quemador. Se puede ver en detalle en la figura 2.3b. De nuevo, dos motores idénticos de corriente continua regulan la velocidad de los carros.

2.3.2 Ajuste de los parámetros fundamentales de los tapers

El modelo teórico que se ha seguido para el ajuste de los parámetros de los *tapers* que fabricamos es el propuesto por Birks y Li, [10] y es la generalización de otros modelos anteriores al caso en que la longitud de la región de calentamiento varía. [11] El problema de encontrar el perfil particular que resulta de estrechar una fibra con una determinada fuente de calor, con su propia distribución de temperatura, es un problema más o menos complicado de mecánica de fluidos. El modelo de Birks y Li considera que la sección de la fibra calentada es siempre cilíndrica y que se calienta a una temperatura uniforme (por lo tanto la viscosidad es uniforme) de manera que no son necesarias las técnicas de mecánica de fluidos, aparte de la conservación de la masa (y por tanto del volumen de vidrio).

Se asume que una longitud L_0 de fibra se calienta uniformemente y se estira, mientras que fuera de esta zona caliente la fibra está fría y sólida. Los parámetros empleados en el modelo se pueden ver indicados en la estructura de la fibra estrechada que aparece en la figura 2.4.

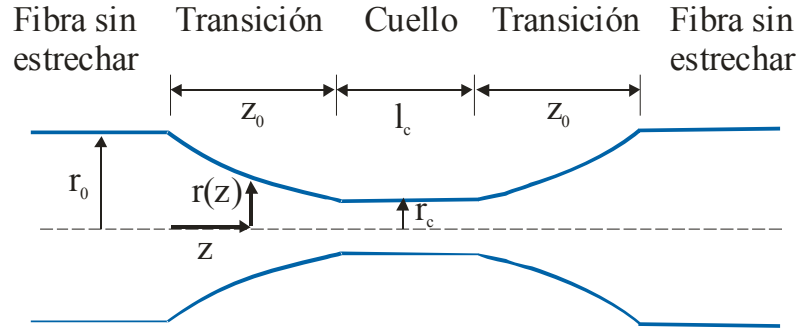


Figura 2.4: Perfil longitudinal de una fibra *tapered*. Se indican los parámetros relevantes para el modelo teórico utilizado. [10]

Se predice que la variación del radio el cuello del *taper*, r_c , con la extensión total del *taper*, x , es:

$$r_c(x) = r_0 \cdot \exp[-x/2L_0] \quad (2.17)$$

donde r_0 es el diámetro inicial de la fibra y L_0 es la longitud inicial de la zona caliente. El valor de éste en la zona más estrecha se calcula como $r_c(x_0)$, donde x_0 es el estiramiento final del *taper*. La longitud del cuello es de L_0 y las regiones de transición tienen siempre una forma exponencial:

$$r(z) = r_0 \cdot \exp[-z/L_0] \quad (2.18)$$

donde z es la distancia a lo largo de la región de transición.

El modelo se generaliza permitiendo que la longitud de la zona caliente varíe durante el estiramiento, proporcionando así un procedimiento por el que se pueda producir *tapers* de cualquier forma. Si la longitud de la zona caliente varía linealmente como:

$$L(x) = L_0 + \alpha \cdot x \quad (2.19)$$

donde α es una constante que determina la variación de la zona caliente y estiramiento del *taper* y que debe cumplir $\alpha \leq 1$. La variación del radio del cuello se describe ahora:

$$r_c(x) = r_0 \left[1 + \frac{\alpha x}{L_0} \right]^{-1/2\alpha} \quad (2.20)$$

y su longitud como: $l_c = L_0 + \alpha \cdot x_0$.

Las regiones de transición del *taper* son ahora:

$$r(z) = r_0 \left[1 + \frac{2\alpha z}{(1-\alpha)L_0} \right]^{-1/2\alpha} \quad (2.21)$$

Si $\alpha \rightarrow 0$, se obtiene el perfil exponencial dado por (2.18).

En la figura siguiente se muestran los diferentes perfiles de los *tapers* en función del valor del parámetro α para unos valores dados de r_0 , L_0 y un radio de cuello de valor $r_c = r_0/4$:

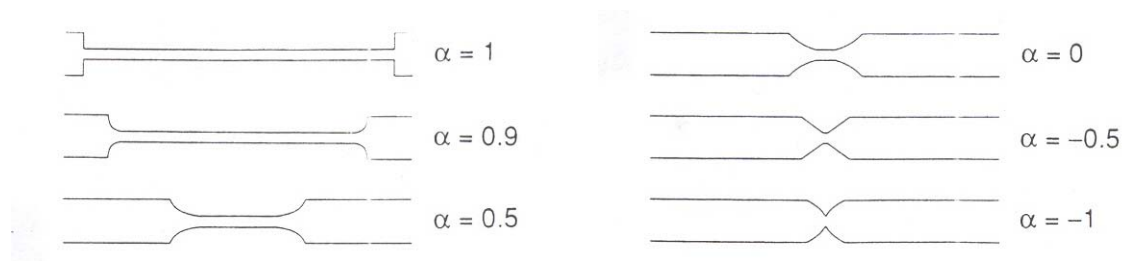


Figura 2.5: Perfiles resultantes para los *tapers* en función del valor del parámetro α , a partir de una zona caliente variable y para los mismos valores de r_0 , L_0 y r_c . [10]

Se puede ver que cuanto mayor es el valor de α , mayor es la longitud del cuello del *taper*. Cuando $\alpha = 1$ la longitud del cuello es de $16L_0$ mientras que para $\alpha = 0$ es de L_0 .

Aunque las premisas del modelo no se cumplen en todos los sistemas de estiramiento de fibras, por ejemplo en el caso del quemador estacionario la no uniformidad de la distribución de temperatura de la llama hace que el perfil experimental del *taper* producido no se ajuste con el valor predicho por el modelo, se demuestra experimentalmente que la correspondencia de sus resultados con los perfiles de *tapers* producidos mediante la técnica del quemador móvil es buena.

2.4 Comportamiento de la luz guiada por una fibra estrechada

El comportamiento de la luz guiada en la fibra *tapered* puede entenderse en términos del acoplamiento local de modos. Consideraremos una fibra monomodo de salto de índice que permanece estirada (ver figura 2.6). Para identificar los modos que se propagan por la

fibra consideraremos que se pueden tratar como linealmente polarizados, LP, aunque el razonamiento puede seguirse igualmente con la nomenclatura exacta para los modos.

En la región I de la figura 2.1 (región sin estrechar) la luz está guiada por el núcleo y únicamente se propaga el modo de menor orden, el modo fundamental LP_{01} . En la región II (en la que disminuyen tanto el diámetro del núcleo como el del revestimiento, manteniendo constante su tamaño relativo) la propagación de la luz se puede describir inicialmente en términos del modo local guiado por el núcleo LP_{01} , que es el modo que se obtiene para unas condiciones locales determinadas (para el valor del radio del núcleo en cada punto concreto). Esta descripción es exacta siempre que el *taper* sea suficientemente gradual como para que se obtenga una propagación adiabática. La disminución del tamaño del núcleo hace que se ensanche el perfil de la distribución de intensidad del modo fundamental, y para un radio de núcleo lo suficientemente pequeño el campo modal se extiende hasta la intercara entre el revestimiento y el medio externo. Como la mayor parte de la potencia del modo LP_{01} se propaga ahora por el revestimiento, puede considerarse a partir de este punto que la luz está guiada por la frontera entre el revestimiento y el medio exterior. El punto en que la luz pasa de estar guiada por el núcleo a estarlo por el revestimiento es aquel en que el radio del núcleo ha disminuido hasta tal punto que el valor de la frecuencia normalizada del núcleo es aproximadamente igual a la unidad, $V_{co}=1$. Al alcanzar ese punto, la luz se propaga por una guía de onda formada por el revestimiento y el medio externo. Como el tamaño del revestimiento, que es el que hace el papel de núcleo en esta nueva guía de ondas, es grande y el índice de refracción del medio exterior puede ser bajo, la frecuencia normalizada es ahora grande y se posibilita la propagación de muchos modos. Como ahora la fibra es multimodo, debido al proceso de estrechamiento se podrá producir el acoplamiento entre el modo local guiado por el revestimiento LP_{01} y modos del revestimiento de orden superior, LP_{0q} . Sin embargo, el acoplamiento se produce preferentemente entre el modo LP_{01} y el modo LP_{02} , ya que ambos tienen la misma simetría azimutal y se minimiza la falta de casamiento de fase (*phase mismatch*), y por tanto a medida que la luz se propaga a lo largo del *taper* la energía se transfiere principalmente entre estos modos locales del revestimiento. Cuando la luz llega otra vez al punto de la región IV en que se cumple que $V_{co}=1$, sólo la luz presente en el modo guiado por el revestimiento LP_{01} es recuperada por el núcleo de la fibra. La potencia transferida al modo LP_{02} y que permanezca en él al llegar al punto en que $V_{co}=1$ se pierde, lo que se pone de manifiesto como una disminución en la transmisión del *taper*. Únicamente la luz que permanecía en el

modo LP_{01} del revestimiento se transfiere al modo LP_{01} del núcleo, que es guiado entonces por la fibra monomodo inalterada, región V. [12]

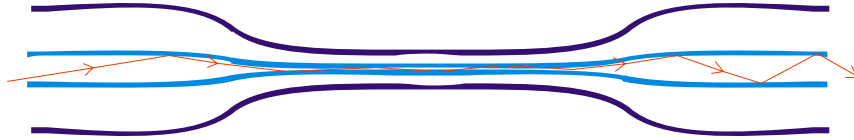


Figura 2.6: Fibra estrechada estirada.

Este modelo también permite comprender cómo afecta el índice de refracción del medio exterior a la transmisión a través del *taper*. El campo de la luz que se propaga por la región estrechada se extiende hasta el medio externo que rodea el revestimiento, de manera que una alteración del índice de refracción del medio exterior altera la constante de propagación del modo LP_{02} más que la del LP_{01} y por lo tanto cambia la proporción a la que se intercambia energía entre esos modos acoplados.

Teniendo en cuenta este modelo basado en el acoplamiento de modos se puede revisar la clasificación de los tipos de *tapers* que dimos en el apartado 2.2. En dicho apartado se hablaba de *taper* adiabático cuando el perfil de la fibra estrechada es lo suficientemente suave como para que el guiado del campo no se vea afectado y las pérdidas totales en la luz transmitida sean bajas. Ahora se puede añadir que en un *taper* perfectamente adiabático la evolución del campo modal y los cambios de fase acumulados a lo largo de éste se describen únicamente por el modo fundamental LP_{01} , es decir que no hay transferencia de potencia desde el modo fundamental a otros modos. Para *tapers* ligeramente no-adiabáticos, el acoplamiento se produce predominantemente entre los modos LP_{01} y LP_{02} . Para *tapers* abruptos el acoplamiento se produce entre el modo LP_{01} y varios de los modos de orden superior LP_{0m} del revestimiento. [13] En estos dos últimos casos, la transmisión para la potencia del modo LP_{01} a través de la sección del *taper* muestra un comportamiento oscilatorio en función de la elongación, el índice de refracción del medio externo [14] y la longitud de onda [12]. La amplitud de la oscilación depende del perfil de índices de la fibra y de la geometría del *taper*.

Es necesario recordar que este modelo se ha obtenido considerando unas condiciones adiabáticas de propagación, para las cuales las soluciones de las ecuaciones de Maxwell son cercanas a los modos locales que se han considerado (modos de una guía de onda cilíndrica con un perfil de índice localmente igual al perfil real variable de la guía de

onda). Para situaciones cuasi-adiabáticas este modelo de acoplamiento local de modos describe con precisión la transferencia de potencia mediante un limitado número de modos locales. Sin embargo para *tapers* abruptos las soluciones de Maxwell son bastante diferentes de los modos locales considerados, que no tienen en ese caso sentido físico, y el campo guiado no se puede representar por una superposición de dos o tres modos locales. De este razonamiento se desprende que el modelo es aplicable únicamente a los casos en que las condiciones son cercanas a las condiciones de adiabaticidad. Lacroix et al. [15] muestran la teoría en el caso de *tapers* abruptos.

2.4.1 Criterio de adiabaticidad

El criterio de “variación lenta” introducido por Snyder y Love [16], indica que para asegurar la exactitud de la solución de modos locales el perfil de la fibra debe cambiar lentamente como para que el cambio sea significativo en una distancia mayor que la longitud de batido, z_b , entre dos modos. La longitud de batido más grande está dada por:

$$z_b = 2\pi/(\beta_1 - \beta_2) = \lambda/\delta n_{ef} \quad (2.22)$$

siendo β_1 y β_2 las constantes de propagación de dichos modos, de manera que el criterio se puede expresar como:

$$\left| \frac{d\rho}{dz} \right| \ll \frac{\rho}{z_b} \quad (2.23)$$

donde $|d\rho/dz|$ es la pendiente del perfil del *taper*, ρ es el radio de la guía y z es la distancia a lo largo del *taper*.

Stewart y Love (SL) representaron la curva límite:

$$\left| \frac{d\rho}{dz} \right|_{SL} = \frac{\rho}{z_b} = \frac{\rho(\beta_1 - \beta_2)}{2\pi} \quad (2.24)$$

superpuesta en la misma gráfica a la pendiente del perfil del *taper*. Esta es una forma rápida de evaluar el perfil del *taper* con respecto al criterio de variación lenta. Si la máxima pendiente del *taper* está lejos de alcanzar la curva límite de Stewart-Love el proceso se puede considerar adiabático. El formalismo de acoplamiento local de modos predice un intercambio máximo de potencia entre los modos LP_{01} y LP_{02} del orden de un 10 %. Para *tapers* cuyos perfiles muestran una pendiente de 10 a 20 veces mayor que la permitida por la curva límite Lacroix et al. [15] han registrado transferencias de potencia mayores entre el

modo LP_{01} y otros modos. Por lo tanto, siempre que exista una gran cantidad de potencia transferida desde el modo LP_{01} al modo LP_{02} en una fibra *tapered*, se deberá abandonar la descripción en términos de dos modos locales acoplados.

Como criterio más riguroso Snyder y Love pusieron como condición para que la transferencia de potencia entre modos sea despreciable que la longitud de acoplamiento cruzado $z_c = 1/C$ debe ser grande comparado con la longitud de batido local z_b , donde C es el coeficiente de acoplamiento de los modos locales apropiados. Normalizando los coeficientes de acoplamiento con respecto a la pendiente relativa:

$$\bar{C} = C / \left\{ \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dz} \right\} \quad (2.25)$$

se puede escribir, en analogía con Stewart y Love, la pendiente crítica para visualizar el régimen de pequeño acoplamiento (PA):

$$\left| \frac{d\rho}{dz} \right|_{PA} = \left| \frac{d\rho}{dz} \right|_{SL} / \bar{C} = \frac{1}{C} \frac{\rho}{z_b} \quad (2.26)$$

Tanto el criterio de variación lenta como su análogo con coeficientes de acoplamiento indican que para que el acoplamiento sea despreciable la pendiente debe ser mucho menor que las pendientes dadas por las curvas definidas por (2.24) y (2.26). [17] Sin embargo, aunque el criterio de variación lenta es más fácil de efectuar ya que no tiene en cuenta los coeficientes de acoplamiento, el criterio de acoplamiento pequeño se espera que sea un criterio más exacto. [4]

En la figura 2.7 puede verse un ejemplo de las curvas de visualización de los criterios de Stewart-Love y de pequeño acoplamiento entre los modos LP_{01} y LP_{02} , junto con la pendiente del perfil de un *taper*. Se representa tanto la pendiente como el radio normalizados con respecto al radio de la fibra sin estrechar ρ_0 . En ella se puede observar que ambas curvas presentan un mínimo más o menos acusado para un determinado valor del radio normalizado. En la zona en que la pendiente del *taper* se encuentra por encima de las curvas de los criterios considerados es donde se produce el acoplamiento del modo fundamental con otros de orden superior.

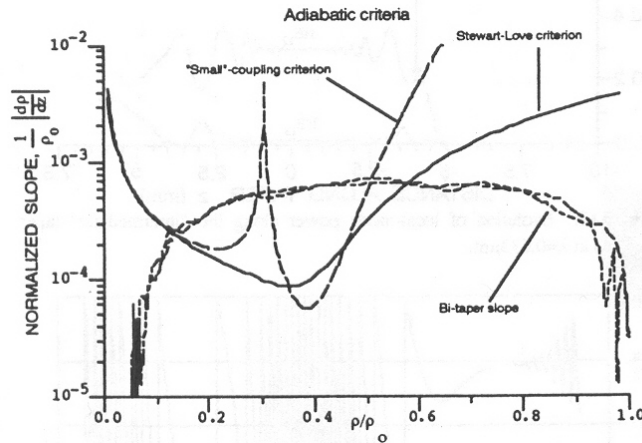


Figura 2.7: Visualización de los criterios de adiabaticidad: el criterio de Stewart-Love y el de pequeño acoplamiento.

2.4.2 Efecto del núcleo de una fibra estrechada

Estrictamente, una fibra *tapered* debe considerarse como una estructura de tres capas: núcleo-revestimiento-medio externo. Generalmente, los modelos que analizan las fibras ópticas estrechadas suelen despreciar el núcleo bajo la suposición de que no juega un papel significativo en el mecanismo de acoplamiento de potencia. Sin embargo, en algunos casos, como es el de *tapers* con pequeñas elongaciones, es necesario tener en cuenta la influencia residual del núcleo de la fibra. Lacroix et al. [14] lo pusieron de manifiesto al representar la potencia del modo del núcleo frente al índice de refracción del medio externo para *tapers* de distintas elongaciones, l , y diámetros de cuello, ϕ , en régimen no adiabático, tal y como se puede ver en la figura 2.8.

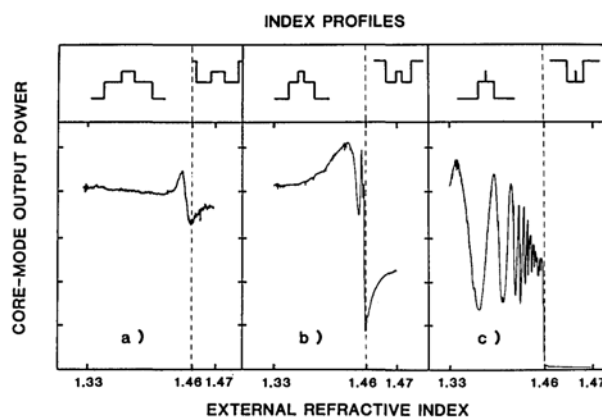


Figura 2.8: Respuesta con respecto al índice de refracción exterior en función de la longitud de los *tapers*: a) de pequeña elongación ($l \approx 1.3$ mm, $\phi = 25$ μ m), b) de elongación media ($l \approx 2$ mm, $\phi = 14$ μ m), y c) de elongación grande ($l \approx 3.3$ mm, $\phi = 10$ μ m). [14]

Se puede observar lo siguiente:

- Para valores del índice exterior menores que el índice de refracción del revestimiento, se observan oscilaciones en la potencia de salida del modo del núcleo debidas a las condiciones de casamiento de fase (*phase matching*) entre los modos involucrados en el proceso al variar el índice de refracción externo, tanto más rápidas cuanto más cerca está el valor del índice exterior del índice del revestimiento. Además este efecto es más pronunciado cuanto más largo y delgado es el *taper*.
- Cuando el índice exterior se aproxima al del revestimiento, la potencia disminuye súbitamente ya que la fibra pasa a ser una fibra de salto de índice con revestimiento infinito y aunque el guiado de la luz es por el núcleo, es un guiado tan débil que el modo HE_{11} está en corte en gran parte de la región del *taper* ($V < 1$). Por tanto, el guiado será muy sensible a pérdidas por radiación debidas a estrechamientos y otras perturbaciones. Para *tapers* con mayores elongaciones V tiene un valor más pequeño y hay una zona de interacción más larga por lo que el efecto de pérdidas se acentúa.
- Por encima del valor de corte del índice (índice del revestimiento), parte de la potencia del modo del núcleo es recuperada al aumentar el índice de refracción del medio exterior, n , por el guiado adicional debido a las reflexiones de Fresnel en la intercara entre el revestimiento y el medio externo. No se producen oscilaciones para $n > n_{cl}$ ya que la estructura se comporta como si fuera monomodo.

Resumiendo: cuanto más corto es el *taper*, menos oscilaciones sufre para índices menores al del revestimiento, menor es la caída de potencia cuando el índice se iguala al del revestimiento y mayor es la potencia que se recupera cuando el índice es superior al del revestimiento. Todo ello es debido a que el tamaño del núcleo es todavía considerable como para que la luz esté considerablemente guiada en la región de índices menores al del revestimiento. Al aumentar el tamaño, más cantidad de luz se escapa al guiado por el núcleo y puede accederse a ella al aumentar el índice de refracción por encima del valor del revestimiento.

La influencia residual del núcleo no puede ser ignorada si se pretende realizar un cómputo completo de la propagación de los modos en la fibra *tapered*. Sin embargo el efecto es despreciable para *tapers* largos con pequeños diámetros de cuello, como es nuestro caso, pero debe ser considerado para aquellos en los que la elongación es pequeña.

2.4.3 Efecto del cuello de la fibra estrechada

Se mencionó anteriormente que las regiones de transición pueden dividirse en dos zonas: la parte inicial que se puede considerar monomodo y cuyo perfil está por debajo de la curva límite, por tanto dentro de las condiciones adiabáticas; y otra posterior que es multimodo y cuya pendiente está por encima de la curva límite, que es donde tiene lugar la conversión de modos. Después de esta región multimodo se encuentra la zona del cuello, a resultas de lo cual se tienen varios modos propagándose por esa región cuasi-cilíndrica que es el cuello de la fibra estrechada. En el cuello el acoplamiento de modos es despreciable pero se observa un fenómeno de batido entre modos que se debe a la superposición de las fases de los modos de diferente constante de propagación. Tras esta región volvemos a encontrar una zona de transición en la que la potencia de los modos de la zona del cuello se acopla de nuevo a los modos de la fibra imperturbada. La potencia recapturada en el modo fundamental de la fibra se traduce en la potencia transmitida por el *taper* y el resto de potencia excita modos del revestimiento y no afecta a la potencia transmitida.

Para definir más claramente el fenómeno de batido observado en el cuello, Gonthier et al. [18] consideran sólo dos modos excitados LP_{01} y LP_{02} . Mostraron que cuando los dos modos están en fase, la potencia se concentra en el centro de la fibra; y cuando están fuera de fase la potencia se sitúa más en la periferia. La representación esquemática de la distribución de potencia en el cuello cuando sólo se propagan dos modos se puede ver en la figura 2.9.

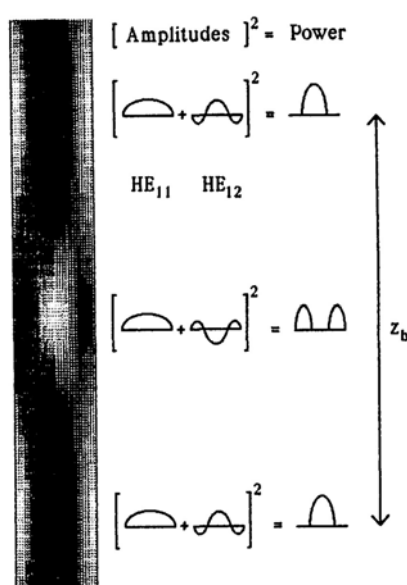


Figura 2.9: Distribución esquemática de la potencia en el cuello de un *taper* cuando se propagan los modos LP_{01} y LP_{02} . [18]

A lo largo del cuello, el fenómeno de batido puede considerarse como un intercambio de potencia entre las regiones interior y exterior de la fibra. El periodo de las oscilaciones de la potencia es la longitud de batido z_b , que puede relacionarse con el radio local de la fibra *tapered*, ρ . Despreciando el núcleo y para valores de V grandes (en cuyo caso los argumentos de las funciones de Bessel U_i pueden aproximarse a $U_{i\infty}$, donde $U_{i\infty}$ son los primeros ceros de J_0) se tiene [16]:

$$\Delta\beta \approx \frac{\lambda}{4\pi \rho^2 n_{cl}} (U_{i\infty}^2 - U_{j\infty}^2) \quad (2.27)$$

y teniendo en cuenta la expresión (2.22) :

$$\rho = \left| \frac{\lambda (U_{i\infty}^2 - U_{j\infty}^2)}{8\pi^2 n_{cl}} z_b \right|^{1/2} \quad (2.28)$$

donde λ es la longitud de onda, $U_{i\infty}$ y $U_{j\infty}$ son los primeros ceros de J_0 de los modos i y j , n_{cl} es el índice del revestimiento. Para los modos LP_{01} y LP_{02} , $U_{1\infty}=2.405$ y $U_{2\infty}=5.520$. La ecuación anterior se usa para representar el perfil geométrico del *taper* dado que z_b puede determinarse experimentalmente.

Gonthier et al. realizaron también dos experimentos que permitían la medida de z_b . Por un lado, mediante la inmersión de un *taper* en líquidos de índice de refracción mayor que el del revestimiento la fibra radia potencia para un ángulo dado por la ley de Snell. Se entiende que la fibra radia más potencia si la energía guiada está concentrada cerca de la periferia, de manera que es posible observar la distribución periódica de la distribución de potencia radiada en forma de capas cónicas (tantas como número de oscilaciones se observan en el proceso de estrechamiento debidas al fenómeno de batido) a lo largo del eje, lo que confirma que se produce un fenómeno de batido en el cuello del *taper*. Por otro lado, introduciendo una perturbación local de la fibra se producen oscilaciones en la potencia transmitida según se va moviendo la perturbación. La longitud de batido puede deducirse a partir de las oscilaciones de la potencia mostradas en las figuras en las que se representa la potencia transmitida en función de la longitud del *taper*, y usando la expresión (2.27) pueden obtenerse los perfiles de los *tapers*. Comparando el perfil medido con éste que predice el análisis del fenómeno de batido concluyeron que el fenómeno de batido para *tapers* en los que hay una zona pendiente pronunciada esencialmente tiene lugar entre los modos LP_{01} y LP_{02} .

2.4.4 Particularización al caso de las fibras tipo W

La fibra “tipo W” está compuesta de tres zonas claramente diferenciadas: núcleo, revestimiento interior y revestimiento exterior. El núcleo es la zona que posee un valor más alto para el índice de refracción, y el revestimiento interior la que posee el valor más pequeño. Un esquema del perfil de este tipo de fibras se puede observar en la figura 2.10.

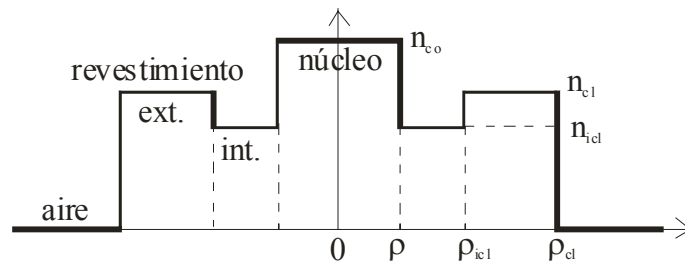


Figura 2.10: Perfil de índices de refracción característico de una fibra tipo W.

Cuando se tiene una fibra “tipo W” el campo guiado por la fibra sufre un confinamiento más fuerte que en el caso de tener un único revestimiento. [19] Este confinamiento es el origen de tres propiedades importantes:

- Se puede diseñar la fibra “tipo W” con una dispersión anómala en la región de frecuencias monomodo, es decir que la velocidad de grupo aumente con la frecuencia. Esta dispersión compensa la de la mayoría de los vidrios ópticos y reduce la dispersión de la fibra a longitudes de onda del infrarrojo cercano.
- La frecuencia de corte normalizada del segundo modo de orden menor (que en una fibra usual es 2.405, el primer cero de $J_0(x)$) se aproxima a 3.832 para una fibra “tipo W”, el primer cero de $J_1(x)$. De manera que el rango de operación monomodo se extiende a un radio de núcleo mayor.
- En funcionamiento monomodo, el campo del modo fundamental HE_{11} está más fuertemente confinado dentro del núcleo. Esto reduce las atenuaciones ópticas debidas a irregularidades en la forma del núcleo y absorciones en el revestimiento.

Pueden considerarse dos situaciones distintas en función de los valores de los parámetros que constituyen una determinada fibra:

- Cuando: $\rho_{icl} - \rho \geq \rho$, $n_{cl} - n_{icl} \gg n_{co} - n_{cl}$ (2.29)

hasta el modo de menor orden (HE_{11}) posee una frecuencia de corte, cosa que no

ocurre en las fibras usuales. La componente transversal del modo guiado decrece exponencialmente en el revestimiento exterior, mezcla de funciones exponenciales decrecientes y crecientes en el revestimiento interior, y de tipo coseno en el núcleo. El campo es constante en el revestimiento exterior a la frecuencia de corte, y en el revestimiento interior es básicamente el mismo incluso en el corte. En el límite $\omega \rightarrow \infty$, el campo está confinado completamente en el núcleo.

➤ Cuando: $\rho_{icl} - \rho \ll \rho$, $n_{cl} - n_{icl} \ll n_{co} - n_{cl}$ (2.30)

el confinamiento es débil y no hay corte para el modo de orden más bajo.

Por tanto, se puede considerar que las ecuaciones (2.29) son las condiciones de un fuerte confinamiento.

Por otro lado, la fibra “tipo W” puede considerarse como un sistema acoplado de fibra, definida por los parámetros del núcleo y el revestimiento interior, con un medio uniforme no limitado con índice el del revestimiento exterior. Si el índice efectivo de un modo guiado por la fibra es menor que el del revestimiento exterior, el modo se acoplará con una onda que se propague en el medio exterior con la misma constante de propagación β . El modo guiado de la fibra se convierte en una onda *leaky*. Por tanto, los únicos modos que pueden propagarse son aquellos cuyos índices sean mayores que el del revestimiento exterior. El medio exterior se comporta de alguna manera como un filtro. Resumiendo, el revestimiento exterior se acopla con un sistema combinado de núcleo y revestimiento interior, y sucede el corte de varios modos por el mecanismo de una onda *leaky*.

Una vez que se ha comentado el funcionamiento de este tipo de fibras se expondrá el comportamiento obtenido como resultado del proceso de fabricación de *tapers*.

Criterios de adiabaticidad para *tapers* fabricados con fibras tipo W

El análisis para determinar las constantes de propagación de los modos locales en las fibras tipo W es una extensión del que se realiza con las fibras de un solo recubrimiento. Para describir a las fibras tipo W es necesario introducir dos nuevos parámetros en el análisis descrito en el apartado 2.1:

- El radio del revestimiento interno normalizado al radio del núcleo:

$$\kappa = \rho_{icl} / \rho \quad (2.31)$$

- El cociente entre las diferencias relativas de los índices entre el revestimiento exterior y el interior, y entre el núcleo y el revestimiento exterior:

$$\chi = \frac{(n_{cl}^2 - n_{icl}^2)}{(n_{co}^2 - n_{cl}^2)} \approx \frac{(n_{cl} - n_{icl})}{(n_{co} - n_{cl})} \quad (2.32)$$

donde se ha hecho una aproximación debido a que se puede considerar:

$$n_{co} \approx n_{icl} \approx n_{cl}$$

Lo que se obtiene al resolver los sistemas es que el efecto que produce el hecho de introducir una región extra entre el núcleo y el revestimiento de índice de refracción menor es el de acercar los índices de refracción efectivos de los modos locales LP_{01} y LP_{02} por lo que la curva de Stewart-Love (expresión 2.24) para una fibra de este tipo estará por debajo de la que se obtiene en una fibra con un único revestimiento.

Love et al. [4] han mostrado el efecto que tienen las características de este tipo de fibras en las curvas correspondientes a los criterios de adiabaticidad mencionados en el apartado 2.4.1.

- Criterio de variación lenta

Fijando en primer lugar el valor de χ , el efecto de aumentar κ es el de mover la posición del mínimo a valores más altos de ρ/ρ_z y de reducir la pendiente mínima. Por tanto, los mínimos se vuelven más profundos y estrechos a medida que aumenta el tamaño del revestimiento interno. En la figura 2.11 puede verse este efecto.

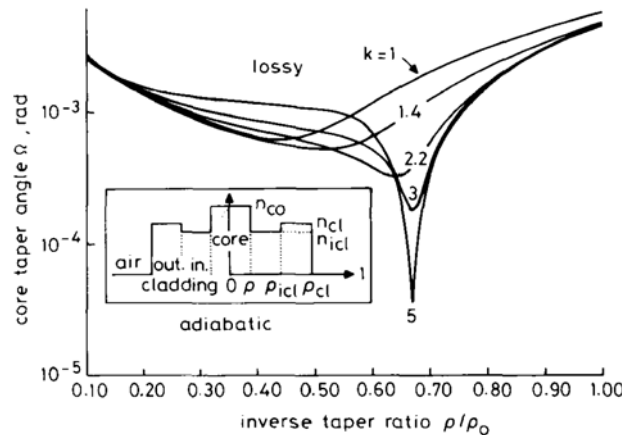


Figura 2.11: Variación de la curva correspondiente al criterio de variación lenta al variar el radio del revestimiento interno. [4]

Teniendo en cuenta lo que significan estas curvas, se sigue que un *taper* fabricado con una fibra tipo W en la que se cumpla $\kappa \gg 1$ habrá de tener una pendiente extremadamente pequeña para que sea adiabático o de lo contrario se cruzará fácilmente con la curva dada por este criterio.

Si ahora se fija κ y se varía la profundidad del escalón en índices de refracción que provoca el revestimiento interior al variar χ , se obtiene que el efecto es similar al anterior, con un mínimo muy profundo para valores grandes de χ . Se puede observar este efecto en la siguiente figura.

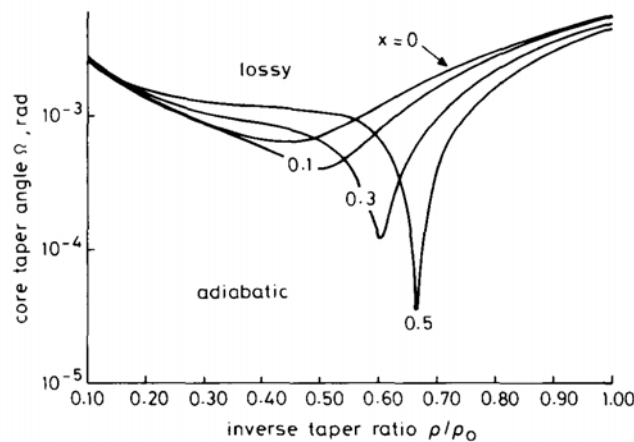


Figura 2.12: Variación de la curva correspondiente al criterio de variación lenta al variar la profundidad del escalón en índices del revestimiento interno. [4]

De nuevo, el mínimo tan pronunciado limita la fabricación de *tapers* con pocas pérdidas y de dispositivos basados en fibras tipo W.

- Criterio de pequeño acoplamiento.

Las curvas correspondientes al criterio de pequeño acoplamiento muestran las mismas características: un pico en el mismo valor del radio normalizado (por tanto mismo valor de V : ya que este parámetro es directamente proporcional al radio, podrían representarse las curvas respecto a V en vez de respecto al radio normalizado) en el que aparecía en el caso anterior pero aún más pronunciado. Donde las curvas difieren significativamente, debido a las múltiples contribuciones de los coeficientes de acoplamiento de las tres intercaras, es necesario considerar el acoplamiento con el modo LP_{03} para averiguar la frontera superior en la pendiente del *taper* para una propagación aproximadamente adiabática.

- Reducción del espesor del revestimiento

Los picos tan profundos que se observan en las curvas correspondientes a los criterios de adiabaticidad reducen las posibilidades de obtener un *taper* adiabático a partir de fibras tipo W. Sin embargo, existe la posibilidad de disminuir la profundidad de dichos mínimos mediante la reducción del espesor del revestimiento exterior, por ejemplo mediante el *etching*.

A modo de resumen, en la figura 2.13 se puede ver una comparación de las curvas asociadas a ambos criterios así como el efecto que tiene sobre ellas el reducir el espesor del revestimiento para una fibra tipo W.

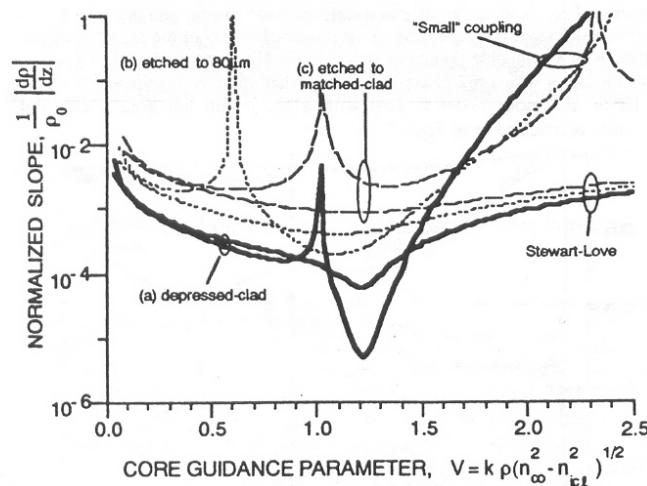


Figura 2.13: Curvas correspondientes a los criterios de adiabaticidad para fibras tipo W.

(i) Curvas sólidas: fibras sin estrechar, (ii) Curvas quebradas: fibra estrechada con un solo revestimiento (se le ha reducido el espesor del revestimiento hasta que solo ha quedado el interior), (iii) Curvas punteadas: fibra estrechada tipo W en que se ha reducido en parte el espesor del revestimiento exterior. [17]

Se puede observar en ella todo lo que se ha mencionado anteriormente: (i) que las curvas para una fibra tipo W están por debajo de las curvas correspondientes a las fibras de un único revestimiento, (ii) que los mínimos en las curvas para los dos criterios aparecen en un mismo valor de V pero el mínimo es más pronunciado en el criterio de pequeño acoplamiento, (iii) que mediante la reducción del espesor del revestimiento exterior se consigue obtener mínimos menos pronunciados en las curvas de adiabaticidad.

Pérdidas anómalas en fibras tipo W

Las fibras tipo W muestran un aumento de pérdidas muy acusado a grandes longitudes de onda, que se atribuyen al mecanismo de corte del modo fundamental. Ya se ha visto que si el revestimiento interno es lo suficientemente profundo en índice, el modo fundamental posee un valor V de corte por debajo del cual pasa a ser *leaky* y se radia. En concreto ocurre cuando $\beta/k < n_{cl}$, donde β es la constante de propagación del modo guiado, $k=2\pi/\lambda$ es la constante de propagación en el vacío de una onda plana con una longitud de onda λ , y n_{cl} es el índice de refracción del revestimiento exterior. Si el revestimiento es finito, por debajo de la transición núcleo-revestimiento el campo modal se extiende más allá del revestimiento y se tienen pérdidas por absorción de la cubierta que lo rodea.

Sin embargo, medidas experimentales de la respuesta espectral de este tipo de fibras revelan la existencia de otro mecanismo de pérdidas inherente al diseño del revestimiento interior. Un pico pronunciado de pérdidas aparece cerca de la longitud de onda de corte del modo fundamental superpuesto a las pérdidas por absorción de la cubierta. [20] Una explicación a esta anomalía se encuentra en las curvas de adiabaticidad. El valor de V al que aparece el mínimo corresponde a la longitud de onda del pico de pérdidas de la fibra sin estrechar en el experimento. La potencia se acopla fuertemente fuera del modo fundamental con el modo LP_{02} a esa longitud de onda debido a fluctuaciones microscópicas en el diámetro de la fibra, equivalente a un estrechado aleatorio, que quedan congeladas durante el proceso de fabricación de la fibra. La potencia del modo LP_{02} es posteriormente absorbida por la cubierta. [21]

2.5 Efecto de la curvatura en el comportamiento de los *tapers*

Hasta ahora se ha considerado que la fibra *tapered* estaba estirada. Sin embargo, el comportamiento de estas fibras estrechadas cuando se producen cambios en la curvatura de ésta es un tema que también ha sido estudiado en la literatura intentando explicar el hecho experimental de que las fibras *tapered* son muy sensibles a cambios de curvatura.

En esta memoria nos limitamos a resumir los modelos teóricos que se han ocupado de los *tapers* adiabáticos puesto que son el tipo de *taper* que se han manejado. Los modelos que se tratan se basan en la teoría local de modos ya que es muy útil en guías de onda con pendientes suaves. La explicación a la alta sensibilidad a la curvatura que proporcionan está

en que cuando la fibra estrechada se encuentra estirada sólo puede producirse acoplamiento entre los modos radiales asociados a un autovalor azimutal dado, pero si las fibras *tapered* son curvadas (ver figura 2.14) podemos tener, además, acoplamiento de modos de orden azimutal distinto. El ángulo de curvatura determinará el acoplamiento entre modos de diferente autovalor angular.

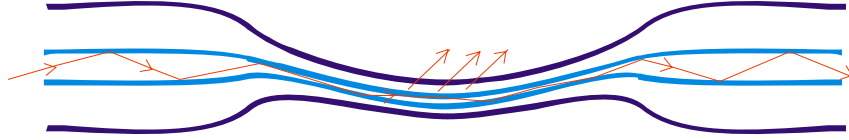


Figura 2.14: Fibra estrechada curvada.

Bobb et al. [6] comprobaron que al curvar un *taper* se obtenían unas fuertes oscilaciones en la potencia óptica de salida al variar el ángulo de curvatura. Mediante la aplicación del acoplamiento de modos en la región en que $V_{co} < 1$ se obtuvieron un buen acuerdo entre los datos experimentales y los predichos teóricamente, sobre todo para ángulos de curvatura pequeños. El modelo teórico que desarrolla se basa en una aproximación “paso a paso” a partir de la división de toda la longitud del *taper* en secciones de un tamaño tal que el cambio que se produzca en el diámetro entre secciones consecutivas pueda considerarse despreciable. Se considera también la aproximación de guiado débil, que permite el uso de modos linealmente polarizados.

En ausencia de curvatura, aplicando la ortogonalidad de los modos en las fronteras de separación de las secciones se obtienen las expresiones de las amplitudes de los modos en la sección $(i+1)$ a partir de la amplitud de la sección i -ésima, que dependen de la amplitud del coeficiente de acoplamiento entre el modo LP_{nm} en la sección i -ésimo y el modo LP_{pq} en la sección $(i+1)$, $C_{nm;pq}$, dado por:

$$C_{nm;pq} = \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} \varepsilon_{pq}^{(i+1)}(r, \phi) \varepsilon_{nm}^{(i)}(r, \phi) r dr d\phi \quad (2.33)$$

donde ε_{nm} , ε_{pq} son los campos modales transversales correspondientes a los modos LP_{nm} y LP_{pq} , y que cumplen: $\varepsilon_{nm} \propto \cos(n\phi)$. $C_{nm;pq}$ se hace cero para $n \neq p$ debido a la asimetría angular, de manera que las reglas de selección para el acoplamiento de modos se puede expresar por:

$$\begin{aligned} C_{nm;pq} &\neq 0 & \text{si } n = p \\ &= 0 & \text{si } n \neq p. \end{aligned} \quad (2.34)$$

Por tanto, en el punto en que $V_{co} < 1$ la luz en el modo del núcleo LP_{01} es transferida al modo del revestimiento LP_{01} , y este modo se puede acoplar únicamente con otros modos LP_{0q} . Al llegar al punto en que $V_{co} > 1$, solamente la luz que permanece en el modo LP_{01} del revestimiento puede volverse a guiar por la fibra. Esto es precisamente lo que se comentó en el apartado 2.4.

Por otro lado, cuando se produce una determinada curvatura en la fibra *taper*, donde el ángulo de curvatura es θ , la sección curvada de la fibra puede ser modelada como una secuencia de segmentos rectos de la misma longitud que los peldaños del caso anterior, cada uno de los cuales formando un ángulo de $\psi = (\theta/N)$ donde N es el número de segmentos, es decir de las microcurvaturas. Aplicando de nuevo las ecuaciones de continuidad en la región curvada, tomando la aproximación de que ψ es pequeño y haciendo uso de la ortogonalidad de los modos, se obtienen las expresiones de las amplitudes de los modos en la sección $(i+1)$. En este caso el coeficiente de acoplamiento se escribe como:

$$C_{nm;pq}^{\psi} = \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} \varepsilon_{nm}^{(i)} \varepsilon_{pq}^{(i+1)} \left[J_0(X_{nm}^{(i)} r) + 2jJ_1(X_{nm}^{(i)} r) \cos(\phi) \right] r dr d\phi. \quad (2.35)$$

donde $X_{nm} = \beta_{nm} \psi$, y J_0, J_1 son las funciones de Bessel.

Dado que $\varepsilon_{nm}(r, \phi)$ contiene al $\cos(n\phi)$, la regla de selección para el acoplamiento es ahora:

$$C_{nm;pq}^{\psi} \neq 0 \quad \text{si } n = p \text{ o } n = p \pm 1 \\ = 0 \quad \text{en otro caso} \quad (2.36)$$

Por lo tanto, lo que ocurre en presencia de curvatura es lo siguiente: en el punto en que se pasa de $V_{co} > 1$ a $V_{co} < 1$, sólo es excitado el modo fundamental LP_{01} del revestimiento. En el momento en que la fibra empieza a curvarse, el acoplamiento se podrá producir entre el modo LP_{01} y los modos LP_{0m} y LP_{1q} . Una vez llegados a este punto, en la intersección entre las microcurvaturas el acoplamiento de esos modos tendrá lugar con los modos LP_{nm} y $LP_{n+1,q}$. Fuera de la longitud del *taper* que está curvada, el acoplamiento se producirá solamente cuando el autovalor angular sea igual en los dos modos. De nuevo, cuando la luz llega al final de la región IV, sólo la luz que permanecía en el modo LP_{01} del revestimiento se transfiere al modo LP_{01} del núcleo. La potencia de los otros modos de orden superior del revestimiento no se acoplará. Por tanto, en el punto en que la potencia de salida del núcleo es mínima, la potencia en el revestimiento es máxima, y la potencia total es una constante

según varía el ángulo de curvatura. Esto demuestra resultados anteriores para fibras en las que para valores grandes de V la curvatura no provocaba pérdidas por radiación sino simplemente acoplamiento con modos de orden superior con diferentes autovalores angulares.

Más recientemente Matías et al. [22] han señalado que la transferencia de potencia entre modos de diferentes órdenes no sólo se ve afectada por la curvatura estática del *taper*, sino que si el ángulo de curvatura oscila, la magnitud de la transferencia de potencia óptica también se ve modificada por otros factores adicionales. Así, en condiciones dinámicas, la potencia óptica transmitida por el *taper* está afectada por la frecuencia de oscilación. Esto les ha llevado a desarrollar un modelo más general que proporciona el coeficiente de acoplamiento entre modos en condiciones tanto estáticas como dinámicas, así como a su validación mediante la comparación con resultados experimentales. El análisis es muy similar al comentado anteriormente: se realiza una aproximación “paso a paso” mediante la división de la longitud del *taper* en N secciones de longitud tal que se pueda despreciar el cambio de diámetro entre dos de ellas y se asume la continuidad del campo transversal. La diferencia es que ahora el ángulo de curvatura se va a expresar como su componente directa y su componente de frecuencia:

$$\alpha = \alpha_0 + M \sin(\omega t) \quad (2.37)$$

donde α_0 es el ángulo inicial, el *taper* va a curvarse alrededor de esta posición a una frecuencia de $\omega/2\pi$ Hz, M es la amplitud de la curvatura, siendo $M/\alpha_0 \leq 1$. Aplicando la continuidad del campo eléctrico entre secciones y la condición de ortonormalidad de modos se obtienen las expresiones de las amplitudes de los modos en la sección (i) en función de la amplitud de modos en la sección (i-1), que dependen del coeficiente de acoplamiento entre los modos de las dos secciones que se escribe como:

$$C_{nm;pq} = \int_0^\infty \int_0^{2\pi} \varepsilon_{nm}^{(i-1)}(r, \phi) \varepsilon_{pq}^{(i)}(r, \phi) f(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) r dr d\phi \quad (2.38)$$

donde f es una función que puede escribirse como:

$$f = \exp\left(jr\beta_{nm}^{(i-1)} \cos\phi \left\{ \sin\alpha_0 \cos(M \sin\omega t) + \cos\alpha_0 \sin(M \sin\omega t) \right\}\right) \quad (2.39)$$

Expresándolo en función de las funciones de Bessel, realizando las aproximaciones de z pequeño y manipulando las expresiones se obtiene una nueva expresión para el coeficiente de acoplamiento:

$$C_{nm;pq} = \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} A_{nm} \cdot A_{pq} \cdot J_n(U_{nm}^{(i-1)} R^{(i-1)}) \cdot J_p(U_{pq}^{(i)} R^{(i)}) \cdot \cos(n\phi) \cdot \cos(p\phi) \cdot g_{1nm}^{(i-1)}(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) \cdot g_{2nm}^{(i-1)}(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) r dr d\phi \quad (2.40)$$

donde A_{nm} y A_{pq} son constantes, J_n y J_p son las funciones de Bessel, U_{nm} y U_{pq} son los parámetros modales de la fibra, R es la coordenada radial normalizada ($R=\rho/r$), y $g_{1nm}^{(i-1)}$ y $g_{2nm}^{(i-1)}$ son funciones dadas por las siguientes expresiones, (2.41):

$$g_{1nm}^{(i-1)}(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) = 1 - \frac{r^2 (\beta_{nm}^{(i-1)})^2}{4} \text{sen}^2 \alpha_0 \left[J_0^2(M) + 4J_2^2(M) \cos^2(2\alpha) + 4J_0(M)J_2(M) \cos(2\alpha) \right] + jr\beta_{nm}^{(i-1)} \text{sen} \alpha_0 \left[J_0(M) + 2J_2(M) \cos(2\alpha) \right] \cos \phi,$$

$$g_{2nm}^{(i-1)}(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) = 1 - \text{sen}^2(\alpha) \cos^2 \alpha_0 J_1^2(M) + 2jr\beta_{nm}^{(i-1)} \cos \alpha_0 J_1(M) \text{sen}(\alpha) \cos \phi.$$

Se pueden considerar diferentes situaciones:

- No existe curvatura: $\alpha_0 = 0$; $M = 0$.

En ese caso se tiene: $g_{1nm}^{(i-1)}(r, \phi, \alpha_0, \omega, t) = g_{1nm}^{(i-1)}(r, \phi) = g_{2nm}^{(i-1)}(r, \phi) = 1$

por lo que el coeficiente de acoplamiento se reduce a:

$$C_{nm;pq} = \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} A_{nm} \cdot A_{pq} \cdot J_n(U_{nm}^{(i-1)} R^{(i-1)}) \cdot J_p(U_{pq}^{(i)} R^{(i)}) \cdot \cos(n\phi) \cdot \cos(p\phi) \cdot r dr d\phi \quad (2.42)$$

que se anula para $n \neq p$, por lo que en la zona en que $V_{co} < 1$ el modo del revestimiento LP_{01} se acoplará a través de las diferentes secciones únicamente con modos de la misma simetría azimutal, LP_{0m} . Este resultado es análogo al que obtuvieron Bobb et al. en su modelo.

- Cuando existe curvatura constante: $\alpha = \alpha_0$; $M = 0$.

En ese caso el coeficiente de acoplamiento se reduce a:

$$C_{nm;pq} = \int_0^{\infty} \int_0^{2\pi} A_{nm} \cdot A_{pq} \cdot J_n(U_{nm}^{(i-1)} R^{(i-1)}) \cdot J_p(U_{pq}^{(i)} R^{(i)}) \cdot \cos(n\phi) \cdot \cos(p\phi) \cdot \left\{ \left(1 - \frac{r^2 (\beta_{nm}^{(i-1)})^2}{4} \text{sen}^2 \alpha \right) + \cos \phi \left(jr\beta_{nm}^{(i-1)} \text{sen} \alpha \right) \right\} r dr d\phi \quad (2.43)$$

que se anula para $n \neq p$ o para $n \neq p \pm 1$, por lo que en la zona en que $V_{co} < 1$ el modo del revestimiento LP_{01} se acoplará en un principio con modos LP_{0m} y LP_{1q} y después, a través de las diferentes secciones con modos LP_{nm} y LP_{n+1q} . De nuevo este resultado está completamente de acuerdo con el que obtuvieron Bobb et al.

- Cuando la curvatura depende del tiempo: $\alpha = \alpha_0$; $M = \text{constante}$.

En ese caso hay que considerar la expresión completa del coeficiente de acoplamiento. Expresando las funciones g como:

$$g_1 = A_1 + jB_1 \cos \phi \quad (2.44a)$$

$$g_2 = A_2 + jB_2 \cos \phi \quad (2.44b)$$

podemos escribir el coeficiente de acoplamiento como:

$$C_{nm;pq} = \int_0^\infty \int_0^{2\pi} A_{nm} \cdot A_{pq} \cdot J_n(U_{nm}^{(i-1)} R^{(i-1)}) \cdot J_p(U_{pq}^{(i)} R^{(i)}) \cdot \cos(n\phi) \cdot \cos(p\phi) \cdot [A_1 + jB_1 \cos \phi] \cdot [A_2 + jB_2 \cos \phi] r dr d\phi \quad (2.45)$$

de manera que ahora hay que considerar tres tipos de términos: el primero contiene $(A_1 \cdot A_2)$ que es independiente de ϕ y que se anula para $n \neq p$; el segundo es una función de $\cos \phi$ y se anula para $n \neq p \pm 1$; y el tercero está multiplicado por $\cos^2 \phi$ y se anula para $n \neq p$ y $n \neq p \pm 2$, por lo tanto el mecanismo de acoplamiento se puede escribir como:

$$C_{nm;pq} \neq 0 \quad \text{si } n=p \text{ o } n=p \pm 1 \text{ o } n=p \pm 2 \quad (2.46)$$

es decir que en estas circunstancias en que la curvatura es dinámica existirá acoplamiento de modos siempre que el orden de dichos modos sean iguales, consecutivos o el siguiente al consecutivo.

De todos modos, la transferencia de potencia para *tapers* adiabáticos, que son los que nos interesan, se produce principalmente entre determinados modos:

- si no existe curvatura: entre LP_{01} y LP_{02} ,
- si la curvatura es estática: entre LP_{01} y LP_{11} , LP_{02} ,
- si la curvatura es dinámica: entre LP_{01} y LP_{11} , LP_{02} , LP_{21} .

2.6 Fibras *tapered* con una multicapa depositada

La manera de calcular los modos en una fibra sobre la que se ha depositado una multicapa es seguir el procedimiento para dicho cálculo descrito en el apartado 2.1, pero particularizando para el dispositivo particular que se esté tratando. Esto ya se ha llevado a cabo en diversas ocasiones [9,23], bien con una única capa metálica depositada en toda la superficie cilíndrica de la fibra, o bien como un depósito de una multicapa plana de metal y dieléctrico sobre una fibra D.

Como ejemplo de este tipo de planteamientos, se considerará el caso particular de la estructura descrita en el capítulo 5. Si la estructura que se maneja es una fibra estrechada de cuello uniforme (en la que se puede despreciar el efecto del núcleo como se vio en el apartado 2.4.2) sobre la que se ha depositado una multicapa consistente en una capa metálica y una dieléctrica como la que se muestra en la figura 2.15, para calcular los modos de la estructura es necesario llevar a cabo los siguientes pasos:

- se definen los parámetros modales para cada una de las capas, se escriben las posibles soluciones de dichas capas dadas por las expresiones 2.12,
- se imponen las condiciones de contorno en cada una de las intercaras entre dos capas obteniéndose un conjunto de doce ecuaciones con doce incógnitas (los coeficientes que acompañan a las funciones de Bessel),
- se resuelve el determinante de estos coeficientes igualado a cero (que es la condición para que exista solución no trivial para las ecuaciones) obteniéndose así los valores permitidos para las constantes de propagación de los modos guiados por la estructura.

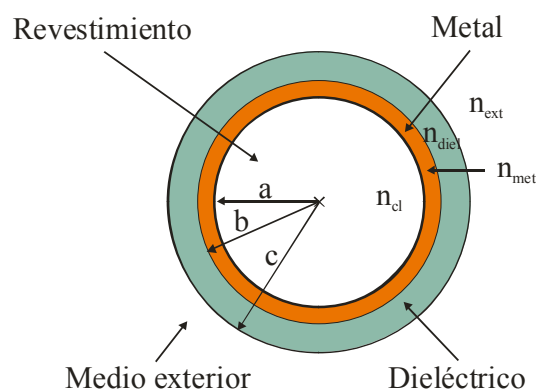


Figura 2.15: Sección transversal de una fibra de cuello uniforme con una multicapa de metal-dieléctrico depositada homogéneamente alrededor de ella.

Se esbozará el problema del cálculo de los modos de esta estructura. Para ello, diferenciamos entre las soluciones de las diferentes capas mediante la elección de las funciones de Bessel más adecuadas ateniéndose al criterio del tipo de soluciones que se desea tener y las condiciones que deben reunir por ello. Así, para tener soluciones oscilatorias, conviene elegir funciones $J_m(ur)$ e $Y_m(ur)$ para describir los campos ya que el valor de u será prácticamente real, pero para soluciones de tipo evanescente conviene usar las funciones de Bessel modificadas $I_m(jur)$ y $K_m(jur)$ puesto que u es imaginario. Se anotarán únicamente las expresiones de las componentes z de los campos ya que según vimos las expresiones del resto de componentes puede obtenerse a partir de ellas mediante las expresiones 2.5.

➤ Medio 1: Revestimiento

En función del signo de $n_{cl}^2 - (n_{ef})^2$, siendo n_{ef} el índice efectivo del modo considerado, tendremos soluciones evanescentes u oscilatorias. Esto involucra cambios en la forma de escribir los campos, que como vimos en el apartado 2.1 se describen mediante las funciones de Bessel. Como en el medio 1 se encuentra el origen del radio, es necesario despreciar la contribución de la función de Bessel Y_m (o de la modificada K_m) por falta de sentido físico ya que provocaría una divergencia de los campos en el origen. Debido a la relación entre las funciones de Bessel J_m e I_m cuando los argumentos están desfasados $\pi/2$ en el plano complejo, $I_n(x) = j^{-n} J_n(jx)$, no es necesario rescribir los campos según el valor del índice efectivo puesto que automáticamente se produce la conversión cuando se cambia de signo. Por tanto, para todo valor de n_{ef} :

$$E_{z1}(r < a) = A_1 J_\nu(u_1 r) \cos(\nu\phi) \quad (2.47a)$$

$$H_{z1}(r < a) = B_1 J_\nu(u_1 r) \text{sen}(\nu\phi) \quad (2.46b)$$

donde $u_1^2 = k_0^2 n_{cl}^2 - \beta^2$ con $k_0 = 2\pi/\lambda$.

➤ Medio 2: Metal

En este medio las soluciones van a ser siempre evanescentes, por lo que hay que usar las funciones modificadas de Bessel.

$$E_{z2}(b < r < a) = [A_2 I_\nu(w_2 r) + A_3 K_\nu(w_2 r)] \cos(\nu\phi) \quad (2.48a)$$

$$H_{z2}(b < r < a) = [B_2 I_\nu(w_2 r) + B_3 K_\nu(w_2 r)] \text{sen}(\nu\phi) \quad (2.48b)$$

donde $w_2^2 = -(k_0^2 n_{met}^2 - \beta^2)$ con $k_0 = 2\pi/\lambda$.

➤ **Medio 3: Dieléctrico**

En este medio las soluciones van a poder ser de nuevo bien evanescentes o bien oscilatorias, por lo que escogeremos las funciones de Bessel modificadas o no en función del signo de $n_{\text{diel}}^2 - (n_{\text{ef}})^2$. Para escribir la ecuación de los campos mediante una única expresión se van a considerar unas funciones genéricas f_m y g_m que se corresponderán con las funciones de Bessel cuando $n_{\text{diel}}^2 - (n_{\text{ef}})^2 > 0$ o con las funciones de Bessel modificadas cuando ocurra lo contrario, $n_{\text{diel}}^2 - (n_{\text{ef}})^2 < 0$.

$$E_{z3}(c < r < b) = [A_4 f_\nu(\psi) + A_5 g_\nu(\psi)] \cos(\nu\phi) \quad (2.49a)$$

$$H_{z3}(c < r < b) = [B_4 f_\nu(\psi) + B_5 g_\nu(\psi)] \text{sen}(\nu\phi) \quad (2.49b)$$

donde en el primer caso: $\psi = u_3 r$, $u_3^2 = k_0^2 n_{\text{diel}}^2 - \beta^2$ con $k_0 = 2\pi / \lambda$.

y en el segundo caso: $\psi = w_3 r$, $w_3^2 = -(k_0^2 n_{\text{diel}}^2 - \beta^2)$ con $k_0 = 2\pi / \lambda$.

➤ **Medio 4: Medio externo**

En el medio externo las soluciones deben atenuarse porque se buscan soluciones guiadas. Este comportamiento lo describe perfectamente la función de Bessel modificada K_m .

$$E_{z4}(r > c) = A_6 K_\nu(w_4 r) \cos(\nu\phi) \quad (2.50a)$$

$$H_{z4}(r > c) = B_6 K_\nu(w_4 r) \text{sen}(\nu\phi) \quad (2.50b)$$

donde $w_4^2 = -(k_0^2 n_{\text{ext}}^2 - \beta^2)$ con $k_0 = 2\pi / \lambda$.

En este punto, hay que aplicar el cumplimiento de las condiciones de contorno para las componentes de los campos (en nuestro caso basta con aplicarlo a las componentes tangenciales, z y ϕ), obteniéndose así un sistema de 12 ecuaciones con 12 incógnitas cuya solución no trivial se logra al igualar el determinante de la matriz de los coeficientes a cero. Las soluciones obtenidas son los valores permitidos para las constantes de propagación de los modos guiados.

2.7 *Tapers* producidos en la UCM

En este apartado se justifica el comportamiento de los *tapers* que hemos fabricado con respecto a la teoría que se ha visto anteriormente.

2.7.1 *Parámetro V*

Las fibras empleadas en la fabricación de los *tapers* manejados en esta memoria son fibras monomodo a una longitud de onda de 820 nm. Se puede calcular el parámetro V de alguna de ellas para comprobar que efectivamente es así. Han sido varias las fibras que hemos empleado, pero la que más se ha utilizado ha sido la fibra FS-SN-4224 de 3M, que es una fibra tipo W cuyos índices de refracción son²:

$$n_{co} = 1.4580 ; n_{icl} = 1.4530 ; n_{ecl} = 1.4570$$

y teniendo en cuenta que el radio del núcleo es de aproximadamente 2.5 μm , de la aplicación de la expresión (2.1) se obtiene que para dicha fibra el valor de V a 820 nm es:

$$V_{co} = \frac{2\pi a_{co}}{\lambda} (n_{co}^2 - n_{icl}^2)^{1/2} = 2.31$$

El valor de V obtenido es menor que 2.405 por lo que se puede decir con seguridad que la fibra se está comportando como monomodo.

2.7.2 *Fabricación de tapers*

Buena parte del tiempo se empleó en la puesta a punto y optimización del dispositivo de producción de fibras *tapered*, ya que los *tapers* son la materia prima de nuestros sensores. Puesto que el control preciso de todos los parámetros es esencial para la obtención de *tapers* de buena calidad, en los que las pérdidas en la luz guiada sean mínimas, se realizaron multitud de pruebas hasta que se consiguió la destreza necesaria para el manejo del sistema de producción de *tapers*. Una vez conseguido esto se procedió a la fabricación de una gran cantidad de *tapers* para su utilización en la construcción de sensores.

² Datos facilitados por 3M

El proceso de fabricación de una fibra estrechada es el siguiente. En primer lugar es necesario eliminar el polímero protector de la fibra en la zona que se va a calentar, para lo cual se introduce dicha región en un frasco de diclorometano ya que de esta forma se consigue levantar el protector y se extrae más fácilmente. Una vez que tenemos una zona desnuda de unos 2 o 3 cm en la fibra, se limpia minuciosamente con alcohol isopropílico, para eliminar cualquier resto del polímero, y se fija en los carros del mecanismo de estirado, mediante las pinzas para tal efecto, y de manera que esté lo más tensa posible. Nos interesa conocer las pérdidas que sufre la fibra debido al proceso de estrechamiento, para hacernos una idea de la calidad del *taper* fabricado. Para monitorizar las variaciones conectamos un extremo de la fibra a un fotoemisor y el otro a un fotodetector. Previamente se han fijado las condiciones óptimas de la llama en el modulo de control de los controladores de flujo, y con el programa de ordenador se han ajustado las velocidades de los motores y los parámetros L_0 , ϕ_c y α a los valores que nos permitan obtener un *taper* con el perfil deseado. Una vez hecho esto se inicia el proceso de fusión y estirado, conectando los motores de estirado a la vez que se coloca el quemador, ya en movimiento, debajo de la fibra. Llegados al punto en que la longitud de estirado es la deseada, se retira la llama y se detiene el estiramiento, registrando las pérdidas que se producen en el proceso.

Nos hemos limitado a la fabricación de *tapers* de cuello uniforme (de alrededor de 10 mm de longitud de cuello), prácticamente adiabáticos (con niveles muy adecuados de pérdidas y una mayor zona de interacción, lo cual mejora su sensibilidad) y con gran variedad de características geométricas (longitudes totales de 24 a 53 mm, longitudes de cuello de 3 a 23 mm, cuellos de 30 a 60 μm). Se han fabricado cientos de fibras estrechadas mediante este método del quemador móvil, y en la tabla 2.1 se han resumido los órdenes de magnitud más representativos de los *tapers* producidos.

Parámetros representativos para la producción de nuestros <i>tapers</i>	
Velocidad de estiramiento	2.5 mm/min
Velocidad del quemador	6 mm/s
Presión de salida de la botella de oxígeno	0.35-0.5 bar
Presión de salida de la botella de butano	0.8-1.0 bar
Flujo de oxígeno	10.92 (ml/min)

Parámetros representativos para la producción de nuestros <i>tapers</i> (Continuación)	
Flujo de butano	4.89 (ml/min)
Longitud total del <i>taper</i>	24 – 53 mm
Longitud del cuello o cintura (l_c)	3 – 23 mm
Diámetro del cuello o cintura (ϕ_c)	30 – 60 μm
Perfil de la región de transición (α)	Diferentes tipos, exponencial o polinómico. Principalmente: 0, -0.2, -0.3, 0.2
Pérdidas mínimas	0.08 dB

Tabla 2.1: Parámetros representativos de los *tapers* fabricados.

El sistema permite realizar *tapers* de diámetros de cuello muy pequeños y con un nivel de pérdidas bajo (típicamente de menos de 0.3 dB).

Una vez fabricados los *tapers* se procedió a la caracterización de su geometría mediante el uso de un microscopio óptico, para comprobar la validez del modelo teórico en nuestro caso y verificar si los perfiles de los *tapers* obtenidos experimentalmente se ajustaban o no a la forma deseada. En las figuras 2.16a y 2.16b se puede observar la comparación de los perfiles teórico y experimental para dos fibras *tapered* distintas.

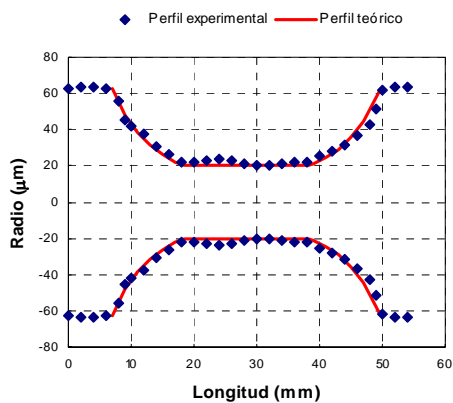


Figura 2.16a: Comparación del perfil teórico y experimental de un *taper* fabricado con los parámetros: $\alpha=0.3$; $L_0=10\text{mm}$; $\phi_c=40\mu\text{m}$.

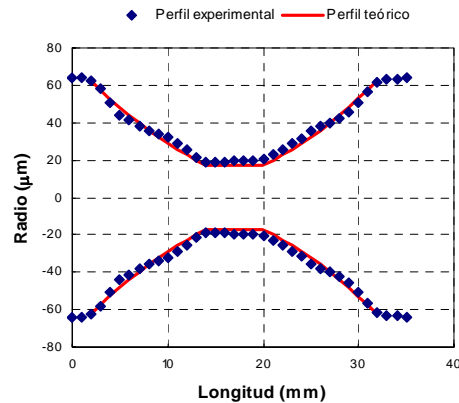


Figura 2.16b: Comparación del perfil teórico y experimental de un *taper* fabricado con los parámetros: $\alpha=-0.2$; $L_0=10\text{mm}$; $\phi_c=35\mu\text{m}$.

Tal y como se observa en las figuras existe un buen ajuste entre la predicción teórica y los resultados obtenidos para los diferentes perfiles ensayados, quedando demostrado así que un modelo sencillo como es el desarrollado por Birks et al. reproduce convenientemente los perfiles obtenidos con nuestro montaje de fabricación de *tapers*.

2.7.3 Adiabaticidad de los tapers fabricados

Las bajas pérdidas obtenidas en el proceso de fabricación de fibras *tapered* con todas las fibras empleadas indican que las condiciones en que se han realizado los *tapers* están muy cercanas a las de adiabaticidad, pero se han realizado algunas comprobaciones que lo sustenten. En esta situación de cuasi-adiabaticidad se espera que en los *tapers* se produzca acoplamiento únicamente entre los modos LP_{01} y LP_{02} .

- Fibra tipo W FS-SN-4224

En primer lugar, consideraremos los valores de los índices de refracción mencionados en el apartado 2.6.1 para cada una de las regiones de esta fibra, para comparar las diferencias entre ellas indicadas en la expresión (2.28) y podremos hacer una idea de cómo es el confinamiento para esta fibra antes de ser estrechada:

$$n_{cl}-n_{icl} = 0.004 > n_{co}-n_{cl} = 0.001$$

por lo que se puede concluir que el confinamiento en el núcleo es claro.

No podemos aplicar los criterios de adiabaticidad a nuestra fibra puesto que desconocemos los espesores de las diferentes regiones de la fibra tipo W. Únicamente basándonos en que las pérdidas obtenidas en la fabricación de los *tapers* han sido realmente pequeñas podemos pensar que estamos en condiciones de cuasi-adiabaticidad y que el acoplamiento se ha producido entre los modos LP_{01} y LP_{02} . Aunque se trata de una fibra tipo W, para las cuales se vio que era más difícil conseguir *tapers* adiabáticos, los *tapers* fabricados tienen unas pendientes lo suficientemente suaves como para que las pérdidas no se disparen.

- Fibra con un único revestimiento

Se han utilizado en la memoria otros dos tipos de fibras de salto de índice, ambas con un solo revestimiento. Para ellas los índices de refracción a 820 nm toman los siguientes valores³:

$$n_{co} = 1.4616 ; n_{cl} = 1.45282$$

pero los espesores de núcleo y revestimiento son algo diferentes: $\phi_{co}=4-5 \mu\text{m}$, $\phi_{cl}=125 \mu\text{m}$.

Se ha aplicado el criterio de Stewart-Love a estas fibras. Para ello, se ha utilizado un programa de Matlab⁴ que sigue el procedimiento descrito en el apartado 2.1 para determinar los valores de las constantes de propagación de los modos LP₀₁ y LP₀₂ en un sistema de tres capas como es el nuestro (núcleo, revestimiento y medio exterior) para diferentes diámetros de la fibra *taper*. Introduciendo los valores obtenidos en la expresión (2.24) puede representarse la curva de Stewart-Love. Esta curva va a compararse con la curva que nos da el perfil teórico de los *tapers* siguiendo el modelo desarrollado por Birks et al. puesto que como ya se ha visto en el apartado anterior los *tapers* fabricados se ajustan muy bien a los perfiles predichos por ese modelo.

En la figura siguiente se muestra la comparación de ambas curvas para el caso de un *taper* de diámetro de núcleo de 35 μm , $L_0 = 10 \text{ mm}$ y $\alpha = -0.2$. Se observa que las curvas no se cortan, por lo que puede hablarse de *tapers* adiabáticos. En el caso adiabático no debería observarse pérdidas, de manera que las pérdidas obtenidas en la fabricación de los *tapers* podrían deberse a inhomogeneidades en el perfil experimental del *taper* que harían que la pendiente aumentara más de lo previsto en esas zonas, pudiendo cortar a la curva límite y produciéndose así acoplamiento entre modos.

³ Datos facilitados por Newport

⁴ MathWorks, Inc., Natick, MA 01760-2098 USA

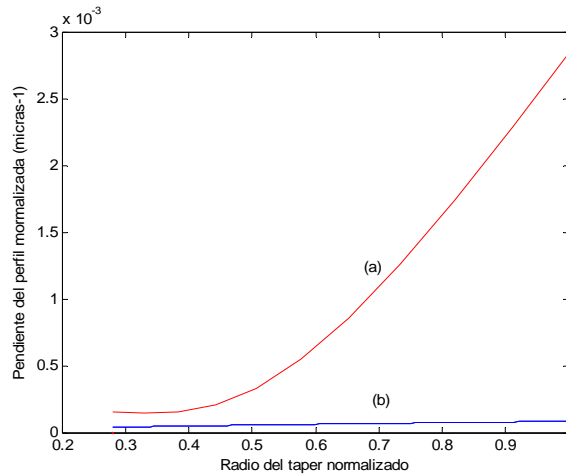


Figura 2.17: (a) Curva límite de Stewart- Love, (b) Perfil de la pendiente de un *taper* de 35 μm .

2.7.4 Efecto del núcleo de la fibra

En el apartado 2.4.2 se comentó que el núcleo podía ser ignorado cuando las elongaciones de los *tapers* fuesen grandes y los *tapers* delgados. En ese caso, al introducir el *taper* en un medio de índice de refracción mayor que el del revestimiento se producía una drástica disminución de la potencia transmitida. Nosotros hemos introducido los *tapers* fabricados con la fibra tipo W en glicerina, cuyo índice de refracción es⁵ $n=1.470-1.475$ (mayor que el del revestimiento de la fibra) para ver el efecto que eso tiene en nuestros *tapers*.

Se observaron unas disminuciones en la potencia transmitida por las fibras del orden de 20 dB. Esto significa que prácticamente toda la potencia se está escapando debido a que va guiada por el revestimiento. Por lo tanto, en nuestros *tapers* el núcleo puede despreciarse.

⁵ Glicerina purísimo, Panreac 141339

Referencias

- [1:Review] J. Homola, S. Yee, G. Gauglitz, "Surface plasmon resonance sensors: review", *Sensors and Actuators B* **54**(1-2), 3-15 (1999).
- [2] W. Henry, "Evanescent field devices: a comparison between tapered optical fibres and polished or D-fibres", *Optical and Quantum Electronics* **26**(3), S261-S272 (1994).
- [3] G. Keiser, "Optical Fiber Communications" 2nd Ed, McGraw-Hill, Inc. (1991).
- [4] J.D. Love, W.M. Henry, W.J. Stewart, R.J. Black, S. Lacroix, F. Gonthier, "Tapered single-mode fibres and devices. Part 1: Adiabaticity criteria", *IEE Proceedings J, Optoelectronics* **138**(5), 343-354 (1991).
- [5] C. Bariáin, I.R. Matías, F.J. Arregui, M. López-Amo, "Optical fiber humidity sensor based on a tapered fiber coated with agarose gel", *Sensors and Actuators B* **69**(1-2), 127-131 (2000).
- [6] L.C. Bobb, P.M. Shankar, H.D. Krumboltz, "Bending effects in biconically tapered single-mode fibers", *Journal of Lightwave Technology* **8**(7), 1084-1090 (1990).
- [7] N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, O. Esteban, A. González-Cano, "A fibre-optic temperature sensor based on the deposition of a thermochromic material on an adiabatic taper", *Measurement Science and Technology* **15**(2), 353-358 (2004).
- [8] R.P. Kenny, T.A. Birks, K.P. Oakley, "Control of optical fibre taper shape", *Electronic Letters* **27**(18), 1654-1656 (1991).
- [9:Antonio] A. Díez, "Dispositivos de fibra óptica metalizada, previamente estrechada por fusión y estiramiento", Tesis Doctoral, Universidad de Valencia. 1998.
- [10] T.A. Birks and Y.W. Li, "The shape of fiber tapers", *Journal of Lightwave Technology* **10**(4), 432-438 (1992).
- [11] M. Eisenmann, E. Weidel, "Single-mode fused biconical couplers for wavelength division multiplexing with channel spacing between 100 and 300 nm", *Journal of Lightwave Technology* **6**(1), 113-119 (1988).
- [12] D.T. Cassidy, D.C. Johnson, K.O. Hill, "Wavelength-dependent transmission of monomode optical fiber tapers", *Applied Optics* **24**(7), 945-950 (1985).

- [13] R.J. Black, S. Lacroix, F. Gonthier, J.D. Love, "Tapered single-mode fibres and devices. Part 2: Experimental and theoretical quantification", *IEE Proceedings J, Optoelectronics* **138**(5), 355-364 (1991).
- [14] S. Lacroix, R.J. Black, C. Veilleux, J. Lapierre, "Tapered single-mode fibres: external refractive-index dependence", *Applied Optics* **25**(15), 2468-2469 (1986).
- [15] S. Lacroix, R. Bourbonnais, F. Gonthier, J. Bures, "Tapered monomode optical fibres: understanding large power transfer", *Applied Optics* **25**(23), 4421-4425 (1986).
- [16] A.W. Snyder, J.D. Love, "Optical waveguide theory", Chapman and Hall, London (1983).
- [17] R.J. Black, F. Gonthier, S. Lacroix, J. Lapierre, J. Bures, "Tapered fibres: an overview", *Symposium on Fibre Optics and Optoelectronics. Tekippe, San Diego, Proceedings of SPIE* **839**, 2-19 (1987).
- [18] F. Gonthier, J. Lapierre, C. Veilleux, S. Lacroix, J. Bures, "Investigation of power oscillations along tapered monomode fibres", *Applied Optics* **26**(3), 444-449 (1987).
- [19] S. Kawakami, S. Nishida, "Characteristics of a Doubly Clad Optical Fiber with a Low-Index Inner Cladding", *IEEE Journal of Quantum Electronics* **10**(12), 879-887 (1974).
- [20] A. Tomita, D. Marcuse, "Mode Coupling Loss in Single-Mode Fibers with Depressed Inner Cladding", *Journal of Lightwave Technology* **1**(3), 449-452 (1983).
- [21] J.D. Love, W.M. Henry, "Excess loss in practical depressed-cladding fibres", *Electronic Letters* **26**(11), 727-728 (1990).
- [22] I.R. Matías, C. Fernández-Valdivielso, F.J. Arregui, C. Barriáin, M. López-Amo, "Transmitted Optical Power through a Tapered Single-Mode Fiber under Dynamic Bending Effects", *Fiber and Integrated Optics* **22**(3), 173-187 (2003).
- [23] O. Esteban, "Desarrollo y caracterización de sensores de fibra óptica para control medioambiental", Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 2001.

CAPÍTULO 3

SENSOR DE TEMPERATURA BASADO EN LA DEPOSICIÓN DE UN MATERIAL TERMOCRÓMICO SOBRE UN *TAPER*.

La temperatura es un parámetro físico cuya determinación precisa es importante en muchos contextos. El uso de fibras ópticas para la medición de la temperatura ha crecido en los últimos años debido al aumento de sensores de fibra óptica tanto en la industria como en la medicina. Pero también es muy importante en medidas de control de parámetros físicos marinos. El interés reside principalmente en las características intrínsecas de la fibra: flexibilidad, ligereza, pasividad química, etc que permiten realizar medidas no contaminantes, que no perturben el medio, y de forma rápida e incluso remota si es necesario.

En aplicaciones biomédicas, los termómetros de fibra óptica se usan principalmente para monitorizar la temperatura en tratamientos de hipertermia de radiofrecuencia o microondas, fototerapia de tumores malignos, en procedimientos médicos de cirugía, y en medidas del flujo sanguíneo y del ritmo cardiaco. En este campo el rango de temperaturas es pequeño (35-45°C) pero es necesaria una exactitud elevada, precisa de sondas de pequeño tamaño y de materiales compatibles con el cuerpo humano.

El campo de la industria acapara alrededor del 50% de las aplicaciones de los sensores de temperatura. Los termómetros son utilizados en este caso para monitorizar la temperatura en equipos eléctricos y de alto voltaje y estimar la eficiencia térmica de diversos procesos [1], y en procesos electrónicos de fabricación de materiales así como en calentamiento por radiofrecuencia o microondas de alimentos u otros materiales (para unirlos o sellarlos). En estos casos la sonda debe ser robusta y requiere menos exactitud pero mayor rango de operación que en el caso médico.

La medida de la temperatura del agua del mar es un aspecto crítico en numerosos casos. Muchos peces a bajas temperaturas tienen dificultades para digerir la comida o afecta al proceso de fertilización de los huevos, por lo que conocer la temperatura del agua es crucial en acuarios y piscifactorías. Se ha comprobado también que la producción de diversas sustancias está regulada por la temperatura del agua del mar, como es el caso de la

concentración de clorofila, [2] o de la producción fotoquímica del yoduro de metileno atmosférico en el mar. [3] Asimismo, se ha observado el emblanquecimiento de los corales provocado por unas temperaturas elevadas del agua del mar, emblanquecimiento resultante de la pérdida de simbiosis con el alga *zooxanthellae*, y/o la reducción de las concentraciones de pigmento fotosintético en el alga, que es la que permite crecer y reproducirse a los corales a la velocidad suficiente para producir arrecifes. [4]

Además, en la mayoría de los sensores es necesaria una referencia de temperatura, y en particular, para realizar una medida de la salinidad basada en métodos refractométricos como los que describiremos posteriormente en los capítulos 5 y 6 es preciso conocer el valor de ésta para poder corregir su efecto.

Por todos estos motivos, estamos interesados en el desarrollo de sensores que midan la temperatura de líquidos, y en particular que midan la temperatura del agua del mar. Dichos sensores habrán de ser aptos para su uso en un medio hostil como es el marino, lo que convierte a características como la robustez, simplicidad de diseño, compacidad, etc en cualidades especialmente importantes. Un diseño sencillo facilita que el conjunto gane en robustez a la vez que abarata costes, y la compacidad permite el acceso a espacios prohibidos para dispositivos de mayor tamaño. Los sensores de fibra óptica ya hemos visto que pueden reunir esas características, y que además presentan algunas ventajas frente a las medidas eléctricas por lo que los hemos elegimos como la alternativa más factible para nuestros sensores.

Se han desarrollado en esta memoria dos sensores de temperatura de líquidos. Ambos utilizan fibras ópticas estrechadas o fibras *tapered* y en una configuración en transmisión y con medidas de intensidad, pero con principios de funcionamiento diferentes. El primero de ellos, el que nos ocupa en este capítulo, está basado en que la potencia óptica transmitida por la fibra *tapered* depende fuertemente de las características del medio que le rodea. Los resultados que se desprenden de este estudio se resumen en una publicación y varias contribuciones a congresos. [5,6]

3.1 Concepto del sensor

Esta propuesta explota el principio de que el campo guiado por un *taper* puede interactuar con un medio externo, para llevar a cabo el propósito de medir temperatura. Sin embargo, ya se ha mencionado que en general la respuesta que proporciona un *taper* desnudo es insuficiente para el uso de éste como sensor. En el caso particular que nos

ocupa, necesitamos un transductor que vea modificadas sus propiedades ópticas de forma acusada con la temperatura para que aplicado a una fibra estrechada ofrezca una respuesta aceptable. Además, el transductor debe ser apto para su uso en líquidos puesto que esa es su finalidad.

Se presenta aquí una configuración en la que se parte de un *taper* adiabático sobre el que se deposita un material termocrómico. Los materiales termocrómicos son aquellos que sufren un cambio reversible en sus propiedades ópticas como consecuencia de variaciones de la temperatura. En nuestro caso, la absorción del campo evanescente de la fibra será diferente en función de la temperatura y, por lo tanto, la luz transmitida por la fibra reflejará las variaciones de ésta (ver figura 3.1).

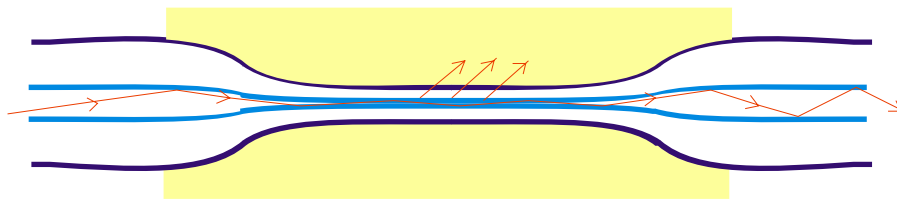


Figura 3.1: *Taper* adiabático sobre el que se deposita un material termocrómico. Cuando la luz guiada por la fibra llega a la zona donde el material termocrómico está depositado, es absorbida en parte por él.

El uso de materiales termocrómicos como sensores de temperatura aparece en la literatura con diferentes aplicaciones (biomédicas, medioambientales, etc), con la posibilidad de encapsularlos en función de la toxicidad o de la fragilidad del material termocrómico. [7,8] Para que estos materiales puedan ser utilizados como transductores es necesario que cumplan una serie de requisitos: los cambios en sus propiedades ópticas han de ser reversibles e idealmente no deben presentar histéresis; el compuesto debe ser estable durante un periodo de iluminación relativamente grande; y los cambios han de producirse a unas longitudes de onda tales que permitan el uso de diodos láser o LEDs como fuentes de iluminación, ya que de esta forma tenemos la posibilidad de diseñar sensores pequeños y con una muy buena estabilidad a largo plazo debido a la retroalimentación electrónica que es capaz de mantener el nivel de potencia óptica que le llega al sensor.

La finalidad de nuestros sensores es la de ser utilizados en un medio acuático, y por eso se escogió la lofina (2,4,5-Trifenilimidazol) como el material termocrómico adecuado para la realización de éstos. Las principales propiedades de esta sustancia, que han motivado su elección, se exponen a continuación.

3.1.1 Termocromismo

Termocromismo se define como el cambio reversible en las propiedades espectrales de una sustancia que acompañan a calentamientos y enfriamientos. [9] Estrictamente hablando, el significado de la palabra especifica un cambio visible en el color, sin embargo, el término termocromismo incluye además algunos casos para los que la transición espectral se observa mejor fuera de la región visible o no se observa para nada en el visible. Principalmente el termocromismo ocurre en fase líquida o sólida, aunque el término también describe algún raro ejemplo en fase gaseosa (equilibrio termalmente dependiente entre NO_2 (marrón) y N_2O_2 (incolore)). La ausencia de reversibilidad se toma aquí como un criterio de exclusión del grupo, aunque en las últimas ediciones de la Enciclopedia de Tecnología Química incluso cambios espectrales irreversibles fueron incluidos, y muchos materiales interesantes caen dentro de este grupo. Hay numerosos materiales, especialmente orgánicos y metal-orgánicos, que muestran verdadero termocromismo, con una variedad de mecanismos de transición estructural, a veces discutibles. Para muchos sistemas el comportamiento termocrómico no es debido exclusivamente al efecto de la temperatura sino que es debido a intervenciones externas (asociaciones con otras especies como iones metálicos o protones) o a modificaciones del medio por efecto de la temperatura (termosolvocromismo). Uno de los aspectos por el cual los mecanismos pueden ser clasificados es cómo de abrupta es la transición, aunque también resulta útil agrupar los materiales en función de su clase (inorgánicos, orgánicos, etc). En resumen, el termocromismo resulta de cambios críticos inducidos térmicamente en la estructura existente.

No hay en la actualidad muchos usos comerciales para estos materiales reversibles térmicamente. El único que se menciona es el de indicadores de temperatura pero quizás tanto o más los materiales irreversibles. En las últimas dos décadas, se han descrito muy pocos sistemas moleculares termocrómicos nuevos. El mayor foco de interés ha recaído en las principales familias de compuestos ya existentes, y en particular los estudios se han centrado en los aspectos termodinámicos, cinéticos, estructurales y mecánicos. Para ello se han utilizado gran variedad de técnicas, no sólo espectroscópicas sino también de difracción de rayos X y cálculos teóricos, y así llegar a un mejor conocimiento de los aspectos fundamentales del termocromismo de compuestos orgánicos. [10]

3.1.2 Lofina (2,4,5-Trifenilimidazol)

La lofina es un material orgánico, de fórmula molecular $C_{21}H_{16}N_2$, cuyo punto de fusión se encuentra entre 275-277 °C. No existen muchas referencias en la literatura que den cuenta de su comportamiento, pero se le conoce por diversas características como su quimioluminiscencia (el producto de una reacción aparece en un estado electrónico excitado, emitiéndose luz cuando la molécula alcanza el estado fundamental) [11] o por los cambios en la geometría de la estructura de la molécula mediante fotoexcitación (absorción de un fotón) [12,13,14] en capas poliméricas y diversas soluciones. Se ha utilizado en el laboratorio como especie que proporciona fluorescencia para el análisis de la difusión traslacional de moléculas en capas poliméricas finas y ultrafinas [15], pero también en aplicaciones industriales como foto-iniciador en reacciones de polimerización y más recientemente para la síntesis de anti-inflamatorios. Últimamente se ha apuntado su uso para discriminar el efecto de la temperatura así como medir el valor de dicho parámetro en un sensor de deformación y temperatura basado en redes de Bragg, ya que éstas presentan interferencias cruzadas de estos dos parámetros.[16]

La lofina es un material termocrómico, por lo que sufre un cambio reversible en su estructura molecular debido a variaciones de temperatura. Podemos ver ese cambio en su estructura en la figura 3.2.

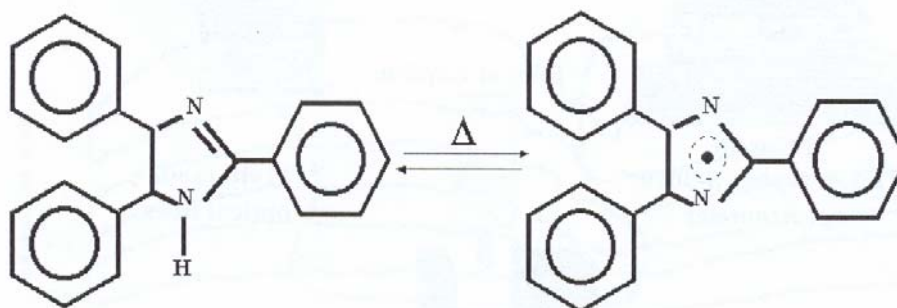


Figura 3.2: Transición térmica de la lofina. A la izquierda aparece en su forma para temperaturas bajas y a la derecha se ve como al aumentar la temperatura cambia su estructura. [18]

Como se puede ver en esa figura, el material posee grupos aromáticos grandes unidos al anillo imidazol que son los que causan efectos de hidratación hidrofóbica. Por otro lado, la existencia de dos grupos hidrófilos de nitrógeno en las moléculas imidazol puede implicar

interacciones específicas entre ellas, así como del hidrógeno con las moléculas de agua. Esta tendencia a formar enlaces de hidrógeno la hace atractiva para su uso en procesos químicos así como en farmacología. Con todo, la solubilidad de la lofina en agua es realmente muy baja. [17]

Como consecuencia del cambio en su estructura molecular, la absorción espectral de dicha sustancia se ve modificada de tal manera que según aumenta la temperatura la absorción decrece [18], es decir, más potencia óptica es reflejada o transmitida por la fibra (dependiendo de si se trabaja en una configuración por reflexión o por transmisión) a temperaturas altas. Este cambio en las propiedades ópticas se produce a longitudes de onda del visible e infrarrojo cercano.

3.1.3 Lofina como elemento transductor

En lo expuesto en el párrafo acerca de la lofina pueden advertirse diversas razones por las que se ha considerado a este material como el más adecuado para su utilización como elemento transductor. Una de las principales razones es que se trata de un material no tóxico e hidrófobo, lo que lo hace muy adecuado para medidas en agua ya que esta no interfiere en su funcionamiento. Por otra parte, el cambio en sus propiedades se produce a las longitudes de onda adecuadas para las condiciones en las que nosotros trabajamos, que es en el infrarrojo. Además, tiene la ventaja añadida de que su coste es relativamente bajo.

El grupo de investigación dirigido por el Profesor Matías del Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica de la Universidad Pública de Navarra, ha desarrollado sensores de temperatura de líquidos fabricados a partir de fibras multimodo sobre las que se depositó este material, en esquemas tanto en reflexión como en transmisión. [14,15] En el esquema de reflexión mojaban mediante el método del *dip-coating* el extremo de la fibra en lofina. Esta técnica consiste en la inmersión lenta del sustrato en un tanque que contiene el material del recubrimiento para posteriormente retirarla del tanque a velocidad constante para obtener un recubrimiento uniforme, dejar que el exceso de material caiga al tanque de nuevo, y finalmente secar o curar la pieza. Una sola fibra se utiliza tanto para la luz de entrada como para la de salida, pero es necesario el uso de un acoplador. Se relaciona la potencia óptica reflejada en la lofina con la variación de la temperatura. En el esquema de transmisión depositaban la lofina mediante la misma técnica sobre un *taper* biconico. Ahora se relaciona la potencia óptica transmitida a través del *taper*. Muestran como el

comportamiento del sensor es bueno aunque en transmisión la respuesta presenta algo de retardo.

Nosotros proponemos una configuración similar a la estructura en transmisión del grupo de Navarra, pero el interés de nuestra propuesta es el que se deriva de las ventajas que los *tapers* adiabáticos tienen con respecto a los bicónicos y que ya se mencionaron en el capítulo 2. También es diferente la técnica de deposición de la lofina sobre el *taper*. Para *tapers* más largos ya no es factible realizar depósitos mediante el *dip-coating* en tanto en cuanto se vuelve muy difícil el control del espesor del depósito en toda la longitud del *taper*, y se verá más adelante la importancia de la técnica de deposición para la repetibilidad de las medidas. El esquema del sensor se puede ver en la siguiente figura.

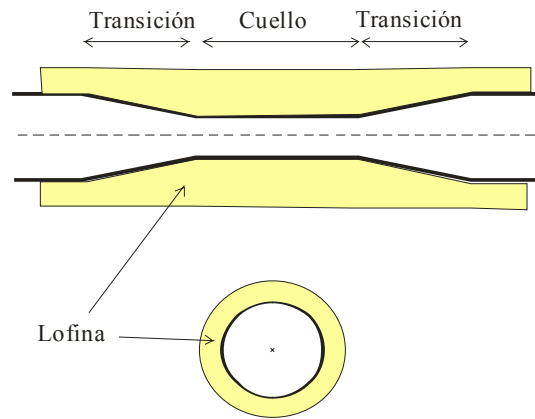


Figura 3.3: Perfil longitudinal y sección transversal del sensor. La lofina se deposita sobre un *taper* de cuello uniforme.

3.2 Fabricación del sensor

Fibra

Para la fabricación de los sensores se ha usado una fibra óptica monomodo de salto de índice tipo W FS-SN-4224 de 3M para transmisión en el rango de 820-850 nm (ver figura 3.4). Los datos de la fibra utilizada¹ aparecen en la tabla 3.1.

¹ Datos facilitados por 3M

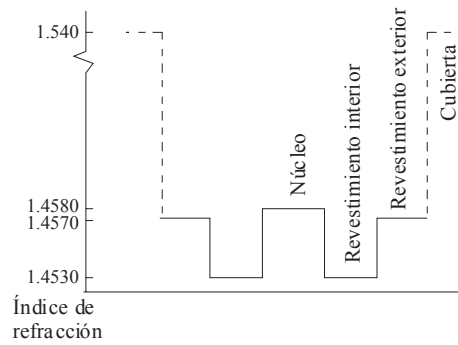


Figura 3.4: Perfil de índices de refracción de la fibra utilizada para la fabricación de los sensores.

	Núcleo	Revestimiento interior	Revestimiento exterior
Diámetro (μm)	~ 5	125	
Índice de refracción	1.4580	1.4530	1.4570

Tabla 3.1: Características de la fibra utilizada para la fabricación de sensores.

Detalles del proceso de fabricación

En primer lugar es preciso efectuar la fabricación, mediante la ya mencionada técnica del quemador móvil, de un *taper* adiabático puesto que sus pérdidas son menores que las de los *tapers* bicónicos. De esta forma se estará en una situación inicial más ventajosa para que así, una vez depositada la lofina en el *taper*, la señal de salida sea mayor. Por añadidura, el hecho de tener una región de interacción más larga mejorará la respuesta del sensor, aumentando así su sensibilidad.

La técnica de deposición de la lofina sobre el *taper* es uno de los puntos más delicados del proceso de fabricación puesto que para que haya un buen acoplamiento entre la fibra y el material absorbente es necesario un depósito de buena calidad. Este proceso de deposición de lofina sobre el *taper* conlleva ciertas complicaciones. A temperatura ambiente la lofina es una sustancia sólida, de manera que para depositarla sobre el *taper* es necesario, en primer lugar, fundirla. Pero además, una vez fundida se solidifica inmediatamente al contacto con el aire, que está a menor temperatura, por lo que no se dispone de mucho tiempo para depositarla adecuadamente. Además, como su temperatura de fusión es bastante alta y los *tapers* son frágiles, se tiene que ser extremadamente cuidadoso al verter la

lofina caliente sobre el *taper* para no romperlo. Por todo ello, no es tarea fácil el conseguir una cierta repetibilidad en el proceso de deposición.

Para paliar, en la medida de lo posible, todos los inconvenientes asociados a la realización del depósito, se ensayaron diferentes técnicas hasta que se encontró la que mejor resultado proporcionaba en lo referente a garantizar un acoplamiento óptimo entre el modo guiado por la fibra y la lofina, a la vez que aportaba una buena repetibilidad. En un principio se probó a verter la lofina directamente sobre un *taper* pegado previamente a un portamuestras de vidrio (ver figura 3.5), pero si se empezaba a verter la lofina en la zona no estrechada para no romper el *taper* con el calor, ésta se solidificaba antes de que estuviera toda la zona estrechada recubierta, y si por el contrario se empezaba a verter justo en la zona estrechada, se podía romper la fibra. Cuando se conseguía con éxito realizar un depósito, la estructura *taper*-lofina terminaba por separarse del vidrio durante la caracterización del sensor porque la adherencia no era buena y la fina capa depositada resultaba ser demasiado frágil.

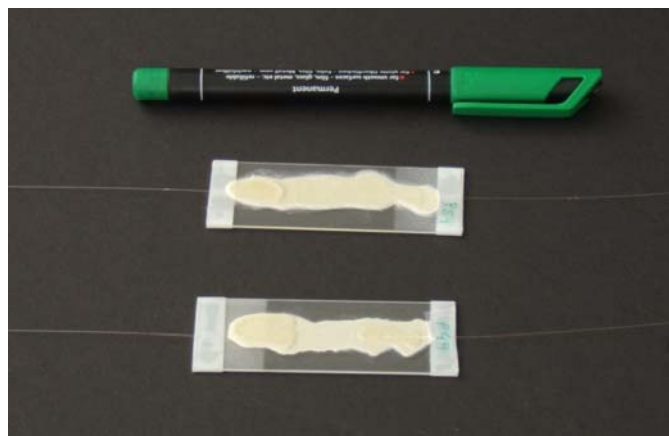


Figura 3.5: Sensor de temperatura basado en el depósito de lofina sobre una fibra *tapered* en un portamuestras de vidrio como soporte.

Para evitar estas dificultades y ganar en robustez, se cambió de configuración y se intentó formar un cilindro de lofina alrededor del *taper* obteniéndose de esta manera, además, un depósito simétrico. Pero para que no hubiera peligro de rotura, la lofina no debía caer en la fibra directamente. Con este fin se usaron distintos métodos para conducir la lofina hacia el *taper*, que desembocaron en el diseño de un dispositivo (ver figura 3.6) para depositar lofina que nos facilita la realización de los depósitos, a la vez que se mejora la repetibilidad del proceso y la homogeneidad de la capa depositada sobre el *taper*.

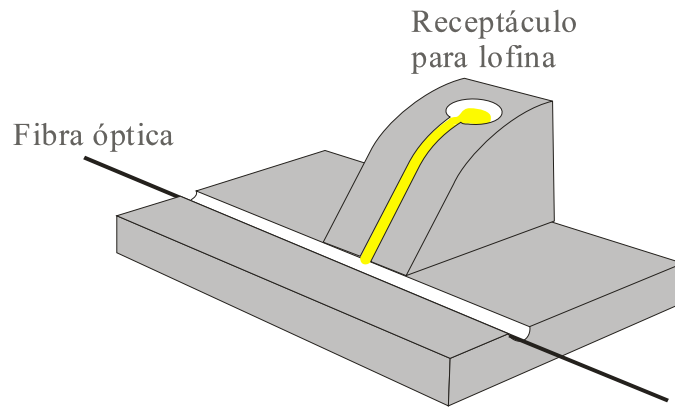


Figura 3.6: Dispositivo para la deposición de lofina sobre fibras *taper*.

En este dispositivo la fibra *tapered* se coloca en el eje de una hendidura practicada en un molde metálico forrado de papel de aluminio de tal forma que la zona estrechada de la fibra se encuentra cercana al canal por el que la lofina fluye hacia el *taper* pero desplazada hacia uno de los lados. El cometido del papel de aluminio es el de facilitarnos la extracción del sensor una vez fabricado, sin correr el riesgo de romperlo. Se colocan también un par de trozos de plastilina para que la lofina no se extienda por toda la hendidura sino que quede confinada en la región de interés. Esta configuración nos permite verter la lofina de forma controlada y que la lofina caliente no caiga directamente sobre el cuello del *taper*. Una vez realizado el depósito, basta con tirar del papel de aluminio para sacar todo el conjunto en bloque. Posteriormente se extrae el sensor desprendiéndolo con cuidado del papel de aluminio. La capa de lofina permanece ahora perfectamente adherida a la fibra *taper*, que va a quedar además protegida.

Se obtienen así depósitos de simetría cilíndrica, compactos y robustos, que dan lugar a sensores como el que se muestra en la figura 3.7.



Figura 3.7: Sensor de temperatura basado en el depósito de lofina sobre una fibra *tapered*.

Este tipo de sensores resultan muy convenientes para nuestros requerimientos puesto que las características arriba mencionadas son indispensables en un medio hostil como es el medio marino.

Se produjeron sensores fabricados con *tapers* de características distintas puesto que resultaba interesante conocer el comportamiento de los sensores en función de ellas para decidir así cuáles son las que proporcionan un funcionamiento óptimo. De entre todos los parámetros fundamentales del *taper* destaca el diámetro de su cuello, cuya influencia en la respuesta del sensor es notable. Para conocer más en profundidad el comportamiento del sensor en función de este parámetro se utilizaron, para la fabricación de los sensores, *tapers* de diámetros que variaban entre 60 y 35 μm . La longitud típica del cuello era de unos 10 mm. También se variaron tanto la longitud como el perfil de las regiones de transición. Para fundir la lofina² en estado sólido se utilizaba un hornillo de gas butano al que se acercaba una cucharilla que se había rellenado previamente con lofina en polvo. Mediante el uso del dispositivo de la figura 3.6 se consiguen unos depósitos altamente repetibles, caracterizados por un espesor promedio de la capa de lofina de aproximadamente 2 o 3 mm de diámetro. Se consigue además que el tamaño de los sensores sea bastante homogéneo, de alrededor de 3 cm de longitud.

3.3 Caracterización de los sensores

El procedimiento experimental llevado a cabo para la caracterización de los sensores es muy simple. Como fuente de luz se ha usado un LED comercial³ con una longitud de onda de pico de 820 nm, para la cual la fibra es monomodo, alimentado por una fuente⁴ de HP. Su uso resulta muy práctico ya que el dispositivo es compacto y más estable que los láseres de semiconductor, y requiere un control menos crítico de la potencia o del plano de polarización de la luz que emite. A la salida del sensor, la potencia transmitida se mide con un detector HP comercial⁵.

² 2,4,5-Triphenylimidazole purum $\geq 98.0\%$ proporcionado por Sigma Aldrich

³ HE8404SG de HITACHI

⁴ HP E3610A DC Power Supply

⁵ HP 8152A Optical Average Power Meter

La caracterización consistió en la monitorización de la evolución de la potencia transmitida detectada al variar la temperatura. Para ello se utilizaron dos métodos distintos: medidas en agua y medidas en cámara climática.

- En el primero de ellos el sensor se sumergía en un recipiente con agua y se hacía variar la temperatura de ésta de forma continua y controlada entre unos 10 y 40 °C mediante una placa calefactora. Se eligieron esos valores en previsión de que en general el agua del mar, donde se emplearían los sensores, no va a sufrir variaciones de temperatura fuera de este rango. Dentro del recipiente de agua se introducía un agitador magnético para que la temperatura del agua fuera lo más uniforme posible en todo el recipiente. Se llevaron a cabo series ascendentes y descendentes de temperatura. La temperatura se variaba accionando el termostato incorporado a la placa calefactora. En las series ascendentes la temperatura se iba incrementando paulatinamente para que el sensor pudiera seguir los cambios de ésta. Cuando se llevaban a cabo series descendentes, se hacía inmediatamente después de la serie ascendente, de manera que al llegar en torno a los 40°C se apagaba la placa y se esperaba a que la temperatura disminuyera de forma natural hasta alcanzar aproximadamente la temperatura ambiente. En la figura 3.8 puede verse una foto del montaje experimental.

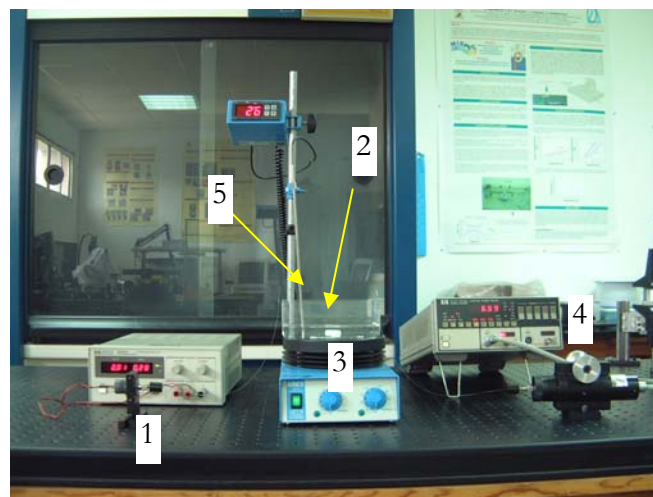


Figura 3.8: Montaje experimental para la caracterización de los sensores de temperatura. (1) Led, (2) Sensor, (3) Placa calefactora, (4) Medidor de potencia, (5) Medidor de temperatura.

- Además de estas medidas, se usó la cámara climática propiedad del Departamento de Electrónica de la Escuela Politécnica Superior de la Universidad de Alcalá para probar el comportamiento del sensor en un ambiente con una temperatura estable y más

controlada, y comparar esas medidas “en seco” con las obtenidas con el sensor sumergido en agua.

Se realizaron diferentes series de medidas con los sensores fabricados a partir de *tapers* de parámetros distintos, para conocer el comportamiento de los sensores en función de estos.

3.4 Resultados de la caracterización

El primer objetivo marcado es el de comprobar si, tal y como se esperaba, un *taper* desnudo proporciona una respuesta insuficiente. Para ello se lleva a cabo un ensayo de temperatura como los descritos en el apartado 3.3 con uno de los *tapers* fabricados. La respuesta mostrada por el *taper* se muestra en la figura 3.9:

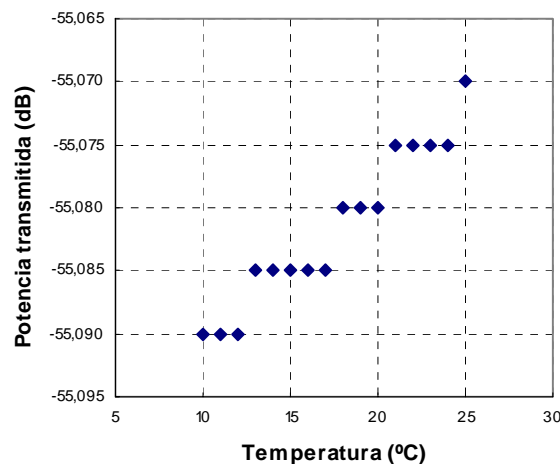


Figura 3.9: Dependencia con la temperatura de la respuesta de un *taper* desnudo de 35 μm de diámetro de cuello.

Se observa claramente que la variación de potencia transmitida experimentada en un intervalo de 15°C es completamente despreciable, por lo que se pone de manifiesto que para poder detectar cambios en la temperatura necesitamos utilizar con el *taper* un transductor adecuado.

Si se realiza la misma prueba con un sensor de los propuestos (*taper* + *lofina*), el comportamiento típico que muestra se puede apreciar en las figuras 3.9 y 3.10, en las que se comparan los datos obtenidos con el sensor sumergido en agua con los conseguidos en la cámara climática:

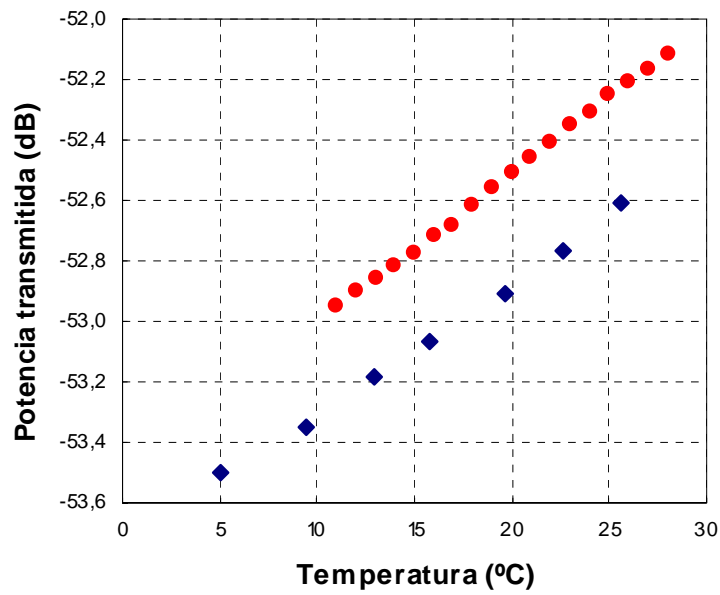


Figura 3.10: Dependencia con la temperatura de la respuesta de un sensor de 45 μm de cintura. Los círculos representan las medidas con el sensor sumergido en agua y los rombos se corresponden con las medidas en la cámara climática.

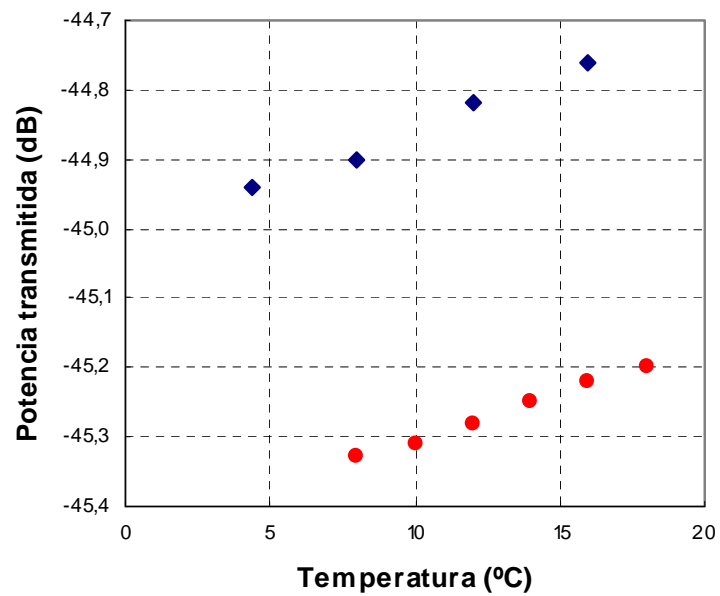


Figura 3.11: Dependencia con la temperatura de la respuesta de un sensor de 60 μm de cintura. Los círculos representan las medidas con el sensor sumergido en agua y los rombos se corresponden con las medidas en la cámara climática.

En ellas se observa exactamente el mismo comportamiento. En primer lugar, tanto en agua como en la cámara climática se produce un aumento en la potencia transmitida por la fibra a medida que aumenta la temperatura, tal y como era de esperar puesto que la lofina muestra un decrecimiento en la absorción espectral al aumentar la temperatura. El nivel de la señal no es el mismo para las dos medidas debido a que los experimentos no se realizaron exactamente en las mismas condiciones de inserción de luz en la fibra, sin embargo en ambos casos el comportamiento es lineal y presentan aproximadamente la misma pendiente, lo que implica que la sensibilidad es independiente del método de caracterización. La zona lineal cubre un rango amplio de temperaturas. El rango dinámico es también suficientemente bueno. Las sensibilidades de los dos sensores difieren ya que se trata de *tapers* fabricados con parámetros diferentes, por lo que se puede adelantar que la respuesta del sensor depende fuertemente de dichos parámetros.

El hecho de que la respuesta obtenida para estos sensores sea lineal en el rango de temperaturas de interés, que es el rango de variación de la temperatura del agua del mar, resulta muy ventajoso a la hora de tratar los datos obtenidos ya que lo simplifica significativamente.

Se han ensayado también varias series de medidas con un mismo sensor para ver cómo de repetibles son las respuestas obtenidas. Se pueden ver los resultados de dichos experimentos para dos sensores distintos en las siguientes figuras.

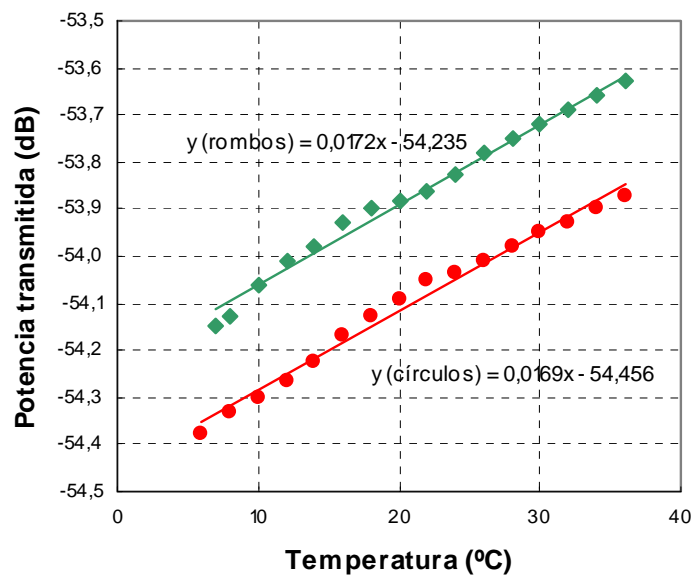


Figura 3.12: Dependencia con la temperatura para dos series consecutivas de medidas para un *taper* de 45 μm de diámetro de cuello.

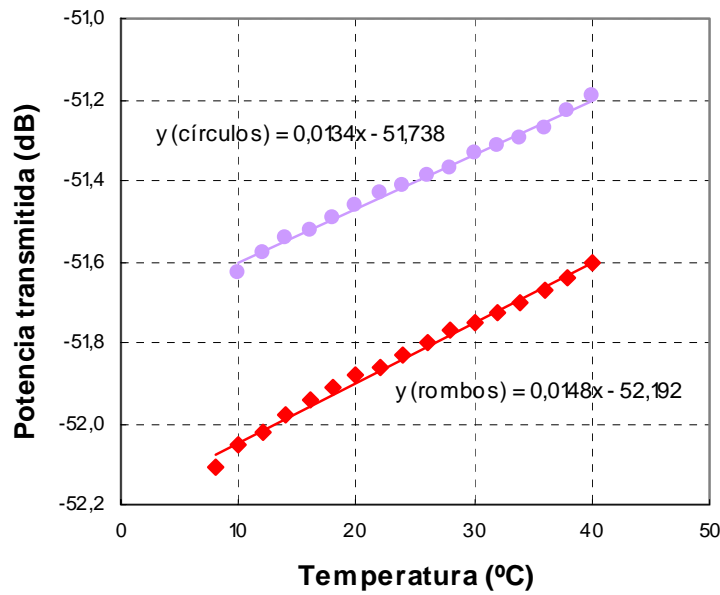


Figura 3.13: Dependencia con la temperatura para dos series consecutivas de medidas para un *taper* de 45 μm de diámetro de cuello.

En estas gráficas se puede ver cómo el sensor se comporta de la misma manera en ambas series de medidas y que la sensibilidad obtenida, dada por la pendiente de las rectas, es muy similar. Dado que los sensores tienen parámetros de construcción similares es posible comparar también las respuestas de ambos. Ambos sensores se fabricaron con 45 μm de diámetro de cuello y un valor de α de 0.2, aunque difieren ligeramente en el valor de L_0 de 13 a 15. Como resultado, se observa en las gráficas anteriores como los valores de la sensibilidad son muy parecidos para ambos, aunque difieren ligeramente debido probablemente a que los parámetros de construcción no son idénticos. El rango dinámico es muy parecido también para estos dos sensores.

3.4.1 Comportamiento respecto a series ascendentes y descendentes de temperatura

En diversas ocasiones se han llevado a cabo series descendentes en los ensayos de temperatura para comprobar la posibilidad de que existiera histéresis en la respuesta. Se pueden ver los resultados obtenidos en las figuras 3.14 y 3.15.

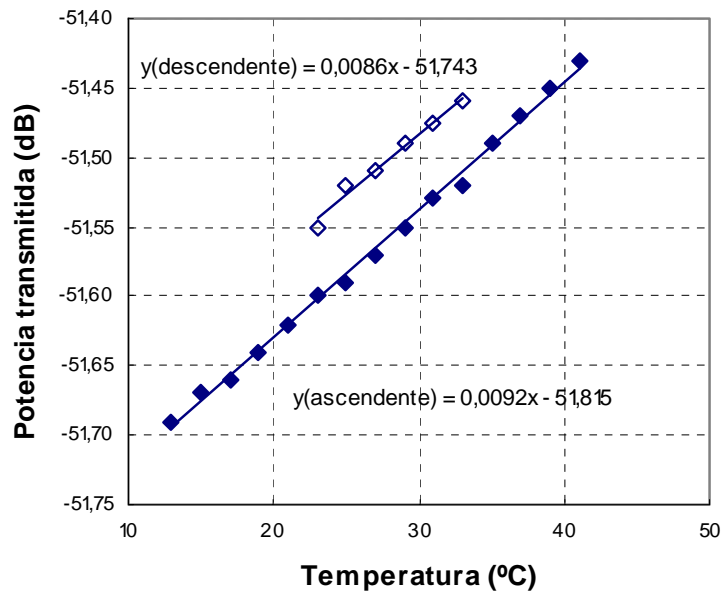


Figura 3.14: Series ascendente (rombos rellenos) y descendente (rombos huecos) de temperatura para un *taper* de 60 μm de diámetro de cuello.

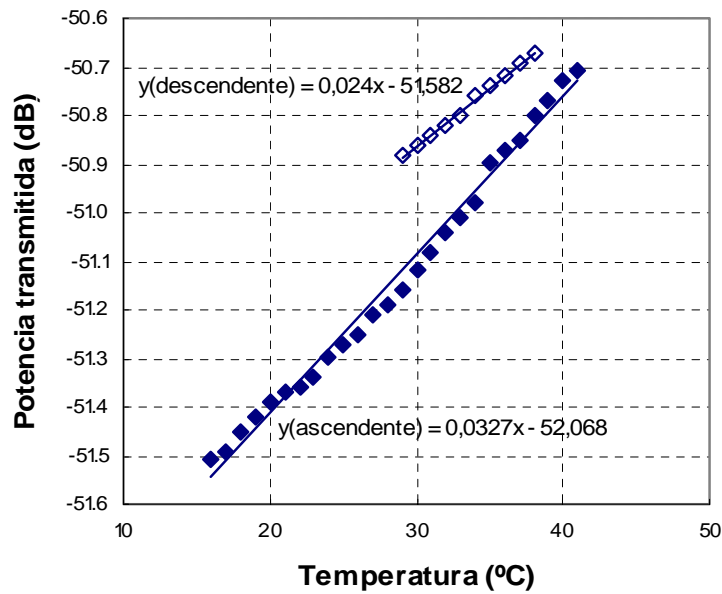


Figura 3.15: Series ascendente (rombos rellenos) y descendente (rombos huecos) de temperatura para un *taper* de 40 μm de diámetro de cuello.

En estas gráficas lo primero que se observa es que la respuesta del sensor puede de nuevo asimilarse a una recta de pendiente muy parecida a la de la recta de subida de

temperatura, sin embargo existe algo de retardo hasta que se llega a ese estado. La explicación puede deberse al mayor tiempo de respuesta de la gran cantidad de lo fina depositada puesto que como muestran Valdivielso et al. [19], pequeñas cantidades de ésta depositadas en el extremo de una fibra no provocan errores en la respuesta del sensor al ser calentado y enfriado pero sí que lo hacen al depositar un área mayor y por tanto, la diferencia no se debe a una posible histéresis sino a un mayor tiempo de respuesta del sensor.

En la segunda figura el ajuste de los datos de las series no es tan bueno como los de la primera, seguramente debido a que se trataba de un *taper* colocado sobre un portamuestras de vidrio (en lugar de estar fabricado con el dispositivo diseñado para realizar los depósitos) y tras varios ensayos de temperatura previos por lo que previsiblemente el sensor estaba algo desprendido del vidrio. Se pone así de manifiesto la necesidad de un buen método de fabricación para evitar estas variaciones anómalas en la respuesta de los sensores.

El error cometido por este retardo depende de cómo estuviera fabricado el sensor, pero en el primero de los casos es de unos 6°C, comparable con lo obtenido por Valdivielso et al. [19].

3.4.2 Comportamiento respecto al cuello del taper

Los resultados obtenidos en la caracterización de sensores fabricados con *tapers* de diferentes diámetros de cuello se pueden ver en las figuras 3.16 y 3.17, en las que se aprecia cómo es la evolución en las respuestas al ir variando el diámetro. En particular se muestran las respuestas para *tapers* cuyo diámetro de cuello es 60, 45, 40 y 35 μm . En estas graficas se muestra la potencia transmitida relativa con un propósito comparativo, y en este caso representa la potencia transmitida para la primera temperatura registrada para cada sensor referenciada a cero.

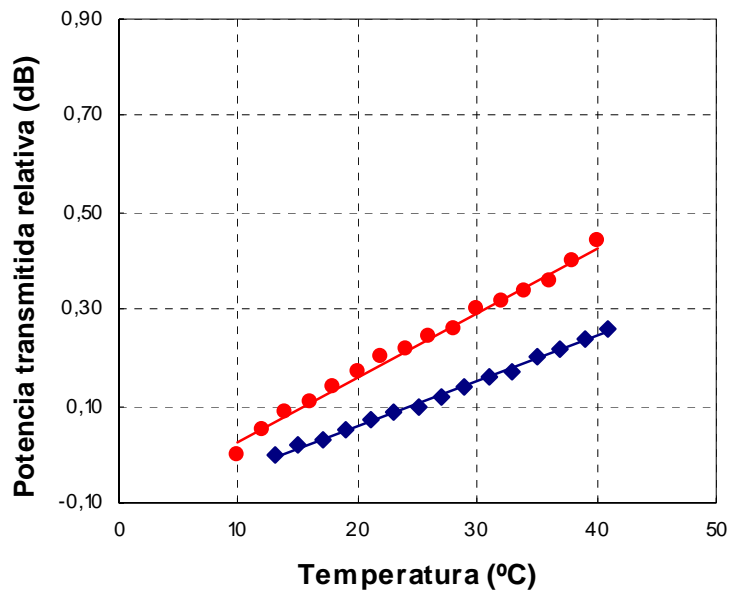


Figura 3.16: Dependencia de la respuesta del sensor con el diámetro del cuello del *taper*.
 Los rombos corresponden a un diámetro de 60 μm y los círculos a uno de 45 μm .

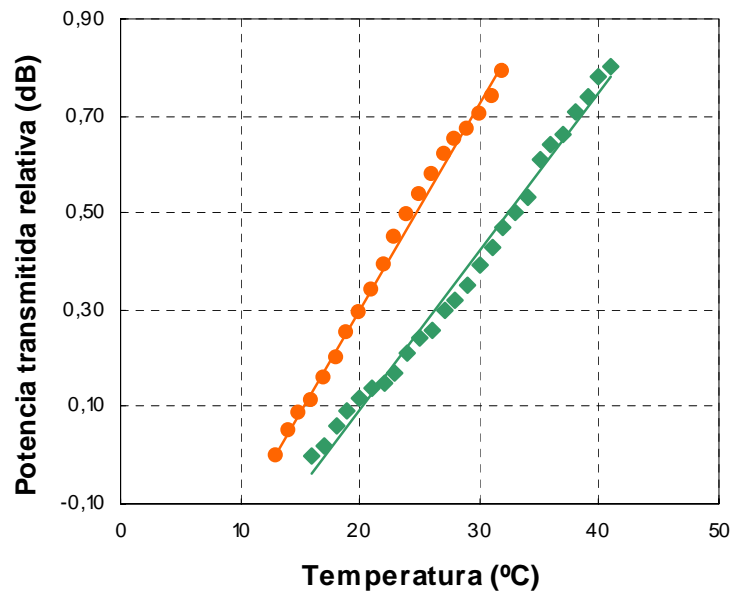


Figura 3.17: Dependencia de la respuesta del sensor con el diámetro del cuello del *taper*.
 Los rombos corresponden a un diámetro de 40 μm y los círculos a uno de 35 μm .

Se puede observar en ellas que la linealidad de la respuesta es buena en todos los casos pero que dicha respuesta depende claramente del diámetro del cuello del *taper* utilizado. En

particular, se obtiene una tendencia a aumentar la pendiente de la curva, y por tanto la sensibilidad del sensor, según va disminuyendo el diámetro del cuello. Este comportamiento era de esperar puesto que cuanto menor es el diámetro del cuello más fácil es acceder al campo evanescente y por lo tanto más fácil resulta la interacción del campo con el material depositado.

Para hacerse una mejor idea de cómo es exactamente esa dependencia, se muestran en la figura 3.18 los valores de la pendiente para los distintos diámetros.

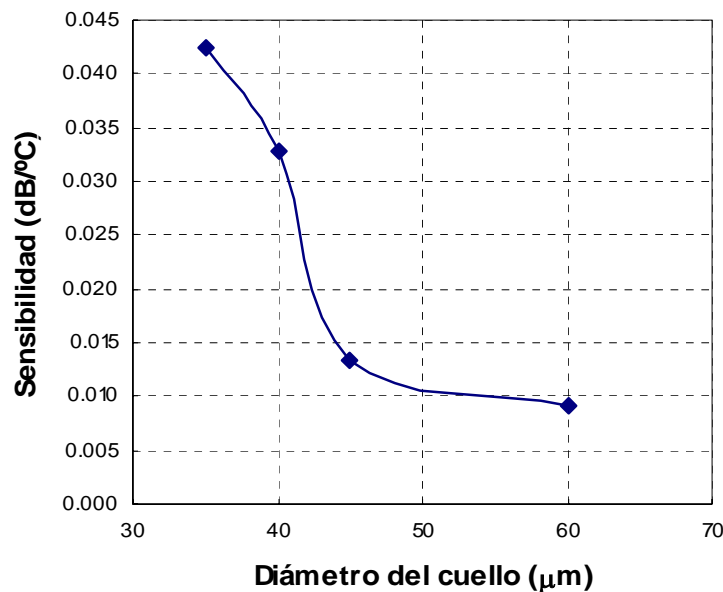


Figura 3.18: Sensibilidad del sensor en función del diámetro del cuello del *taper*.

Se puede notar claramente cómo mejora la sensibilidad del sensor cuando se utilizan *tapers* de diámetros más pequeños. Esta variación en la sensibilidad del sensor en función del diámetro del cuello del *taper* permite que se puedan construir sensores con la sensibilidad deseada sin más que cambiar el diámetro del cuello del *taper* con que se fabricó el sensor.

A la vista de esta figura se tiende a pensar que lo más interesante para que la sensibilidad de los sensores sea muy alta sería utilizar *tapers* con el diámetro de cuello muy pequeño. Interesa aquí apuntar la limitación existente ya que al mismo tiempo que aumenta su sensibilidad, los *tapers* de diámetros de cuello menores son más frágiles y difíciles de manejar. Por lo tanto, en la práctica es necesario alcanzar un compromiso entre la sensibilidad que se necesita y la robustez que hace falta que tenga el sensor.

La sensibilidad que presentan estos sensores fabricados con *tapers* de 35 μm es, típicamente, de alrededor de 0.045 dB por grado centígrado. Esta sensibilidad es en general más alta que la que se alcanza con *tapers* bicónicos. [19] Con este esquema, podemos llegar a conseguir una resolución de hasta 0.2 $^{\circ}\text{C}$.

3.4.3 Elección de los parámetros fundamentales de los tapers

La necesidad mostrada de llegar a un compromiso con el diámetro del cuello del *taper* se pone de manifiesto también al variar la longitud del *taper* y el perfil de las regiones de transición. Dichos parámetros deben tener valores tales que garanticen la obtención de *tapers* adiabáticos, para lo cual interesa que la reducción del diámetro de la fibra se realice de forma paulatina, dando lugar así a un perfil suave de las zonas de transición. Esta reducción es tanto más paulatina cuanto mayor es la longitud del *taper*, sin embargo a mayor longitud más complicada, y delicada, resulta la tarea de la manipulación y el trabajo con ellos.

Puesto que no se ha encontrado una tendencia clara entre la sensibilidad de los sensores y la variación de estos parámetros, tras numerosas pruebas se eligieron unos valores de longitud total de la zona estrechada que no excediera del rango de entre 2.5 y 4 cm y un perfil de las zonas de transición dado por un parámetro α de valor -0.2. Estos valores permiten obtener pocas pérdidas, lo que llevó a que se adoptara como aceptable un valor de α negativo aunque implicase un tamaño del núcleo más corto, en detrimento de una superficie de interacción mucho mayor. Dichos valores para los parámetros proporcionaron un fácil manejo de los *tapers* en la elaboración de los sensores puesto que el estiramiento final no era muy grande, lo que implicó además que los sensores fueran menos frágiles. En cuanto a la sensibilidad, la longitud del cuello era lo suficientemente larga como para mejorarla con respecto a la de los *tapers* bicónicos sin necesidad de cambiar el valor de α que escogimos.

3.4.4 Evolución temporal de la respuesta

Los sensores fueron medidos de nuevo transcurridos unos meses para ver cómo era la evolución temporal de la respuesta. Se muestran estos resultados para un par de sensores en las figuras 3.19 y 3.20. Para poder comparar mejor las diferentes series de medidas, en la segunda de las figuras se representa de nuevo la potencia transmitida relativa, es decir, referenciada a cero para la primera temperatura medida en cada sensor.

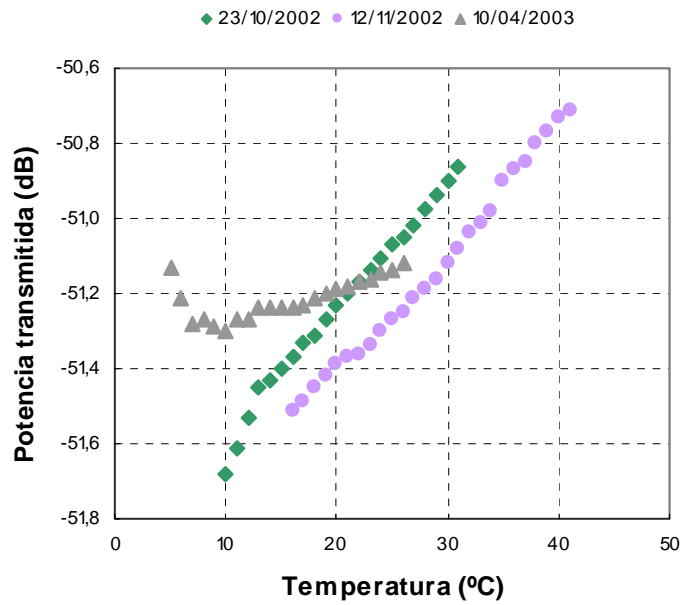


Figura 3.19: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado a partir de un *taper* de 40 μm de diámetro de cuello. Las series corresponden a la primera medida y a las medidas realizadas un mes y seis meses después.

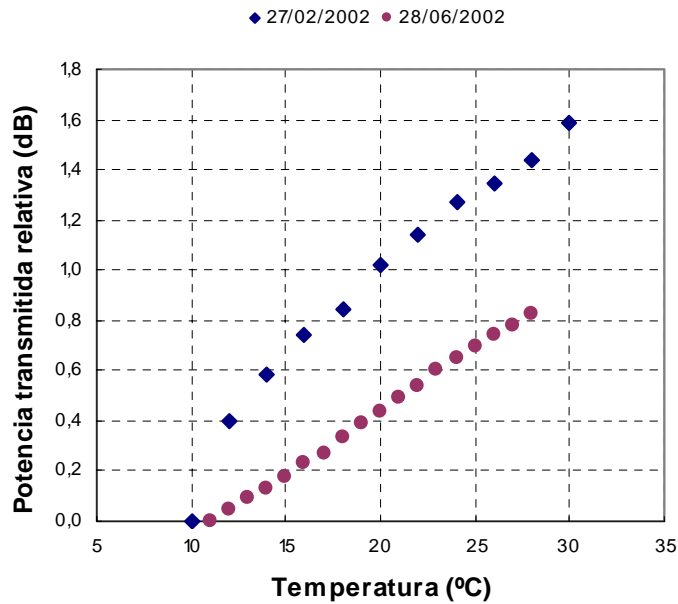


Figura 3.20: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado a partir de un *taper* de 45 μm de diámetro de cuello. Las series corresponden a la primera medida y a la medida realizada cuatro meses después.

En estas figuras se puede observar cómo la respuesta del sensor disminuye a medida que pasa el tiempo. En la figura 3.19 se observa que la respuesta del sensor en la segunda serie, la que tuvo lugar un mes después de la primera medida, tiene una sensibilidad muy parecida a la que se obtuvo en un principio, pero en 3.20 vemos que la sensibilidad ha disminuido notablemente trascurridos cuatro meses de la fabricación del sensor, aunque la respuesta es muy regular y aceptable. Tras seis meses, como se puede ver en la figura 3.19, la sensibilidad ha disminuido drásticamente.

3.5 Conclusiones

A la vista de los resultados se demuestra la viabilidad de estos sensores basados en el depósito de un material termocrómico en un *taper* adiabático para la medida de variaciones de temperatura.

- Se ha perfeccionado la técnica de deposición del material para mejorar la repetibilidad en los depósitos.
- Los resultados presentan un buen comportamiento en cuanto a linealidad, rango dinámico y sensibilidad en el rango de temperaturas de interés.
- Se ha estudiado la dependencia del comportamiento de los sensores con los parámetros del *taper* y se ha visto que un diámetro de cuello menor aumenta la sensibilidad del dispositivo.
- La notable dependencia de la respuesta del sensor con la variación del diámetro del cuello del *taper* nos proporciona la ventaja de poder ajustar la sensibilidad de éste al valor deseado, en función de las necesidades, sin más que variar el diámetro del cuello. Dichas modificaciones se pueden realizar fácilmente con el método del que disponemos para la fabricación de las fibras estrechadas.
- Se ha estudiado la evolución temporal del comportamiento de los sensores y se ha visto que un a un corto plazo la sensibilidad es comparable pero que a medio plazo disminuye de forma acusada.
- Los sensores producidos son robustos, de pequeño tamaño y sencillos. El esquema de alimentación y detección es también simple, y la independencia con la polarización es una característica muy interesante. Por todo ello consideramos a estos dispositivos como buenos candidatos para su uso en el medio marino ya que estas características son muy interesantes para los requerimientos de sensores para medidas *in-situ*: robustez,

posibilidad de acceder a lugares difíciles, medidas in situ, inmunidad a interferencias eléctricas, etc.

- La exposición de la zona sensible al agua no supone ningún problema puesto que es un material hidrofóbico y el *taper* está protegido por la propia lofina.

Referencias

- [1] J.P. Dakin, "Optical Fiber Environmental Sensors", *6th International Conference on Optical Fiber Sensors, Proceedings OFS 89, Springer-Verlag, Berlin*, 186-193 (1989).
- [2] Gwo Ching Gong, Yun Ho Wen, Bo Wen Wang, Gong Jen Liu, "Seasonal variation of chlorophyll concentration, primary production and environmental conditions in the subtropical East China Sea", *Deep Sea Research, Part II Topical Studies in Oceanography* **50**(6-7), 1219-1236 (2003).
- [3] Y. Yokouchi, Y. Nojiri, L.A. Barrie, D. Toon-Sauntry, Y. Fujinuma "Atmospheric methyl iodide: high correlation with surface seawater temperature and its implications on the sea-to-air flux", *Journal of Geophysical Research* **106**(D12), 12661-12668 (2001).
- [4] R.M. Mdodo, "Reef degradation following mass coral bleaching in Kenia", *Riding the Crest into the 21st Century, Oceans '99, Conference Proceedings IEEE*, **2**, 1025 (1999).
- [5] N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, O. Esteban, A. González-Cano, "Temperature sensor based on the deposition of a thermochromic material on a tapered optical fibre", *16th International Conference on Optical Fiber Sensors. Technical Digest*, 80-83 (2003).
- [6] N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, O. Esteban, A. González-Cano, "A fibre-optic temperature sensor based on the deposition of a thermochromic material on an adiabatic taper", *Measurement Science and Technology* **15**(2), 353-358 (2004).
- [7] M. Bacci, M. Brenchi, G. Conforti, R. Falciai, A. G. Mignani, A.M. Scheggi, "Thermochromic transducer optical fiber thermometer", *Applied Optics* **25**(7), 1079-1082 (1986).
- [8] A. Dybko, W. Wróblewski, E. Rozniecka, J. Maciejewski, Z. Brzózka, "Comparison of two thermochromic solutions for fibre optic temperature probes", *Sensors and Actuators A* **76**(1-3), 203-207 (1999).
- [9] Kirk-Othmer, "Chromogenic materials" in the *Encyclopedia of Chemical Technology. Volume 6*, pp. 337-342, John Wiley & Sons, Inc. New York (1993)
- [10] A. Samat, V. Lokshin, "Thermochromism of Organic Compounds", in *Organic Photochromic and Thermochromic Compounds*, Vol 2, Ch. 10, edited by Crano and Guglielmetti, Plenum Press, New York (1998).

- [11] A. Larena, M. Valero, E. Bernabeu, "Some Chemiluminescence Reactions in Presence of Different Metal Ions", *Optica Pura y Aplicada* **16**(2), 91-96 (1983).
- [12] A.C. Testa, "Photocyclization of Triphenylimidazole in a polymer film", *Journal of Photochemistry and Photobiology A* **43**, 105-108 (1988).
- [13] A.C. Testa, "Surface enhanced Raman spectrum of triphenylimidazole", *Spectrochimica Acta Part A* **55**(12), 2393-2398 (1999).
- [14] A.C. Testa, "Laser flash photolysis of triphenylimidazole", *Spectrochimica Acta Part A* **56**(5), 901-904 (2000).
- [15] D.B. Hall, R.D. Miller, J.M. Torkelson, "Molecular probe techniques for studying diffusion and relaxation in thin and ultrathin polymer films", *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* **35**(17), 2795-2802 (1997).
- [16] C. Fernández-Valdivielso, I.R. Matías, F.J. Arregui, "Simultaneous measurement of strain and temperature using a fiber Bragg grating and a thermochromic material", *Sensors and Actuators A* **101**(1-2), 107-116 (2002).
- [17] M. Rogalski, U. Domanska, D. Czyrny, D. Dyczko, "Surface and conductivity properties of imidazoles solutions", *Chemical Physics* **285**(2-3), 355-370 (2002).
- [18] C. Fernández-Valdivielso, I.R. Matías, A. Madrid, F.J. Arregui, "An optical fiber temperature sensor based on thermochromic effect for under-water applications", *14th International Conference on Optical Fiber Sensors. Conference Proceedings SPIE* **4185**, 146-149 (2000).
- [19] C. Fernández-Valdivielso, E. Egozkue, I.R. Matías, F.J. Arregui, C. Bariáin, "Experimental study of thermochromic material based optical fiber sensor for monitoring the temperatura of the water in several application", *Sensors and Actuators B* **91**(1-3), 231-240 (2003).

CAPÍTULO 4

SENSOR DE TEMPERATURA BASADO EN TUBOS CAPILARES

En este capítulo se presenta una configuración que es, como ya se apuntó en el capítulo anterior, una configuración en transmisión y con medidas de intensidad. Estamos interesados en desarrollar un concepto alternativo de sensor de temperatura que aproveche la propiedad de que la potencia óptica transmitida por la fibra *tapered* depende fuertemente de su geometría, es decir de parámetros tales como la curvatura a la que está sometida la región estrechada, ya que esto nos permite caracterizar el comportamiento de los *tapers* respecto a parámetros diferentes a lo que se hizo en el capítulo anterior y probar todas sus posibilidades.

Esta dependencia de la potencia transmitida con la geometría del *taper* es un efecto que ha sido utilizado para medir diversos parámetros físicos: la presión [1,2] para fabricar altímetros o sondas para medir presión esofágica, la deformación [3] e incluso la temperatura [4] para valores de ésta muy bajos (20-180 K).

El nuevo concepto de sensor supone además una segunda alternativa para el sensor de temperatura basado en fibras *tapered*, que proporciona sensores de mayor robustez para medir en un medio como el marino. Se presentan aquí tanto su desarrollo como los resultados obtenidos.

4.1 Concepto del sensor

El concepto de sensor mostrado en el capítulo 3 partía de una situación en la que la fibra *tapered* se encontraba estirada. Sin embargo, ya se mencionó en el capítulo 2 que las fibras *tapered* son realmente muy sensibles a cambios de curvatura. Se aprovechará esta característica para desarrollar un nuevo sensor de temperatura, pero para ello es necesario encontrar un transductor que transforme la variación de la temperatura en un cambio de la curvatura del *taper*.

Se propone el uso de un capilar cilíndrico como transductor. La variación en la longitud de dichos capilares debida a cambios de temperatura del medio externo se va a

traducir en variaciones de curvatura del *taper* y como consecuencia de ello en variaciones de la potencia transmitida. Un esquema de un sensor de este tipo se muestra en la figura 4.1.

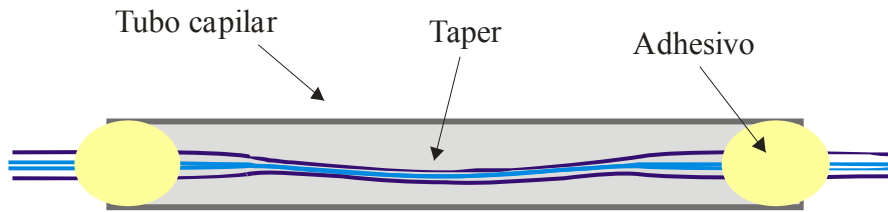


Figura 4.1: Esquema del concepto del sensor. La dilatación o contracción del tubo produce un cambio en la curvatura del *taper*.

En ellos se introduce la zona estrechada de la fibra en el capilar cilíndrico y se fija a los extremos de éste con un adhesivo.

Este concepto de sensor nos permite trabajar de dos maneras diferentes:

- Fijando el material del cilindro con que se fabrica el *taper* podemos caracterizar más en profundidad su comportamiento con respecto a los parámetros de construcción de éste, tal y como se hizo en el capítulo anterior pero con respecto a la otra característica principal que presentan las fibras estrechadas, la dependencia con la geometría.
- Fijando los parámetros de construcción del *taper* podemos conocer las variaciones en las respuestas de los sensores frente a variaciones en los materiales de los cilindros para conocer cuál de ellos es más apropiado para usarlo en los sensores.

En esta memoria se ha optado por la segunda opción puesto que en el capítulo 3 ya se había hecho algo similar a lo propuesto en la primera opción y al fin y al cabo en los objetivos de ésta no solo se trataba de caracterizar el comportamiento de los *tapers* sino también de desarrollar sensores para medir parámetros del medio acuático. Sin embargo, no se descarta en un futuro probar con la primera de las opciones.

El cambio en la geometría del *taper* ya se propuso en el pasado como medio para medir temperatura. [5,6] En ambos casos utilizaron *tapers* bicónicos que eran fijados con un adhesivo, a una placa de vidrio en el primero y a un semicilindro polimérico en el segundo, de manera que la diferencia en los coeficientes térmicos de expansión de la placa de vidrio y la fibra producía una alteración en la transmisión de la fibra. Sin embargo, ese esquema no es adecuado para nuestro propósito de utilizar dichos sensores en el medio acuático. El uso de los capilares permite una mayor protección de la región estrechada, que es frágil, ya que se encuentra totalmente resguardada. Se obtienen por tanto sensores compactos y robustos,

muy adecuados para trabajar en un medio tan hostil como el mar. Además, como la fibra no está en contacto con el medio externo, la medida de la temperatura es independiente de su composición química, y en el caso del agua del mar, es independiente de la salinidad. Otra ventaja añadida es que, dado que el comportamiento del sistema dependerá en gran medida del coeficiente térmico de expansión del material del cilindro, es posible alterar la respuesta del sistema sin más que cambiar el material del cilindro transductor, es decir que se puede sintonizar el punto de operación, además de poder aumentar tanto la sensibilidad como el rango dinámico.

4.2 Fabricación del sensor

Nuevamente, el primer paso es la fabricación de un *taper* adiabático mediante la técnica del quemador móvil. Las ventajas que presentan dichos *tapers* frente a los *tapers* bicónicos fueron ya comentadas en el capítulo anterior, y siguen siendo de gran interés en esta nueva configuración. La fibra utilizada también es la misma que la mencionada en el capítulo anterior, monomodo de salto de índice tipo W (FS-SN-4224 de 3M).

Para la fabricación de los dispositivos, el cilindro capilar se fija a una plataforma comercial¹ que dispone de unos sistemas de agarre para sujetar la fibra y que permite realizar pequeños desplazamientos a lo largo de los tres ejes, que pueden cuantificarse ya que incorpora micrómetros en cada uno de ellos. La plataforma va a servir para variar el estado de tensión de la fibra a la hora de fijarla al tubo capilar. Tras asegurar el cilindro a la plataforma se introduce la fibra *tapered* en su interior, se sujeta y se procede a la búsqueda de la posición más adecuada dentro del capilar. Una vez encontrado el punto óptimo, aplicamos un adhesivo para fijar la fibra a los extremos del tubo. El montaje experimental para la fabricación de los sensores puede verse en la figura 4.2.

¹ XYZ Flexure Stage MDT602 proporcionado por Thorlabs

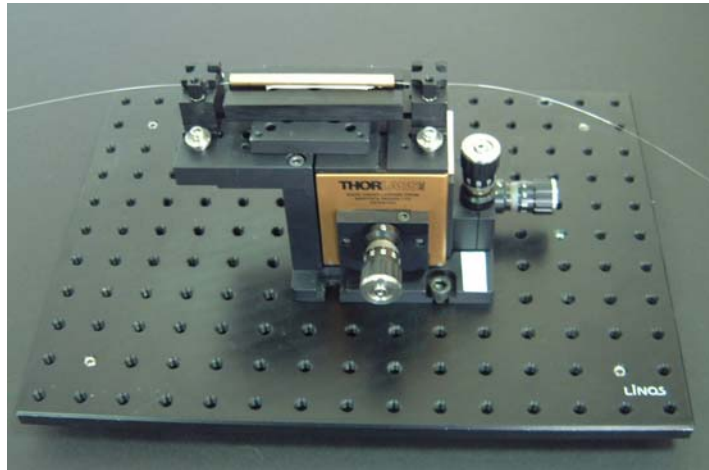


Figura 4.2: Montaje para la fabricación de sensores.

El proceso de fijación de los *tapers* en los capilares es crucial. No resulta fácil controlar la forma que adopta el *taper* una vez que ha sido introducido en el capilar, y sin embargo es una información importante en tanto que afecta a la repetibilidad del comportamiento de los dispositivos. Interesa, por tanto, que el proceso de producción sea siempre exactamente igual para que el grado de incertidumbre sea mínimo. Para salvar esta dificultad se han ensayado dos métodos de fabricación de los sensores.

- El primer método tiene en cuenta que los sensores están concebidos para su uso en el mar por lo que las temperaturas a medir no van a ser muy altas, de manera que se procede a su fabricación a temperatura ambiente (alrededor de los 25°C) introduciendo el *taper* lo más estirado posible y pegándolo a los extremos del capilar. Así, al introducirlo en el agua una disminución de la temperatura contraería el cilindro, lo que se traduciría en un aumento de la curvatura del *taper*. Si la temperatura del líquido fuese ligeramente mayor que aquella a la que fue producido el sensor, el capilar se dilataría y la fibra eventualmente podría estirarse algo, por lo menos hasta un cierto límite. De esta manera, la potencia transmitida por el *taper* será mayor a medida que la temperatura aumenta. Aunque en este caso no se ha llevado a cabo, si fuera necesario ampliar el rango de operación del sensor siempre se podría realizar la fijación a una temperatura más alta (calentándolo, por ejemplo) de manera que el *taper* estuviera estirado para los valores de temperatura deseados.
- El segundo método de producción de sensores consiste en controlar la potencia transmitida por el *taper* durante todo el proceso de exploración del estado de fijación de la fibra. Se introduce la fibra *tapered* en el cilindro capilar sin que se encuentre estirada

esta vez, y se sujetan los extremos provisionalmente con cinta adhesiva de manera que se pueda variar el estado inicial de la fibra hasta encontrar la curvatura de partida adecuada para que al estirar y encoger el *taper* mediante los posicionadores de la plataforma de sujeción se consiga el máximo rango dinámico posible. Una vez elegido el punto óptimo de funcionamiento, se pega la fibra a los extremos del capilar con un adhesivo. Esta segunda opción es adecuada cuando interesa hacer medidas a temperaturas más elevadas puesto que al no estar estirado el *taper* en un principio, da margen tanto para que se estire como para que encoja. Así, las contracciones o dilataciones sufridas por el capilar como consecuencia de las variaciones de temperatura provocarán siempre un cambio en la curvatura del *taper* que se encuentra en su interior. En este caso no se puede garantizar que la forma de los *tapers* en el interior del capilar sea parecida en todos los dispositivos, pero eso no representa un gran problema ya que, como se verá a continuación, la respuesta de cada sensor es altamente repetible y bastaría con calibrarlos adecuadamente para poderlos utilizar.

Es importante mencionar que en ambos métodos de fabricación existe la posibilidad de que en el proceso de fijación de la fibra ésta presente torsiones, lo que se traduciría en cambios anómalos en la respuesta del sensor al variar la temperatura. Con el segundo de los métodos descritos la probabilidad de que esto ocurra es menor puesto que si durante la calibración se detecta alguna respuesta inesperada es posible despegar la cinta adhesiva y volverlo a intentar de nuevo.

Aunque se han ensayado ambas opciones, se seleccionó la primera de ellas para llevar a cabo la elaboración de los sensores con capilares de vidrio ya que el rango de temperaturas que podemos medir con ese procedimiento es suficiente para los requerimientos que le exigimos al sensor. Los sensores de capilares metálicos se fabricaron casi íntegramente con el segundo método, aunque todavía algunos de ellos fueron producidos con el primero.

Otro aspecto importante era el de encontrar el adhesivo más adecuado para la fijación de la fibra. Se hicieron pruebas con diversos adhesivos comerciales hasta que se encontró el que mejores prestaciones proporcionaba atendiendo al uso que tenían asignados los sensores. En primer lugar se probó con Loctite instantáneo, un adhesivo muy rápido a base de cianocrilato que seca con luz ambiente. La rapidez en el secado junto con que éste se produce a la luz natural lo hacen muy interesante por su simplicidad, el problema que presentó es que no era resistente al agua. Se probó también con Loctite cristal, que es un adhesivo rápido muy indicado para vidrio y metal, que cura con UV (365

nm). Esto exige el uso de una lámpara UV durante un tiempo mínimo de 10 minutos para que seque, lo que hace más tedioso el proceso de secado, pero resulta ser resistente al agua, que es lo que se necesita. Por último se probó con Araldit-Epoxi², adhesivo de dos componentes que seca muy rápidamente y está especialmente indicado para unir y rellenar superficies pequeñas. Resiste hasta 320 Kg./cm², endurece en 5 minutos y puede soportar cargas en 1 hora. Alcanza la máxima resistencia a las 12 horas (20-25° C). En este caso el adhesivo era resistente al agua y no es necesario el uso de luz ultravioleta para que seque, basta con dejar que actúe durante unos minutos. A la vista de estos resultados se decidió que la tercera opción era la más adecuada porque cumplía los requerimientos impuestos en un principio de la forma más sencilla posible. Así, la fibra se pegó a los capilares mediante Araldit-Epoxi, y se dejaba un día en reposo antes de pasar a la caracterización del sensor para tener la seguridad de que el pegamento había endurecido adecuadamente.

Para ver cómo varía la respuesta de un sensor de este tipo se han probado capilares de diferentes materiales en un intento de comprobar, además, si es posible sintonizar el rango de medida de temperatura sin romper la fibra. Se ensayaron cilindros capilares de vidrio, de cerámica y de metal, probando a su vez diferentes metales para ver si la respuesta del sensor mejoraba por el hecho de estar fabricado con un metal determinado. En concreto se probó con hierro, latón (aleación de Cu y Zn, este último en proporción menor del 45%) y Dural (Duraluminio: aleación del aluminio, que además contiene de 3.4 a 4% de Cu, 0.5% de Mg y se admiten no más del 0.8% de Fe y 0.8% de Si). Estos dos últimos materiales presentan la ventaja de que no se oxidan: los materiales hechos con aluminio no se oxidan porque en un medio oxidante éste se cubre con una densa película de óxido que lo protege contra la corrosión; y el latón es también resistente a la oxidación, y en concreto no es atacado por el agua salada, razón por la cual se usa en la marina. [7] Dado que esta resistencia a la oxidación es una propiedad muy atractiva cuando el propósito es el de realizar medidas en el mar, se han seleccionado estos materiales para los ensayos puesto que ahorrarían el trámite de tener que procurarle al cilindro un recubrimiento antioxidante, que es lo que habría de hacerse con los cilindros de hierro en caso de que supusieran la mejor apuesta.

² www.mundoceys.com

En cuanto al tipo de dispositivos fabricados, la experiencia acumulada con los sensores de lo fina en cuanto a manejabilidad y fragilidad de éstos, condujo a la elección de *tapers* cuyos parámetros fundamentales fueran $L_0 = 10$ mm y $\alpha = -0.2$, aunque se varió el diámetro del cuello para ver si su efecto era acusado o no en esta segunda propuesta. Los diámetros de los cuellos de los *tapers* variaron entre 35 y 40 μm . Se utilizaron capilares de distintos materiales cuya longitud variaba: para los cilindros de vidrio y metálicos era de 70 mm, y para los de cerámica de 100 mm. El diámetro interno del capilar era de 1 mm para los capilares de vidrio, de 1.5 mm para los de cerámica y de 3 mm para los metálicos.

Los dispositivos producidos se muestran en la figura 4.3, en la que se observan diversos sensores fabricados con capilares de diferentes materiales, y en la que se pone de manifiesto tanto la sencillez como la robustez de la propuesta.



Figura 4.3: Diferentes sensores basados en tubos capilares (de arriba abajo: vidrio, cerámica y metal).

4.3 Caracterización de los sensores

Tanto el montaje experimental como el procedimiento seguido en la realización de las medidas es idéntico al llevado a cabo con el sensor de temperatura descrito en el capítulo 3, ver figura 3.8. De nuevo, como fuente de luz se usó un LED comercial con una longitud de onda de pico de 820 nm, para la cual la fibra es monomodo, por su compacidad y estabilidad, y la potencia transmitida se mide con el detector HP comercial.

Se realizaron diferentes series de medidas con los dispositivos fabricados para analizar su comportamiento con respecto al cuello de los *tapers* y al material del cilindro con que se han fabricado, así como para conocer la evolución de este comportamiento con el

tiempo. También analizaremos el efecto del método de fabricación en la respuesta obtenida por el sensor.

En esta ocasión la caracterización se llevó a cabo únicamente introduciéndolos en agua, sin hacer la comparación con medidas en la cámara climática. Como se expuso en el capítulo 3, el sensor se sumergía en un recipiente con agua cuya temperatura se variaba de forma continua y controlada generalmente entre 5 (a veces incluso menos) y 40 °C mediante una placa calefactora en series ascendentes y descendentes de temperatura, las cuales se llevaban a cabo inmediatamente después de las ascendentes. Para la toma de datos de las series descendentes se apagaba la placa y se esperaba hasta que la temperatura disminuyera de forma natural hasta alcanzar aproximadamente la temperatura ambiente, momento en el cual se extraía parte del agua contenida en el recipiente y se añadía agua más fría para que mezclándola disminuyera aún más la temperatura. Con el agitador magnético se obtenía una temperatura lo más uniforme posible.

4.4 Resultados de la caracterización

En primer lugar se mostrarán los resultados obtenidos con las medidas que se realizaron para la conocer las posibilidades que nos brindaban, en cuanto a variación de la respuesta del sensor, los distintos materiales con que fabricamos el sensor. A continuación, se expone la evolución de dicha respuesta con el tiempo.

4.4.1 Comportamiento respecto al material del cilindro

Ya se ha mencionado anteriormente que en la fabricación de sensores se utilizaron capilares de distintos materiales, en concreto capilares de vidrio, cerámica y metal, siendo además varios los metales empleados (dural, latón y hierro). Se expone seguidamente los resultados obtenidos en la caracterización de todos ellos por orden cronológico.

♦ *Capilares de vidrio*

En primer lugar se va a estudiar el comportamiento de este tipo de sensores cuando están fabricados a partir de un tubo capilar de vidrio. Podemos ver en las figuras 4.4 y 4.5 una muestra del resultado de la caracterización de dos de estos sensores. En ellas se representa la potencia transmitida por el dispositivo al variar la temperatura del medio exterior. En la primera figura se ha representado la potencia relativa para poder comparar

las curvas, ya que las medidas se realizaron bajo diferentes condiciones de inserción de luz y el nivel de potencia obtenida no era el mismo. Esto significa en este caso que se referencian todas las curvas al valor de la potencia a la que se alcanza la saturación en la primera de las medidas. En dicha gráfica se muestran varias medidas realizadas únicamente en series ascendentes de temperatura. En la segunda figura se muestran tanto dos series ascendentes de temperatura, representadas con marcadores sólidos, como una serie descendente, representada con marcadores huecos.

Primeramente hay que señalar que en todos los casos la potencia transmitida por la fibra aumenta al hacerle la temperatura, si bien algunos sensores presentan regiones anómalas que comentamos más adelante. Es notable también la buena repetibilidad de las medidas que han mostrado los sensores. En la primera figura se han representado varias series de temperatura ascendente. Se observa que el comportamiento es el mismo en todas ellas, y que a partir de una cierta temperatura los valores obtenidos para la potencia transmitida se estabilizan. Esto es debido seguramente a que, tal y como mencionamos, el *taper* se pegó estirado por lo que al aumentar la temperatura llega un momento en que no puede estirar más. En la segunda figura se han representado dos series de temperatura ascendente y una descendente, y se advierte que el sensor muestra un comportamiento lineal para un determinado rango de temperatura pero que a partir de unos 23°C se produce una variación abrupta que probablemente sea debida a variaciones inhomogéneas de la geometría del *taper* debidas a que la fibra sufre algún tipo de torsión provocada en el proceso de fijación al capilar de vidrio. De nuevo se advierte que el comportamiento es el mismo en todas las medidas y que además no presenta histéresis ya que la serie descendente está prácticamente sobre la ascendente. Ambas características son muy deseables para garantizar unas medidas fiables. Además, el rango dinámico en ambos casos es aceptable para las temperaturas de interés, que es el rango de variación de la temperatura del agua del mar.

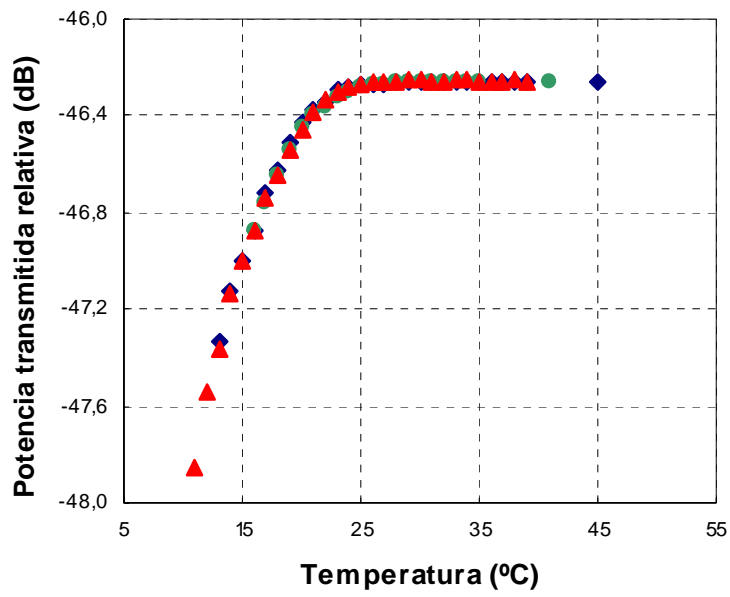


Figura 4.4: Respuesta de un sensor fabricado con un *taper* de 35 μm de diámetro de cuello fijado a un capilar de vidrio. Las tres curvas corresponden a medidas realizadas en series ascendentes de temperatura.

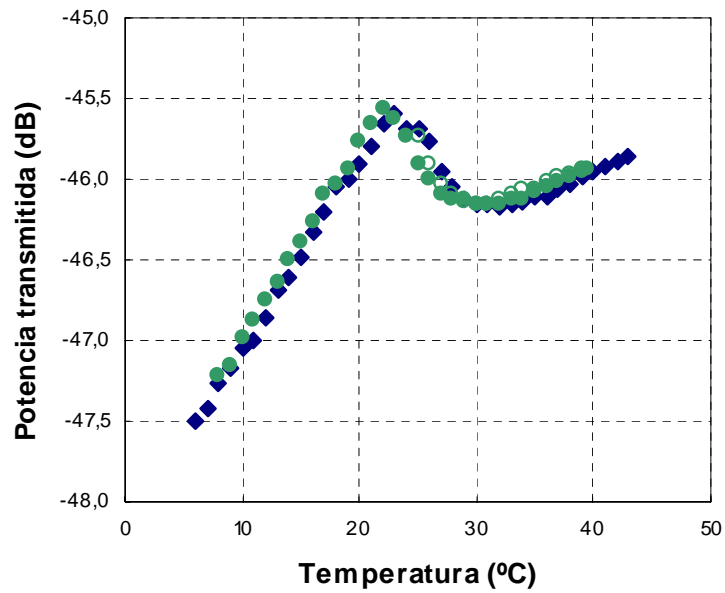


Figura 4.5: Respuesta de un sensor fabricado con un *taper* de diámetro de cuello de 40 μm fijado a un capilar de vidrio. Las curvas corresponden a medidas realizadas en series ascendentes (marcador sólido) y descendentes (marcador hueco) de temperatura.

Los valores obtenidos para la sensibilidad son mejores a los obtenidos con los sensores de temperatura fabricados con lo fina en un factor 2. Se muestra en la tabla 4.1 la sensibilidad de los dos sensores, que fueron producidos a partir de *tapers* de diferentes diámetros de cuello, si nos fijamos únicamente en la región en la que la variación no se satura ni sufre saltos bruscos.

Sensor	Diámetro de cuello del <i>taper</i> (μm)	Sensibilidad del sensor (dB/°C)
A60 (figura 4.4)	35	0.13
S2 (figura 4.5)	40	0.12

Tabla 4.1: Datos de los sensores fabricados con capilares de vidrio.

Comparando dichas sensibilidades, se puede comprobar que en ambos es muy similar aunque algo menor en el sensor de cuello mayor. Sin embargo, en otros sensores de 35 μm se han obtenido sensibilidades comparables o menores que las obtenidas con el de 40 μm. Esto hace pensar que además de la geometría del *taper*, la forma en que se fija la fibra al cilindro es crítica para la sensibilidad del sensor, y que con *tapers* fabricados con los mismos parámetros fundamentales al fijarlos al cilindro se obtienen sensores muy diferentes en cuanto a su respuesta.

♦ *Capilares cerámicos*

Aunque la sensibilidad de los sensores fabricados con cilindros de vidrio se demuestra mayor a la que se obtenía con los sensores de lo fina, sería deseable que en la medida de lo posible pudiera mejorarse aún más. Para ello se comenzó a producir sensores con capilares de otros materiales diferentes al vidrio, cerámicos por ejemplo.

Los resultados obtenidos con los sensores elaborados con capilares de cerámica mostraron una sensibilidad muy similar a las obtenidas con capilares de vidrio. Un ejemplo puede verse en la figura siguiente:

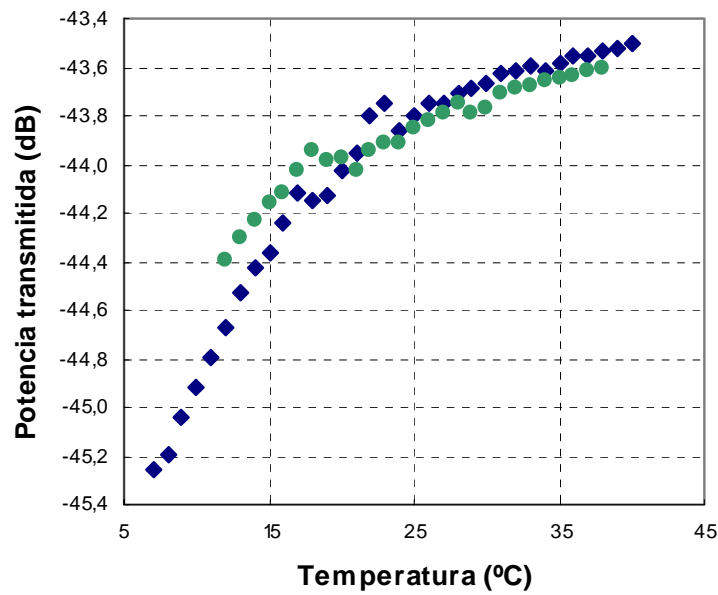


Figura 4.6: Comportamiento de un sensor fabricado con tubo capilar de cerámica. Las curvas corresponden a las medidas realizadas con un *taper* de 35 μm de diámetro de cuello.

En la figura se observa que la respuesta tiene dos regiones de sensibilidad diferente: la inicial, en la que se observa una alta linealidad y donde se obtiene la mayor sensibilidad; y la zona previa a la saturación de la respuesta, en la que las variaciones de potencia son ya muy pequeñas. En la zona entre ambas regiones los datos son un poco confusos y se ven hasta dos zonas de variación anómala de la respuesta, de nuevo probablemente debidas a torsiones de la fibra.

Si para conocer la sensibilidad del sensor se ajustan a una recta los datos de la primera región, entre 7 y 17 $^{\circ}\text{C}$, se observa que los valores son del orden de los obtenidos para los capilares de vidrio. En la tabla 4.2 puede verse la sensibilidad de este sensor y que comparada con las de los sensores A60 y S2 no se obtiene ninguna mejora.

Sensor	Diámetro de cuello del <i>taper</i> (μm)	Sensibilidad del sensor ($\text{dB}/^{\circ}\text{C}$)
A64 (figura 4.6)	35	0.12

Tabla 4.2: Datos de un sensor fabricado con capilar de cerámica.

♦ *Capilares metálicos*

Los sensores fabricados con cilindros de cerámica se desecharon como opción porque no suponían mejora alguna de la sensibilidad en comparación con los de vidrio. Se pasó entonces a producir sensores con cilindros metálicos de diversos tipos. Los *tapers* utilizados para la fabricación de sensores en este caso se escogieron siempre de 35 μm de diámetro de cuello.

En las figuras 4.7 y 4.8 se representa la respuesta a la variación de la temperatura de varios sensores elaborados con cilindros de dural. El sensor de la figura 4.7 se adhirió tras una calibración preliminar para encontrar la posición en la que se obtenía un mejor rango dinámico, y el de la figura 4.8 se fijó estando estirado y sin calibración previa.

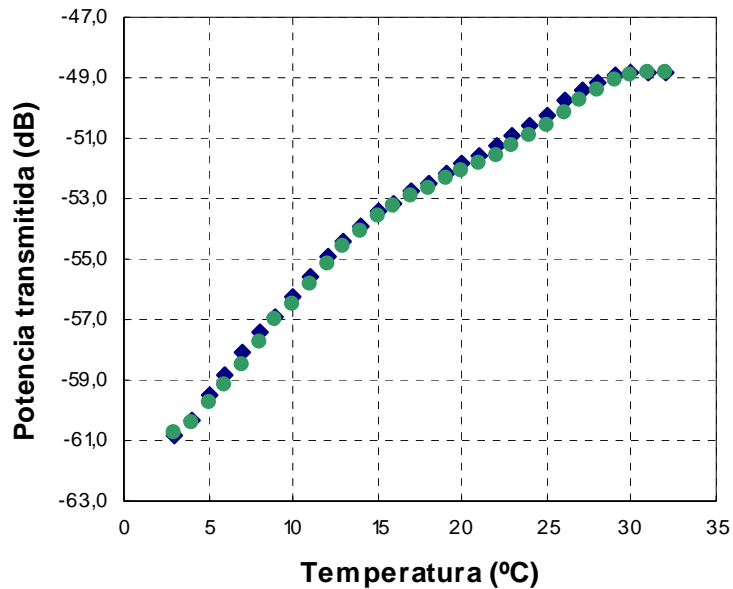


Figura 4.7: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Dural.

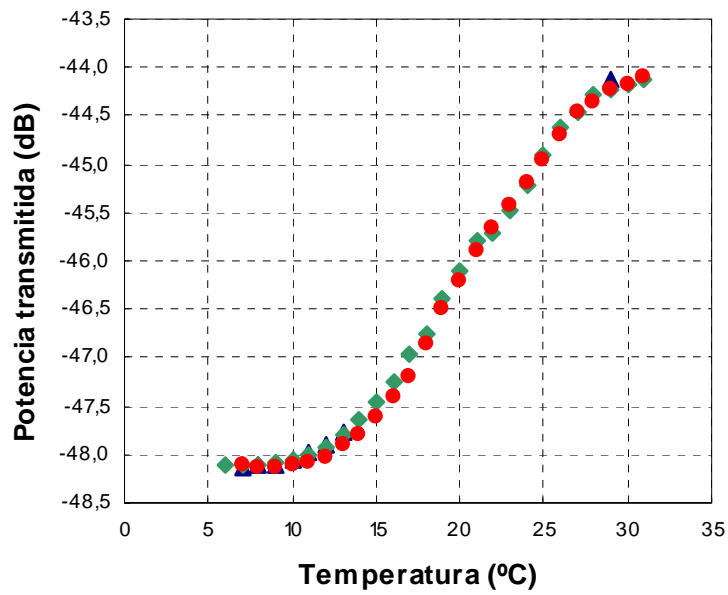


Figura 4.8: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Dural.

En las figuras 4.9 y 4.10 se presenta la respuesta obtenida por un par de sensores fabricados esta vez con cilindros de latón. En este caso, ambos sensores se pegaron intentando calibrar inicialmente.

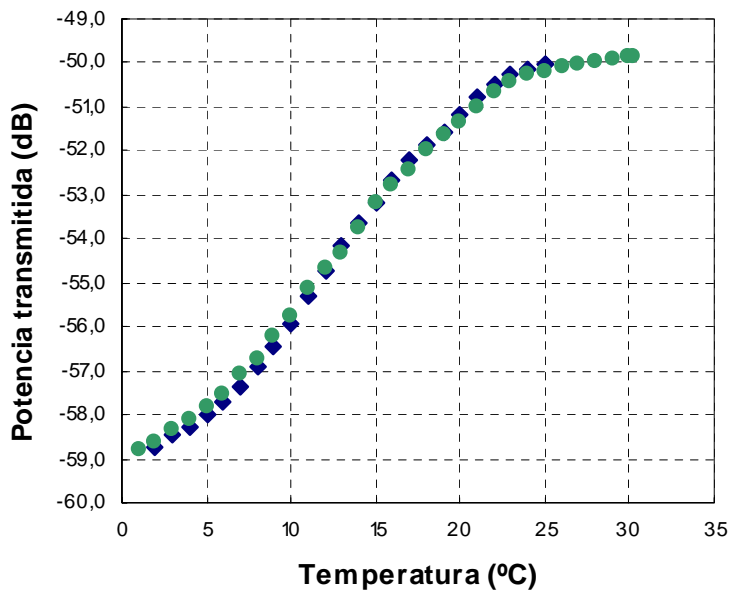


Figura 4.9: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Latón.

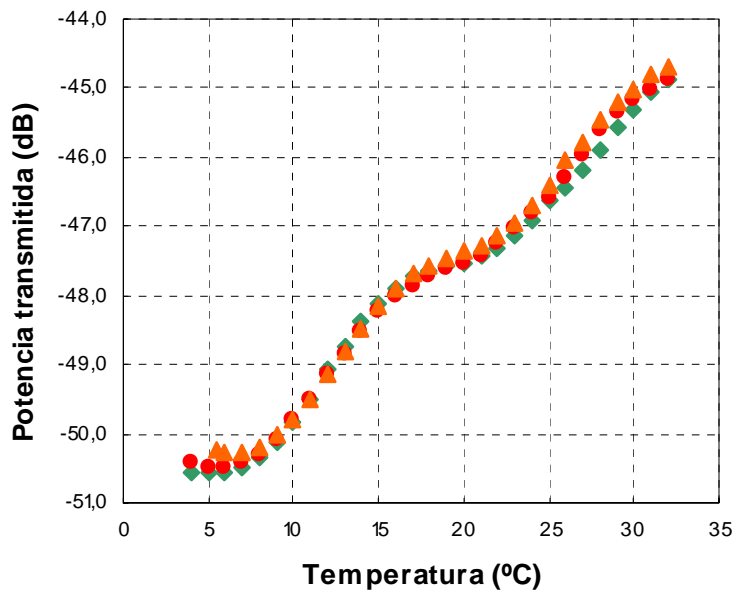


Figura 4.10: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Latón.

En las figuras 4.11 y 4.12 se muestran los resultados de dos sensores fabricados con cilindros de hierro. Ahora, el sensor de la figura 4.11 se pegó cuando estaba estirado y el de la figura 4.12 se adhirió intentando calibrar primeramente.

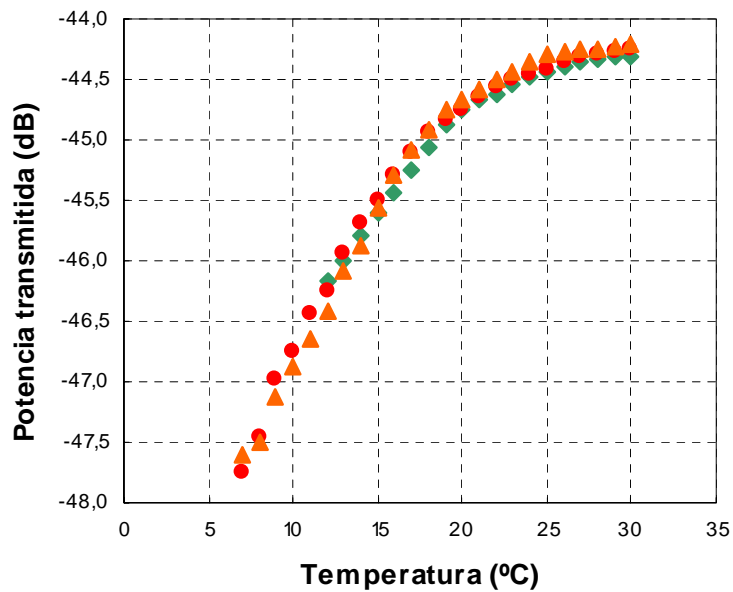


Figura 4.11: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Hierro.

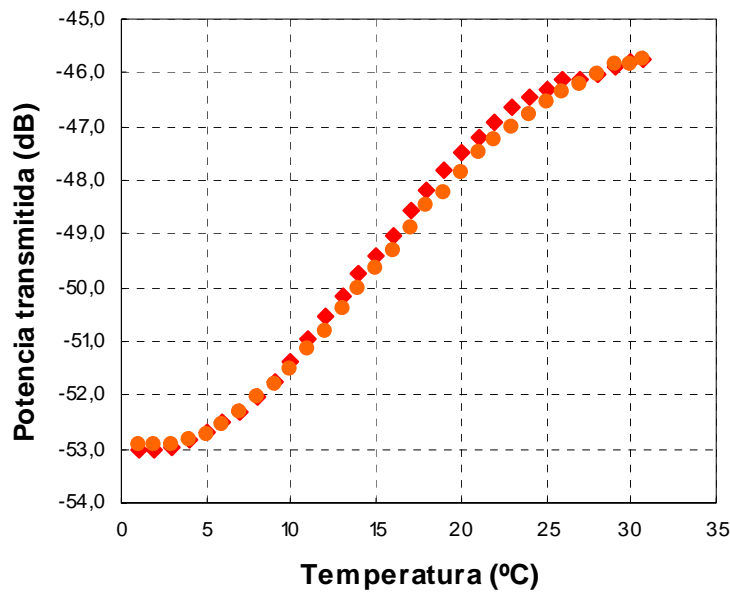


Figura 4.12: Comportamiento de un sensor con tubo capilar metálico de Hierro.

Se puede observar en todas ellas que en general el comportamiento es mejor que el que presentaban los sensores con cilindro de vidrio puesto que tanto la sensibilidad como el rango dinámico aumentan. Esto era de esperar puesto que el coeficiente de dilatación térmica es mayor en los metales que en el vidrio. Se ve también que en general no aparece en ninguna de ellas una región de comportamiento lineal. Sin embargo, la alta repetibilidad de las medidas realizadas con un sensor determinado permite conocer en qué punto nos encontramos una vez que el sensor se haya calibrado, ajustando esta vez su respuesta a un polinomio.

Se muestra en la tabla 4.2 las sensibilidades correspondientes a los sensores anteriores. Para el cálculo se ha considerado únicamente las zonas de máxima variación que pueden considerarse lineales. Se apunta también el rango de operación del sensor en esas zonas lineales. En un par de sensores la respuesta muestra dos zonas lineales.

Sensor	Material del capilar	Sensibilidad (dB/°C)		Rango de operación	
S22 (figura 4.7)	Dural	0.64	0.30	4 – 15 °C	15 – 25 °C
S19 (figura 4.8)	Dural	0.26		14 – 27 °C	
S25 (figura 4.9)	Latón	0.46		5 – 20 °C	

Continuación					
Sensor	Material del capilar	Sensibilidad (dB/°C)		Rango de operación	
S21 (figura 4.10)	Latón	0.32	0.17	9 – 16 °C	23 – 31 °C
S18 (figura 4.11)	Hierro	0.24		9 – 18 °C	
S13 (figura 4.12)	Hierro	0.36		9 – 23 °C	

Tabla 4.2: Datos de los sensores fabricados con capilares metálicos.

Se observa que con los cilindros de metal pueden obtenerse variaciones de hasta 0.5 dB por grado centígrado si nos concentramos únicamente en las zonas lineales, lo que supone un orden de magnitud mayor que lo que se obtuvo con los sensores basados en la deposición de lo fina sobre un *taper*. Esto significa una mejora considerable de la sensibilidad aunque el rango de operación del dispositivo ha disminuido con respecto a los sensores de lo fina en la zona lineal. En los sensores en que se observan dos zonas lineales el rango de operación se reduciría más si solo se usara una de ellas, o tendría un rango de temperaturas intermedias en las que no podría usarse.

Si se quisiera aumentar el rango de operación del sensor, en el caso en que los rangos de temperaturas mostrados en la tabla 4.2 fueran insuficientes, ya se ha mencionado que podrían ajustarse sus respuestas a un polinomio. Para ver a qué tipo de ajuste habría que recurrir en ese caso, se han hallado los polinomios que mejor se corresponden con las respuestas de los sensores, y se ha observado que el orden del polinomio oscila entre 3 y 6, en función de la forma de la curva de respuesta del sensor. De esta manera: para el sensor S18 bastaría con un polinomio de orden 3; para los sensores S19, S25 y S13 sería necesario uno de orden 4; para el S22 uno de orden 5; y para el S21 un polinomio de orden 6. Pero lo más común es que sean de orden 4 o 3 ya que son los polinomios que se corresponden a la forma de la curva de respuesta obtenida más comúnmente. En caso de optar por esta posibilidad, el rango de operación y el rango dinámico aumentan notablemente.

En algunos casos se observaron ciertas variaciones abruptas en el comportamiento de los sensores, como en el caso de las figuras 4.5 y 4.6, debido como ya hemos dicho a variaciones inhomogéneas de la geometría del *taper* por torsiones de la fibra, aunque en general se obtienen curvas suaves y de amplio rango dinámico. Por otro lado, no se observa

una relación clara entre la manera en que se fija la fibra (estirada o calibrando previamente) y la forma de curva que nos da la respuesta con la temperatura, puesto que se obtienen curvas de formas similares al asegurar la fibra de diferentes modos, así como formas muy distintas de curva al fijar la fibra utilizando el mismo protocolo. Lo que si se observa es un mayor rango dinámico con el método de calibrado que cuando se fija la fibra estirada, además de que en el primer caso se puede controlar mejor la fijación de la fibra para minimizar las probabilidades de que la fibra sufra torsiones que perjudiquen la respuesta obtenida con el sensor. Por tanto, se puede concluir que interesa utilizar el método de calibrado para la fijación de la fibra puesto que mejoran la respuesta de los sensores. En cuanto a la dependencia de la sensibilidad con el metal del capilar con que se ha construido el sensor, se observa que las diferentes respuestas tienen una sensibilidad parecida para todos ellos: aunque parece que con cilindros de Dural se obtienen los mejores resultados, los valores se encuentran en una horquilla bastante amplia. Esto deja libertad de elección del material del capilar de forma que se consigue con esta configuración una versatilidad muy grande ya que se puede adaptar el material del sensor a las necesidades impuestas por el medio en el que se vayan a realizar las medidas. En nuestro caso, que estamos interesados en medir la temperatura del medio marino, podríamos quedarnos con los cilindros de Dural o Latón que no se oxidan en contacto con el agua y muestran un rango dinámico grande.

Resumiendo: como en la respuesta del sensor tiene más influencia el estado inicial del *taper* cuando se fija al capilar que las variaciones en la sensibilidad que provoca el uso de un tipo de metal u otro, es primordial tener una técnica lo más perfeccionada posible para la fabricación de los sensores, siendo preferible el método de calibrado previo a la fijación. Se ha mostrado también que los dispositivos podrían usarse como sensor con un amplio rango de operación, calibrándolo apropiadamente, puesto que su comportamiento es siempre el mismo.

4.4.2 Comportamiento frente a series ascendentes y descendentes de temperatura

Para comprobar si efectivamente aparece o no histéresis, se muestran a continuación los resultados obtenidos en la realización de series ascendentes y descendentes de temperatura durante las caracterizaciones de estos sensores. En las gráficas 4.13, 4.14, 4.15 y 4.16 se muestran ambas medidas superpuestas para su mejor

comparación. Las series ascendentes de temperatura se representan mediante marcadores sólidos y las descendentes con los marcadores huecos.

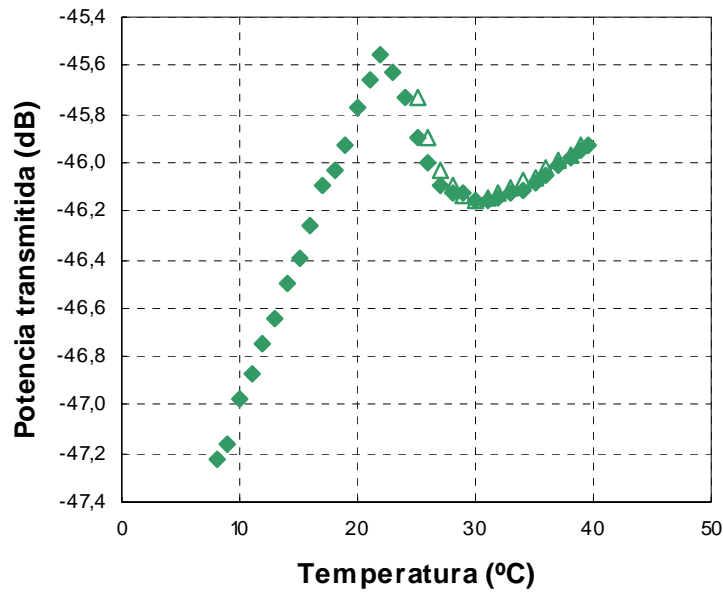


Figura 4.13: Series ascendente y descendente de temperatura para un sensor fabricado con cilindro de vidrio. Se corresponde con el sensor de la figura 4.5.

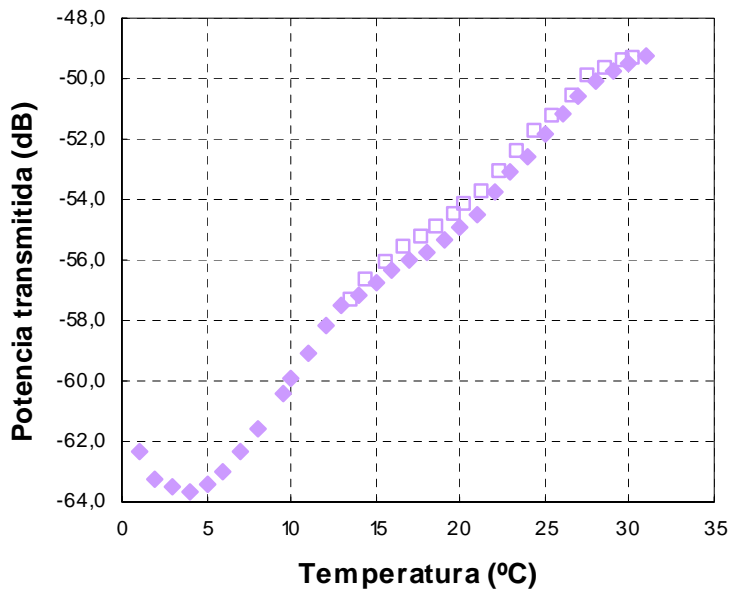


Figura 4.14: Series ascendente y descendente de temperatura para un sensor fabricado con cilindro de Dural. Se corresponde con el sensor de la figura 4.7.

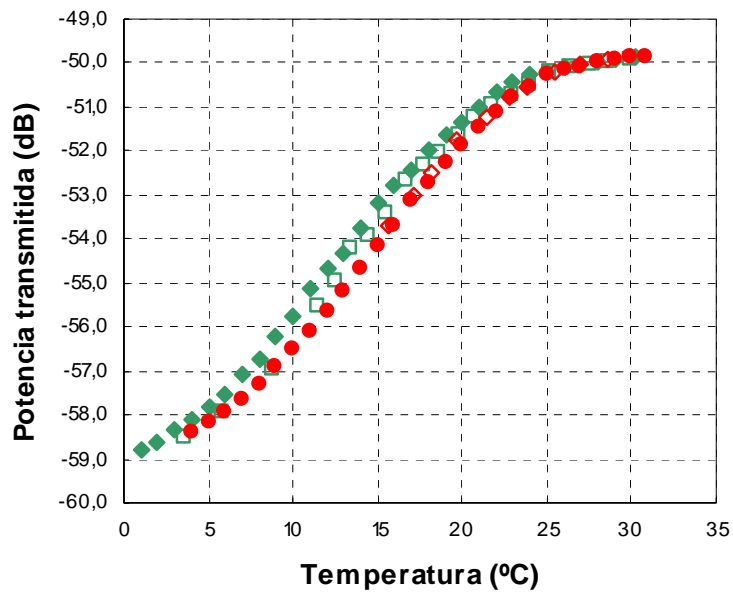


Figura 4.15: Series ascendentes y descendentes de temperatura para un sensor fabricado con cilindro de Latón. Se corresponde con el sensor de la figura 4.9.

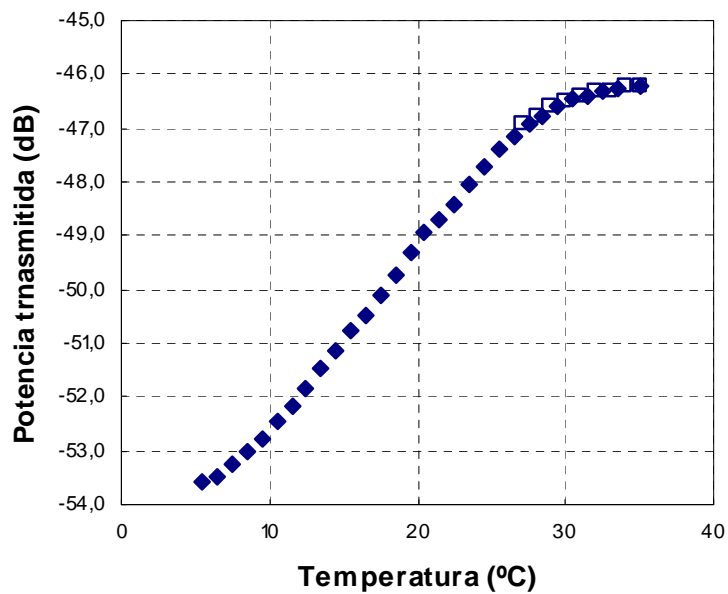


Figura 4.16: Series ascendente y descendente de temperatura para un sensor fabricado con cilindro de Hierro. Se corresponde con el sensor de la figura 4.12.

Se hace patente en todas ellas que en general no aparece histéresis en las medidas. Los marcadores de las series descendentes están prácticamente encima de los de las series

ascendentes. Como ya se mencionó anteriormente, esa es una característica muy deseable para un sensor puesto que nos garantiza que durante el periodo de vida del sensor el comportamiento es siempre el mismo.

4.4.3 Evolución temporal de la respuesta del sensor

Además, se procedió a medir la respuesta de los sensores con el paso del tiempo para estudiar cómo es esa evolución a corto, medio y largo plazo. En casi todas las figuras que se muestran a continuación se representa la potencia relativa en general al valor de la primera temperatura común a ambas medidas que nos permita comparar la forma de las curvas, ya que al transcurrir más tiempo entre las medidas las condiciones de inserción de luz pueden variar de unas a otras y la potencia obtenida no ser comparable.

Se presentan primero los resultados para las medidas realizadas en un intervalo de tiempo de pocos días. Dichos resultados pueden verse en las figuras 4.17, 4.18 y 4.19, en las que se representa la respuesta de un mismo sensor en dos medidas realizadas entre las que ha trascurrido una semana.

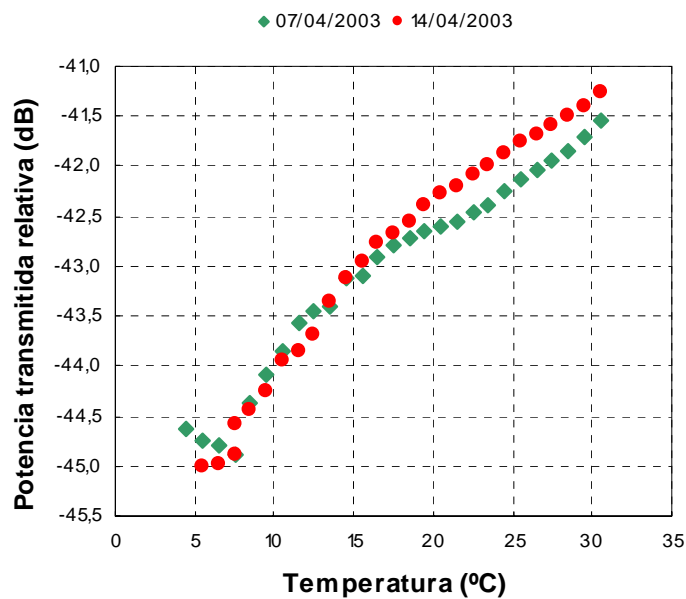


Figura 4.17: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Latón. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de 1 semana de diferencia.

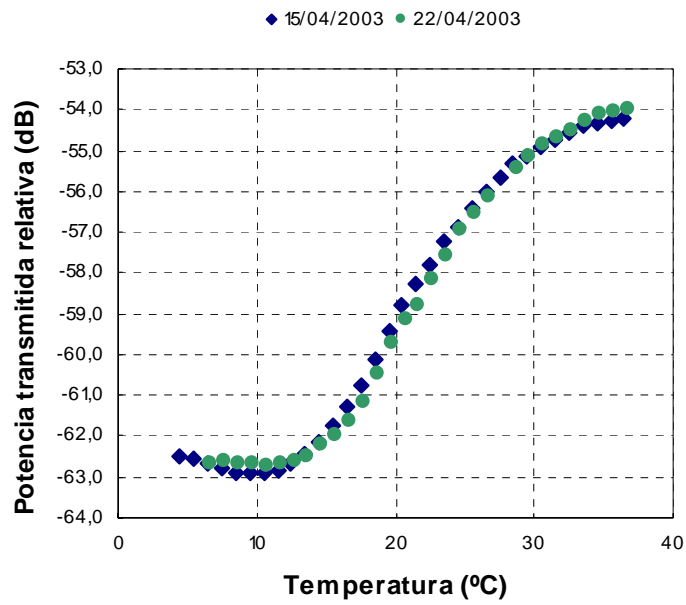


Figura 4.18: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Dural. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de 1 semana de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.14.

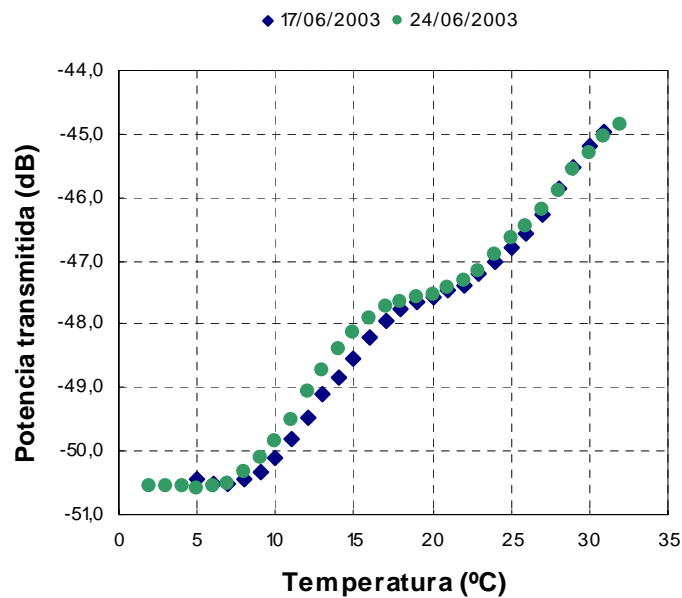


Figura 4.19: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Latón. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de 1 semana de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.10.

Se hicieron medidas también a medio plazo, que son las que se muestran en las siguientes tres gráficas. Las medidas estaban espaciadas en el tiempo entre tres y seis meses.

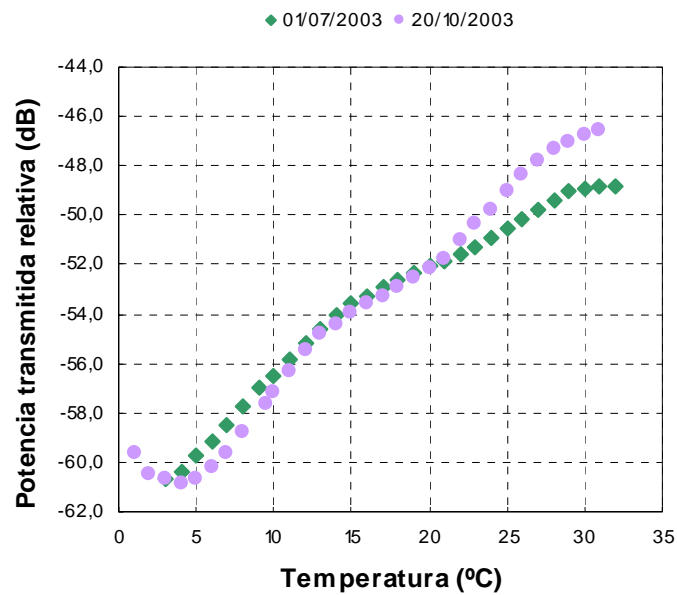


Figura 4.20: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Dural. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de tres meses de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.7.

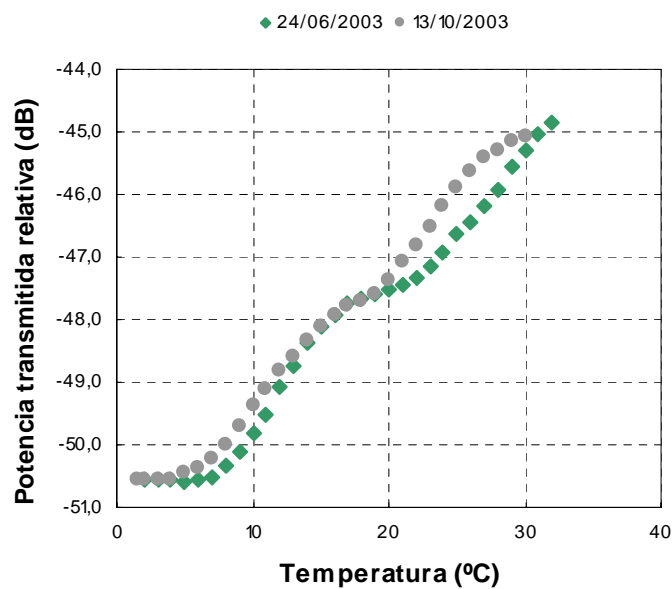


Figura 4.21: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Latón. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de 4 meses de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.10.

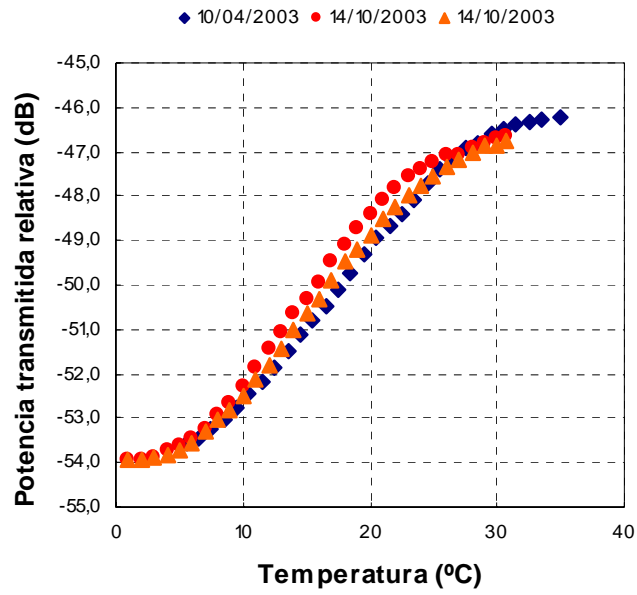


Figura 4.22: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Hierro. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de 6 meses de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.12.

Por último, se muestran a continuación las gráficas de las medidas realizadas a largo plazo junto con las curvas iniciales y a medio plazo si las hubiera, para comparar las respuestas, que se representan como marcadores huecos. El intervalo de tiempo transcurrido entre medidas fue de un año y tres meses.

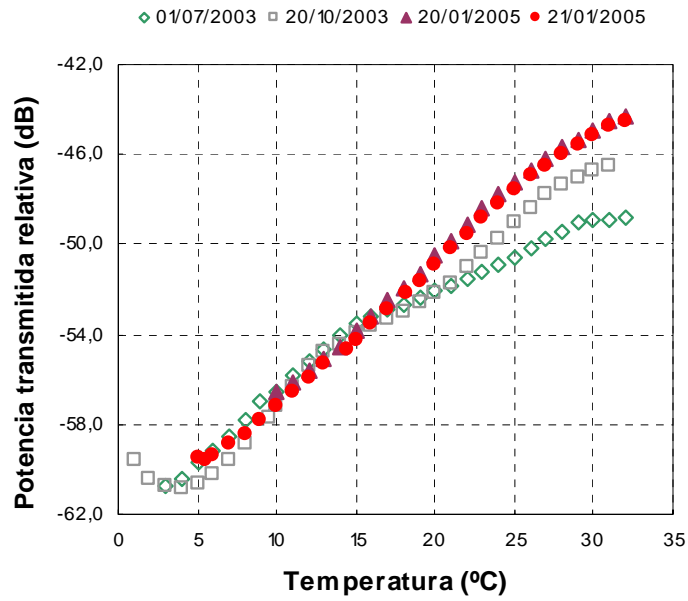


Figura 4.23: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Dural. Se muestra las series correspondientes a la primera medida, a una medida a medio plazo y a las medidas tomadas un año y tres meses después. Se corresponde con el sensor de la figura 4.7.

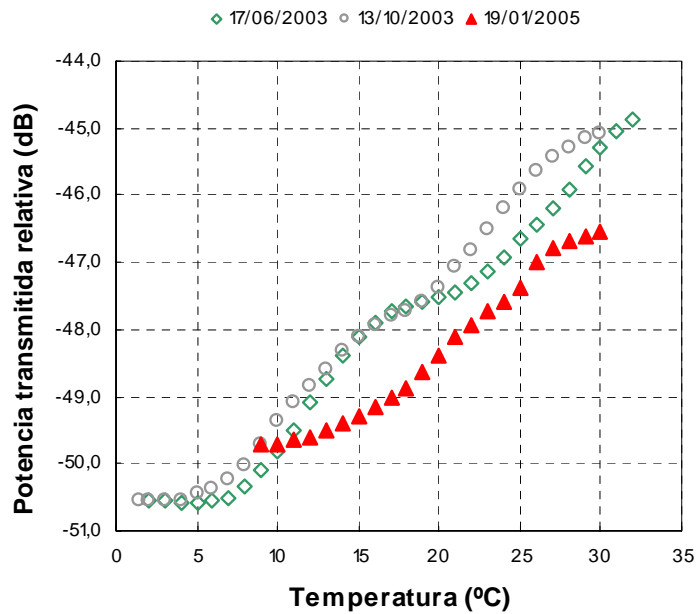


Figura 4.24: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Latón. Se muestra las series correspondientes a la primera medida, a una medida a medio plazo y a la medida tomada un año y tres meses después. Se corresponde con el sensor de la figura 4.10.

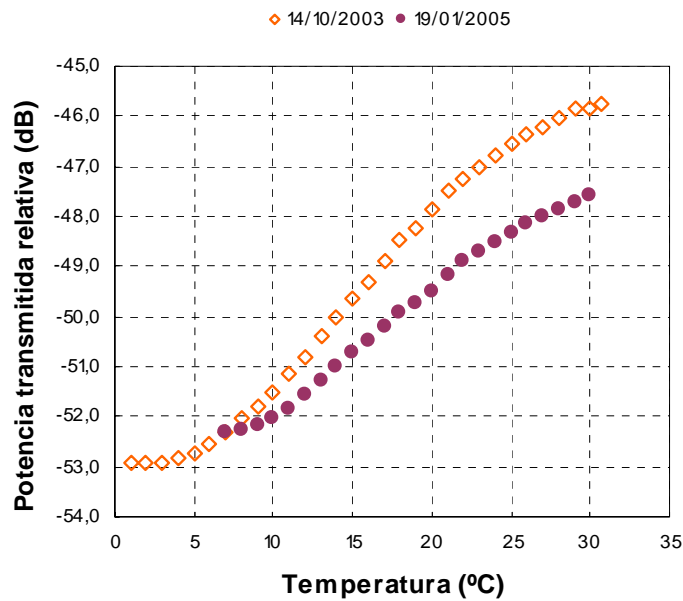


Figura 4.25: Evolución temporal de la respuesta de un sensor fabricado con cilindro de Hierro. Las medidas fueron tomadas con un intervalo de un año y tres meses de diferencia. Se corresponde con el sensor de la figura 4.12.

Se aprecia en todas ellas que a corto plazo la forma original de la curva se mantiene sin apenas cambios mientras que a medio plazo se ha producido cierto desplazamiento en el eje de la temperatura que hace que el reescalado no sea suficiente para reconocer la curva inicial de respuesta del sensor puesto que sufre ligeras variaciones. Tal y como se observa en la figura 4.20, aunque la curva haya cambiado de forma las respuestas vuelven a ser repetibles, por lo que caracterizando de nuevo el sensor antes de tomar nuevas medidas, (para conocer la forma actual de la curva) podría volver a utilizarse sin problemas. El desplazamiento mostrado en las medidas a medio plazo se observa también en las medidas a largo plazo, aunque ahora el cambio de forma de la curva es mucho más acusado. Cambia tanto el rango dinámico como la sensibilidad. De hecho, en general suele ser menos sensible excepto algunas excepciones como la de la figura 4.23, pero el comportamiento es más regular en todos los casos, es decir que en los sensores en que existían se suavizan las zonas de variación anómala. Además las respuestas siguen siendo repetibles, en general.

Este cambio en la respuesta del sensor, tanto para disminuir como para aumentar la sensibilidad del sensor, podría deberse a que el pegamento se hubiera degradado de alguna manera en ese plazo o a la evolución natural del pegamento con el tiempo (endurecimiento, desprendimiento, etc).

4.5 Conclusiones

De nuevo se ha probado que este tipo de sensores son adecuados para la medida de variaciones de temperatura en agua u otros líquidos.

- Se ha comprobado la sensibilidad tan acusada que los *tapers* muestran frente a cambios en su geometría.
- Se ha caracterizado el comportamiento de sensores fabricados con *tapers* aprovechando la alteración de la respuesta de una fibra estrechada frente a cambios en su curvatura, objetivo interesante desde el punto de vista del estudio de este tipo de fibras.
- Se ha perfeccionado la técnica de fijación de las fibras estrechadas a los cilindros capilares para aumentar el rango dinámico del sensor y para minimizar en lo posible las variaciones anómalas en la respuesta debidas al hecho de que se desconoce cómo está colocado el *taper* en su interior.
- Estos sensores mostraron tener un buen comportamiento atendiendo a diversas razones: rango dinámico amplio, ausencia de histéresis y alta sensibilidad. La respuesta podría ajustarse a una recta o a un polinomio dependiendo del rango de operación que interese.
- Del estudio de la evolución temporal de las medidas se puede concluir que el buen comportamiento (repetibilidad, ausencia de histéresis, etc) lo sigue manteniendo, si bien la forma de la curva puede variar con el paso del tiempo. Mediante una nueva caracterización podrían utilizarse con las mismas garantías que al inicio.
- Muestran las mismas ventajas que los sensores de temperatura mostrados en el capítulo anterior: de nuevo los sensores producidos son robustos, de pequeño tamaño y sencillos, el esquema de alimentación y detección es simple y son también independientes de la polarización.
- Como ventaja añadida, podemos sintonizar el rango dinámico de los sensores mediante la adecuada elección del material del capilar.
- Dado que los *tapers* son siempre frágiles, el hecho de encapsularlos en capilares aporta robustez al dispositivo, y lo hace muy adecuado para su uso en medios hostiles y en particular en el mar. Al no encontrarse el *taper* en contacto con el medio exterior la medida de la temperatura es independiente de la composición química de éste. Todas

estas características resultan muy interesantes para la inclusión de este tipo de sensor en una plataforma para la realización de medidas *in-situ*.

- El rango dinámico y la sensibilidad que presentan en el rango de temperaturas en que se espera que se produzcan las variaciones del agua del mar son satisfactorios. Esto los hace adecuados para medidas de temperatura en ambientes naturales.

Referencias

- [1] L.C. Bobb, H.D. Krumboltz, "Pressure sensor that uses bent biconically tapered single-mode fibers", *Optics Letters*, **16**(2), 112-114 (1991).
- [2] A. Romolini, R. Falciai, A. Schena, "Biconically-tapered optical fiber probes for the measurement of esophageal pressure", *Sensors and Actuators A* **70**(3), 205-210 (1998).
- [3] F.J. Arregui, I. Matías, M. López-Amo, "Optical fiber strain gauge based on a tapered single-mode fiber", *Sensors and Actuators A* **79**(2), 90-96 (2000).
- [4] O. Lumholt, A. Bjarklev, C.C. Larsen, J.H. Povlsen, T. Rasmussen, K. Rottwitt, "Simple fiber-optic low-temperature sensor that uses microbending loss", *Optics Letters* **16**(17), 1355-1357 (1991).
- [5] P. Datta, I. Matías, C. Aramburu, A. Bakas, M. López-Amo, "Tapered optical-fiber temperature sensor", *Microwave and Optical Technology Letters* **11**, 93-95 (1996).
- [6] M. Barbu, K. Jovanovich, R. Trahan, P. Chirlian, "The Use of Tapered Fibers in an Intensity Based Single Mode Temperature Sensor", *Sensors for Industry Conference. Sicon/02*, 19-21 (2002).
- [7] www.arqhys.com/arquitectura/aluminio-historia.html

CAPÍTULO 5

SENSOR DE SALINIDAD BASADO EN FIBRAS *TAPERED* CON DOBLE RECUBRIMIENTO

La salinidad es un parámetro de gran interés en estudios de tipo biológico y medioambiental puesto que permite obtener información tan relevante como son la composición de las cuencas de drenaje (la salinidad se ve muy influida por la composición de las rocas y tierras que forman la cuenca), el tiempo y el tipo de circulación de las aguas (la salinidad está influida asimismo por el tiempo que el agua está retenida en un mismo lugar o por si la cuenca es abierta o cerrada ya que eso modifica las aportaciones que puede recibir esta agua), el tipo de vida que se puede encontrar en esas aguas (se cree que ciertos valores intermedios de salinidad limitan la distribución de especies) y también sobre cambios climáticos (cambios en la salinidad superficial de océanos tropicales suponen cambios en los fenómenos de transporte a gran escala). [1] Por estas razones proponemos realizar un sensor basado en fibras estrechadas para la medida de este parámetro. En el pasado el grupo de investigación realizó un sensor de salinidad basado la resonancia de plasmones superficiales en fibras D con doble recubrimiento metal-dieléctrico, y esto nos ha llevado a intentar reproducir los resultados con fibras estrechadas para aprovechar las ventajas que confiere la simetría de este tipo de fibras, a la vez que para comprobar el efecto de una multicapa como medio transductor para aumentar la sensibilidad de las fibras *tapered*.

Los primeros resultados que se muestran se obtuvieron durante la realización del proyecto fin de carrera de Francisco Javier Bueno para la obtención del título de Ingeniero Electrónico, con quien pude colaborar en la caracterización de los dispositivos. Los resultados posteriores se están desarrollando dentro del proyecto ROMA¹ financiado por la comunidad de Madrid.

¹ ROMA (Nueva generación de refractómetros de fibra óptica para aplicaciones medioambientales), referencia GR/AMB/0615/2004.

En la primera parte del capítulo se hará un repaso del fenómeno de resonancia de plasmones superficiales para posteriormente pasar a comentar nuestra propuesta de sensor de salinidad, novedoso hasta la fecha, basado en resonancia de plasmones superficiales en fibras *tapered* con doble recubrimiento metal-dieléctrico. Los resultados que se han obtenido en este estudio se recogen en dos publicaciones y varias contribuciones a congresos. [2,3]

5.1 Resonancia de plasmones superficiales

Los plasmones superficiales son un concepto bien establecido que ha sido ampliamente estudiado tanto teórica como experimentalmente durante años. En este apartado se presentará en primer lugar un resumen de las características más significativas del fenómeno para describir después algunas de sus aplicaciones.

5.1.1 Teoría

Los plasmones superficiales son ondas electromagnéticas guiadas que se propagan a lo largo de la interfaz entre dos medios, cuya distribución de campo decae exponencialmente al aumentar la distancia a la interfaz, pero tiene un comportamiento oscilatorio a lo largo de ella. El fenómeno puede describirse como la oscilación colectiva del plasma de electrones libres en la frontera metálica.

Los medios en contacto pueden describirse por un tensor dieléctrico local que, en general, será complejo y dependiente de la frecuencia. Para que la solución sea confinada, apareciendo así el plasmón superficial, se tiene que cumplir que la parte real de una de las constantes dieléctricas sea negativa. En particular, si consideramos un medio dieléctrico con constante dieléctrica ϵ en contacto con el vacío, se tiene que verificar la desigualdad $\text{Re}(\epsilon) < -1$. Esta condición sólo se verifica en un rango de frecuencias ligeramente por encima de cada una de las bandas de absorción más significativas del medio. [4] A las longitudes de onda ópticas la condición mencionada anteriormente se cumple para varios metales, de los cuales los más comúnmente utilizados son la plata y el oro (el primero por su pico de resonancia tan afilado y el segundo por su mayor estabilidad a largo plazo). En el caso de tener en contacto un medio metálico (de constante dieléctrica $\epsilon_m = \epsilon_{mr} + i \cdot \epsilon_{mi}$) con un medio dieléctrico no absorbente ($\epsilon_d > 0$ y ϵ_d es real), para que exista un plasmón superficial ha de cumplirse: $\epsilon_{mr} < -\epsilon_d$. [5]

Estas ondas pueden ser excitadas también cuando la intercara entre dos medios transparentes está recubierta con una capa delgada (decenas de nanómetros) de un metal, siempre y cuando ese espesor sea lo suficientemente pequeño como para permitir que parte de la energía de la luz atraviese la capa metálica. Así, para ángulos mayores al ángulo crítico toda la luz es reflejada por la superficie metálica, excepto para un rango de ángulos para los cuales las condiciones de casamiento del momento son tales que puede excitarse una onda electromagnética de superficie (plasmón superficial) en la intercara entre el metal y el medio de menor índice de refracción. [6]

Estos plasmones superficiales son modos guiados transversales magnéticos (TM: El vector magnético es perpendicular a la dirección de propagación del plasmón y paralelo al plano de la intercara) que se propagan en la intercara de un metal y un dieléctrico y que aparecen como soluciones de las ecuaciones de Maxwell al considerar las condiciones de contorno del sistema. Dada su naturaleza transversal pueden interactuar con campos electromagnéticos externos, de manera que un haz con polarización TM podrá excitar plasmones superficiales cuando la componente longitudinal del vector de ondas del haz incidente coincida con la parte real del vector de ondas del plasmón superficial que depende esencialmente de las constantes ópticas de los medios en contacto a una frecuencia óptica determinada. La constante de propagación de la onda plasmón superficial propagándose en la intercara entre un dieléctrico semi-infinito y un metal está dada por:

$$\beta = k \sqrt{\frac{\epsilon_m n_s^2}{\epsilon_m + n_s^2}} \quad (5.1)$$

donde: $k \equiv N^\circ$ de onda del vacío

$\epsilon_m \equiv$ Constante dieléctrica del metal

$n_s \equiv$ Índice de refracción del dieléctrico

Su valor es siempre mayor que la constante de propagación de la onda que se propaga por el dieléctrico de manera que no se puede excitar un plasmón simplemente mediante una onda que incide en la intercara metal-dieléctrico. Para que eso ocurra, el momento de la onda incidente ha de ser incrementado para que coincida con el del plasmón superficial. Este cambio de momento se consigue, como veremos a continuación, mediante la reflexión total atenuada en acopladores de prisma y guías de onda, y con difracción en la superficie de redes de difracción. [7]

Cuando se produce la resonancia, la excitación del plasmón superficial se pone de manifiesto porque la intensidad de la luz reflejada en el metal cae a un nivel muy bajo debido a la transferencia de energía de la onda que se propaga por el dieléctrico al plasmón superficial. El efecto se ve maximizado cuando la componente del vector de propagación de la luz incidente a lo largo de la intercara es exactamente igual al vector de propagación del plasmón.

Debido a las grandes pérdidas en la capa metálica, el plasmón superficial se propaga con gran atenuación en el visible y el infrarrojo cercano. El confinamiento del campo en las cercanías de la intercara es elevado, la amplitud del campo es máxima en la intercara de los dos medios y decrece exponencialmente en ambos tal y como se observa en la figura 5.1.

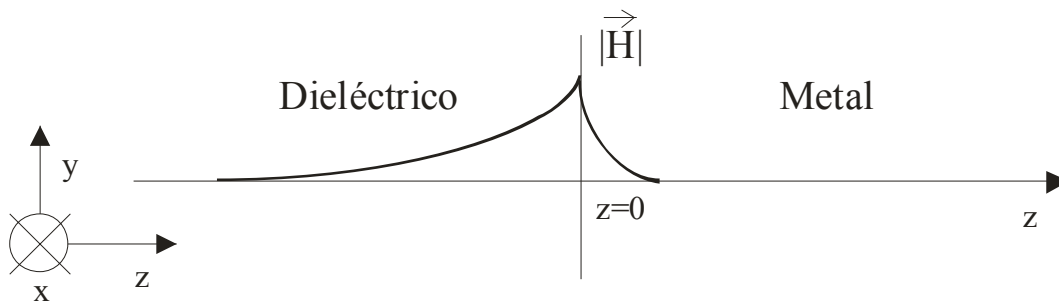


Figura 5.1: Esquema de la amplitud del campo en los medios metal y dieléctrico y en la intercara de ambos.

Las longitudes de propagación de los plasmones son cortas (del orden de varias micras) ya que los plasmones son ondas evanescentes y se van amortiguando más o menos rápido dependiendo del tipo de metal que se haya depositado. La distribución del campo electromagnético del plasmón es altamente asimétrica ya que aproximadamente el 90% del campo está concentrado en el dieléctrico (además, la extensión de la onda es diez veces más grande en el dieléctrico que en el metal) de manera que una modificación local en el índice del dieléctrico afectará notablemente a las condiciones de excitación del plasmón.

Un sensor basado en la excitación óptica de plasmones superficiales puede detectar directamente cualquier pequeña modificación de las constantes ópticas del medio dieléctrico en contacto con el metal, y además, dada la naturaleza superficial del fenómeno, se detectarán los cambios producidos únicamente en una región estrecha en la inmediata proximidad de la película metálica. Por tanto, el fenómeno de resonancia de plasmón es completamente no específico en tanto en cuanto cualquier magnitud que sea capaz de variar las constantes ópticas (el índice de refracción, por ejemplo) del medio externo va a

provocar una respuesta del sensor, es decir que puede haber diferentes magnitudes que produzcan la misma respuesta. Esto que puede parecer una limitación es muchas veces una ventaja, como en el caso de los sensores químicos que comentaremos más adelante, ya que aunque el fenómeno no es capaz de distinguir las reacciones químicas que han tenido lugar, la especificidad del análisis reside en la selección de pares de sustancias que presenten interacciones específicas.

5.1.2 Posibles configuraciones para la excitación de plasmones

Como ya se mencionó en el apartado anterior, existen diversas configuraciones para excitar plasmones superficiales. Éstas se han representado en la figura 5.2.

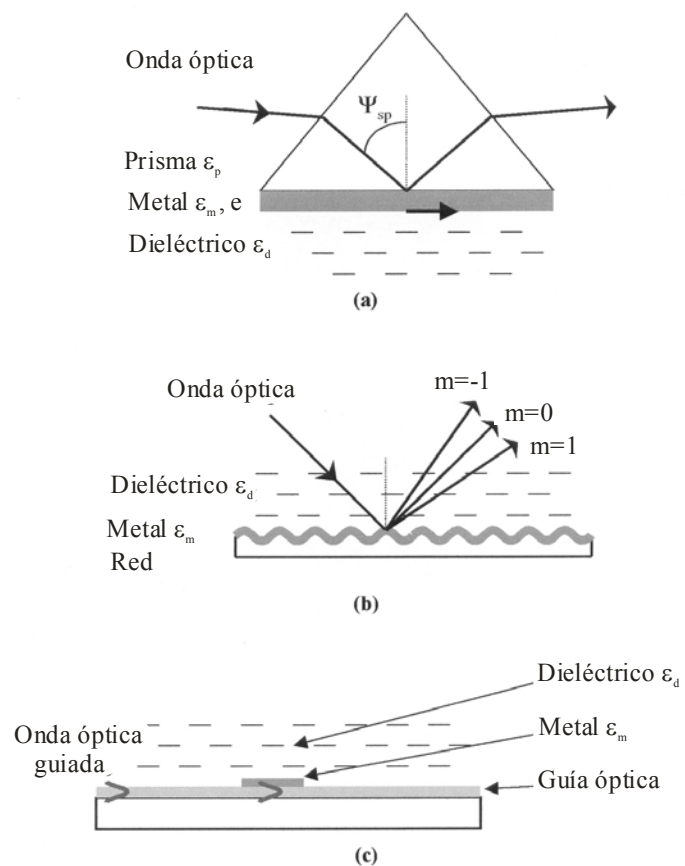


Figura 5.2: Posibles configuraciones para la excitación de plasmones superficiales. (a) Acoplamiento por un prisma, (b) Acoplamiento con una red de difracción, y (c) Acoplamiento por una guía de ondas óptica.

En todas ellas el principio es el mismo: cuando hay igualdad en los índices efectivos de la onda luminosa y el plasmón superficial se produce el acoplamiento y esto se traduce en una pérdida de energía del haz luminoso disipada en forma de calor. Veamos cada una de ellas:

- En el acoplamiento por un prisma (configuración de Kretschmann, denominada así porque fueron Kretschmann y Otto los que descubrieron en 1968 el fenómeno de excitación de plasmones superficiales por medio de la reflexión total [8,9]) la luz incidente sufre una reflexión total en la intercara entre la base del prisma y la capa metálica que la recubre (cuyo espesor es de unos 50 nm). La onda evanescente penetra la capa metálica y permite excitar un plasmón superficial en la intercara entre el metal y el dieléctrico exterior ya que bajo ciertas condiciones de casamiento de momento la onda genera las oscilaciones de plasma comentadas.
- En el acoplamiento por una red de difracción la onda óptica se difracta en una variedad de ángulos de acuerdo con las características de la red de difracción. La componente del momento de estos haces difractados a lo largo de la intercara se diferencia de la de la onda incidente en múltiplos del vector de onda de la red. Cuando la componente total del momento a lo largo de la intercara de un orden difractado es igual a la de un plasmón superficial se produce el acoplamiento. Así, el periodo y amplitud de la red determina la longitud de onda de resonancia.
- En el acoplamiento con guía de onda óptica, el proceso de excitación del plasmón es análogo al que se produce con un prisma donde ahora la guía de onda juega el papel del prisma. La luz está guiada en la guía de ondas y cuando llega a la zona en que se ha depositado el metal penetra a través de él. Si la onda de plasma y el modo guiado casan en momento se excitará un plasmón en la intercara exterior del metal. La sensibilidad de estos dispositivos es aproximadamente la misma que la que se obtiene con prismas. La diferencia es que utilizando sistemas de guiado puede controlarse mejor las características de la luz incidente.

Los principales métodos de detección que se utilizan en sensores de resonancia de plasmones superficiales son: la medida de la intensidad de la onda óptica (reflejada o transmitida) en las proximidades de la resonancia, la medida de las variaciones del mínimo de la resonancia en interrogación angular, y la medida de las variaciones del mínimo de la resonancia en función de la longitud de onda. Sin embargo, existen otros métodos como es el caso de la variación de polarización (usando la birrefringencia inducida en la fibra), o de la fase (utilizando un montaje interferométrico). De todos ellos, los más empleados

actualmente son los que miden la variación del mínimo de resonancia (en función de la longitud de onda o el ángulo) puesto que ofrecen un mejor cociente señal/ruido en comparación con la medida de la intensidad luminosa, aunque éste último presenta la ventaja de que no requiere unos aparatos de medida tan caros y voluminosos. El rango de operación de los sistemas basados en medidas de intensidad está limitado a la anchura del pico de la resonancia, y en los basados en interrogación angular y en longitud de onda puede ser mucho más ancho puesto que en estos sensores el rango de operación está determinado por el rango angular o espectral que cubre el sistema de detección.

Analizaremos cada una de ellas más detalladamente.

1) Sensores que utilizan el acoplamiento con un prisma mediante reflexión total

Se acaba de mencionar que se trata de la geometría más utilizada en sensores de resonancia de plasmones superficiales. Todos los métodos de detección antes mencionados han sido probados en esta configuración.

Normalmente, los dispositivos voluminosos de resonancia de plasmones superficiales basados en prismas dotan de gran flexibilidad en términos del índice de refracción que cubre. El uso de esta optica de alta calidad permite el desarrollo de sistemas de resonancia de plasmones superficiales con ruido limitado haciendo posible las medidas de alta resolución.

Se han intentado desarrollar miniaturizaciones de estos sensores usando reflexión total atenuada para permitir dispositivos móviles y compactos para aplicaciones en campo como alternativa a los sistemas de laboratorio. En dichos dispositivos se sustituye el prisma por un elemento sensor diferente como es el caso del sensor que propuso Karlsen [10] en el cual los plasmones superficiales son excitados en una delgada guía de vidrio mediante luz blanca a múltiples ángulos. A la salida se obtienen bandas angulares discretas cada una de las cuales es un espectro de reflexión de resonancia de plasmones diferente que representa el promedio sobre un rango de ángulos pequeño y que son debidas al diferente número de reflexiones en el interior de la guía. Más recientemente, Texas Instrument ha desarrollado una configuración de sensor basado en resonancia de plasmones superficiales que integra fuente de luz, detector y sistema óptico para la excitación e interrogación de los plasmones [11], y que se basa en la detección de la posición angular de la resonancia del plasmón superficial utilizando un LED y un *array* CCD.

2) Sensores que utilizan el acoplamiento con una red de difracción

Las matemáticas involucradas en el modelado de estas estructuras son más complejas que para los sistemas con prismas. Por esa razón, hacer un modelo de la respuesta y el análisis de datos en los sensores basados en redes de difracción es más difícil.

Los sistemas ópticos de interrogación para estos sensores son esencialmente los mismos que utilizan prismas, pero en el caso de usar redes de difracción no es necesario un control preciso del espesor de la capa metálica. Además, a diferencia de lo que ocurría en los sensores que utilizaban prismas, en los sistemas que utilizan redes de difracción el haz de luz incidente atraviesa la muestra, por lo que para algunas aplicaciones el analito y la célula de flujo (a las soluciones de analito se las hace pasar por una célula de flujo donde se encuentra la superficie metálica para que interaccione con ella) habrán de ser ópticamente transparentes.

3) Sensores que utilizan el acoplamiento con una guía de onda óptica

La manera de excitar plasmones en estructuras que utilizan guías de onda es análoga a la de estructuras basadas en la configuración de Kretschmann, sin embargo el uso de las primeras proporciona ciertas ventajas como son la mayor simplicidad en el control de la trayectoria óptica en el sistema, el pequeño tamaño, y la robustez. Teóricamente la sensibilidad de estos dispositivos es la misma que para las configuraciones basadas en la reflexión total atenuada. De nuevo, se han probado con ellas los principales de detección que ya comentamos.

Vamos a distinguir entre el uso de fibras ópticas y el uso de guías de onda óptica integradas.

- Sensores basados en fibras ópticas

La utilización de fibras ópticas presenta numerosas ventajas: los sensores basados en fibra óptica presentan el más alto grado de miniaturización de los dispositivos de resonancia de plasmones superficiales y nos dejan libres de los problemas asociados a desplazamientos mecánicos que llevan aparejados los prismas o las redes de difracción. Esta característica es muy deseable en sensores químicos y biológicos puesto que permite la realización de medidas en lugares de difícil acceso o peligrosos donde es interesante una buena flexibilidad mecánica y la posibilidad de transmitir señales ópticas a distancias grandes. Por el contrario, con un prisma se puede elegir únicamente la polarización TM y

con una fibra en la reflexión de la luz en la superficie del núcleo existe tanto la polarización TE como la TM cualquiera que sea la polarización de la luz de entrada. Sólo la polarización TM influye en la excitación del plasmón por lo que, siempre que no se controle antes la polarización (fuente, polarizadores, etc), en el mejor de los casos a la salida de la fibra dispondremos únicamente de la mitad de la intensidad incidente. En el caso de haber excitado un plasmón superficial con una onda guiada por el núcleo de fibra óptica no se puede llevar a cabo una interrogación angular pero sí un estudio de la modulación de la intensidad o de la longitud de onda de resonancia, y se pueden distinguir dos tipos de montajes en función de si se estudia la luz transmitida o la reflejada por la fibra.

La utilización de una fibra óptica como sensor basándose en plasmones superficiales fue propuesto en primer lugar por Jorgenson y Yee [12], que utilizaron una fibra polimérica multimodo a la que se quitó el revestimiento de una pequeña región y sobre la que se depositó a todo alrededor del núcleo una capa de plata para la resonancia de plasmones superficiales en interrogación de longitud de onda. Asimismo mostraron también que el rango de operación del sensor se puede adaptar a las necesidades de la aplicación específica del sensor mediante el uso de una capa delgada adicional de dieléctrico de alto índice de refracción y fibras de alto índice de refracción del núcleo [13]. Son muchos los trabajos a partir de entonces en los cuales partiendo de una configuración base “fibra óptica + metal” intentan optimizar la sensibilidad y el rango de funcionamiento de los sensores para una aplicación particular añadiendo un segundo recubrimiento con un material de alto índice de refracción que cambia el rango de índices de refracción que podemos detectar con el sensor. [14,15] La sensibilidad a las variaciones en el índice de refracción se reduce en los sensores en los que se ha utilizado ese segundo recubrimiento con respecto a los que no lo tienen debido a la menor concentración de campo en el analito. Una alternativa a las fibras multimodo para conseguir una mayor miniaturización de los sensores es utilizar fibra monomodo, como se muestra en [16,17]. Se emplean fibras monomodo puesto que presentan resonancia de plasmones superficiales bien marcadas ya que solo un modo se propaga por la fibra a una determinada longitud de onda y porque las fibras preservan la polarización de la luz incidente en ausencia de curvaturas, torsiones, etc. El rango de operación de los sensores de resonancia de plasmones superficiales usando fibra monomodo es muy limitado pero puede ser ajustado con la capa adicional de dieléctrico con alto índice de refracción que ya se ha mencionado. Los dispositivos [14-17] usan fibras pulidas lateralmente.

Se comentó en el capítulo 1 que la manera de acceder al campo evanescente es la disminución del espesor del revestimiento, y para ello puede disminuirse bien únicamente el revestimiento realizando un pulido lateral de una parte de éste (fibra D) o bien el diámetro total de la fibra (*tapers*). En ambos casos, realizando el depósito de una capa metálica podremos excitar un plasmón superficial, en el segundo caso en la superficie del núcleo efectivo de la fibra y en el primero a varios nanómetros de él. Los sensores que usan fibra monomodo pulida con un recubrimiento metálico que soporta plasmones superficiales requieren de un control en el estado de polarización de la onda que se propaga por la fibra, y en los fabricados con *tapers*, dependerá de la geometría del tipo de recubrimiento que posea el *taper*.

El uso de sensores basados en fibras estrechadas como sensor de resonancia de plasmones superficiales fue propuesto en primer lugar por Tubb [18] quien realizó un sensor con fibra monomodo estrechada recubierta de forma asimétrica con una capa de plata o cromo (ver figura 5.3).

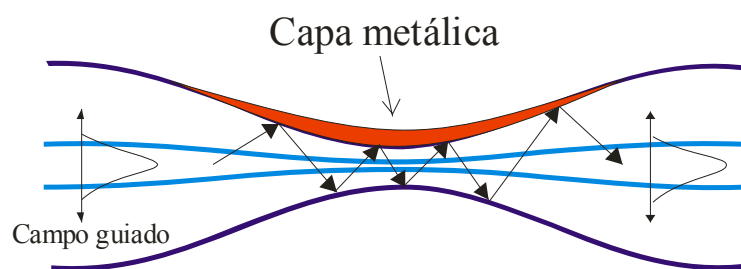


Figura 5.3: Propagación de una onda en una fibra estrechada. [18]

Estos sensores presentan ciertas ventajas: en primer lugar cabe mencionar su simplicidad puesto que ahora se puede conservar la simetría de la fibra óptica sin manipular, el equipo preciso para su uso es mínimo (son innecesarios los equipos caros o voluminosos), y según se indica en [18] muestran un mayor rango de operación que otros sensores con fibra tipo D midiendo en transmisión, aunque la sensibilidad a variaciones en el índice de refracción se reduce con respecto a éstos (compárese [16]). En este tipo de sensores hay que tener en cuenta dos fenómenos: el índice efectivo de la onda que se propaga sufre una variación al atravesar la zona adelgazada y el índice efectivo del plasmón depende del espesor del metal que no es homogéneo a lo largo de la zona sensible. Se puede también estudiar la influencia del tipo de depósito realizado (simétrico o asimétrico) [19]. En el caso de un recubrimiento simétrico se obtiene un solo pico de absorción correspondiente al acoplamiento de plasmón clásico, y eligiendo el espesor de metal adecuado puede modularse el rango de

índices a medir. Un cambio en la longitud de onda de trabajo puede ajustar también el rango de índices de refracción. Cuando se estudia el caso de un recubrimiento asimétrico se rompe la degeneración en polarización del plasmón por lo que se observa una dependencia del espectro de transmisión con la polarización de la luz incidente. Además, se excitan varios plasmones, lo que se traduce en la aparición de varios mínimos en dicho espectro.

- Sensores basados en guías de onda ópticas integradas

Los sensores de resonancia de plasmones superficiales basados en guías de onda ópticas integradas resultan muy prometedores para el desarrollo de dispositivos multicanal en un *chip* con el potencial de realizar análisis multicomponente de muestras complejas.

Las investigaciones pioneras en sensores ópticos integrados de resonancia de plasmones superficiales fueron a finales de los ochenta [20], y desde entonces diversos grupos han desarrollado dispositivos que utilizan guías de onda tipo *slab* (consiste en una capa delgada que hace de núcleo y que se encuentra en medio de capas de menor índice de refracción, quedando la luz confinada en la dirección perpendicular a las capas) [21] y guías de onda tipo *channel* (la luz se confina en un canal cuyo índice de refracción efectivo es mayor que el de los alrededores, para lo cual se quita una fina capa de material de forma que quede en la dirección lateral una especie de cordillera). [22]

Como en el caso de los sensores que utilizaban fibras ópticas, los dispositivos integrados tienen un rango de operación limitado, y se han estudiado varias alternativas para ajustarlo a la región de interés como es la fabricación de guías de onda en vidrios de bajo índice de refracción, el uso de una capa de alto índice de refracción sobre el metal, y de estructuras más complejas. De nuevo la introducción de capas adicionales redundaría en una disminución de la sensibilidad.

Capas depositadas

Como metales activos, aparte del oro y la plata, pueden utilizarse otros metales como el cobre, aluminio, sodio e indio, pero tienen más desventajas ya que el indio es demasiado caro, el sodio demasiado reactivo y el cobre y aluminio tienen una resonancia demasiado ancha. [5] Algunos de los dieléctricos que se han utilizado para la segunda capa dieléctrica son MgF_2 , Ta_2O_5 , SiO_2 , TiO_2 ,... Tanto las capas metálicas como las dieléctricas adicionales suelen producirse mediante la evaporación en vacío y el *sputtering*. Se consigue

también una mejora de la sensibilidad optimizando la forma y la densidad de las partículas de metal en la superficie de la fibra.

5.1.3 Aplicaciones de los sensores basados en la resonancia de plasmones superficiales.

A finales de los años 60 Kretschmann y Otto demostraron la excitación óptica de plasmones superficiales por el método de reflexión total atenuada, y a finales de los 70 se vio el enorme potencial que mostraban los plasmones superficiales para la caracterización de capas delgadas mediante el trabajo de Pockrand [23,24] y de monitorización de procesos en las intercaras metálicas. Mencionamos especialmente el trabajo de Pockrand por el interés que tiene para este trabajo ya que realizó pruebas recubriendo la capa metálica con distintos materiales, y comprobó que con recubrimientos transparentes a frecuencias ópticas la posición del mínimo de resonancia se desplaza hacia ángulos de incidencia mayores aumentando además la anchura a media altura del pico mientras que al utilizar recubrimientos absorbentes a frecuencias ópticas el mínimo también se desplaza hacia ángulos mayores pero las curvas se ensanchan, se hacen asimétricas y el mínimo es menos pronunciado. En 1982 el uso de resonancia de plasmones superficiales en detección de gases y biosensores fue probado por Nylander y Liedberg [25]. A partir de entonces el interés de la comunidad científica por ellos ha ido en continuo aumento y se han ido desarrollando nuevos dispositivos para la medida de parámetros físicos, químicos y biológicos ya que existe la necesidad de detectar y analizar sustancias químicas y biológicas en diversas áreas como medicina, medioambiente, biotecnología, monitorización de alimentos, etc. Con todo, donde se ha producido un auge más acusado de esta tecnología es en la aplicación de la resonancia de plasmones a la examinación de interacciones biomoleculares ya que este método permite monitorizar rápidamente cualquier proceso dinámico, como la adsorción o degradación, en tiempo real para un amplio rango de intercaras relevantes biomédicamente sin la necesidad de etiquetar la sustancia que se adsorbe y sin una preparación compleja de la muestra.

La tecnología de resonancia de plasmones superficiales es potencialmente útil en aquellas áreas donde existe necesidad de detección y análisis de sustancias químicas y biológicas, sin embargo dichos sensores tienen que competir con las demás tecnologías en factores como bajo coste, facilidad de manejo, robustez, sensibilidad, y estabilidad. Estos

serán los frentes a atacar por los investigadores para progresar en ésta tecnología y que dichos sensores sean más competitivos.

Se repasarán a continuación las aplicaciones para las que se han usado estos sensores en distintos ámbitos.

- Sensores químicos

La mayoría de los sensores químicos están basados en la medida de variaciones en la resonancia de plasmones superficiales debido a la adsorción o reacción química de un analito con un elemento transductor a consecuencia de la cual sufre cambios en sus propiedades químicas. Las capas transductoras suelen estar formadas por polímeros (polysiloxanos, polietileno, Teflón,...) que son producidas generalmente por *dip coating* o por *spin coating*, ya que se consiguen capas delgadas muy homogéneas. Ya se comentó en el capítulo 3 que el *dip coating* se trata de la inmersión lenta del sustrato en un tanque que contiene el material del recubrimiento para a continuación retirarla del tanque a velocidad constante, dejar que el exceso de material caiga al tanque de nuevo, y finalmente dejar secar la pieza. El *spin coating* es la técnica que consiste en aplicar una cantidad considerable de la solución para el recubrimiento en el sustrato y hacer girar el sustrato a alta velocidad para que el fluido sea expulsado por la fuerza centrífuga tanto tiempo como sea necesario hasta alcanzar el grosor deseado para el recubrimiento. El solvente es normalmente volátil para que ocurra simultáneamente su evaporación. Otra técnica utilizada para la producción del elemento transductor es la técnica Langmuir-Blodgett, que consiste en depositar cada vez capas cristalinas monomoleculares mediante la introducción del sustrato en agua que contiene un polímero que forma una única capa de cadenas moleculares en la superficie. Esta capa se transfiere del agua al sustrato. El proceso puede repetirse tantas veces como se desee creándose una multicapa ordenada. La técnica Langmuir-Blodgett proporciona capas muy delgadas, monomoleculares si se desea, y con un muy buen control del espesor.

Las aplicaciones se dividen entre las que utilizan la monitorización o detección de cambios del índice de refracción de la capa transductora inducidos por la adsorción de moléculas de analito o las que explotan la interacción de las moléculas del analito y las de la capa transductora. Esto se traduce en una gran cantidad de sensores químicos en los que las únicas variaciones son el analito y la capa transductora. Hay sensores que aprovechan la intensa absorción que tienen determinadas moléculas como el caso de Chadwick [26] que en 1994 demostró que mediante el uso de paladio como metal activo se pueden desarrollar sensores basados en resonancia de plasmones superficiales para la detección de hidrógeno

molecular debido a la gran capacidad que tienen las moléculas de paladio de absorber hidrógeno. Otros grupos continúan trabajando en esa línea [27].

La técnica de resonancia de plasmones superficiales es una de las técnicas ópticas que proporciona sensores químicos más compactos para aplicaciones portátiles. El esfuerzo realizado por los investigadores en ese campo se ha dedicado más al desarrollo y la optimización de capas sensoras y materiales para sensores químicos, que a convertir a esta tecnología en sistemas compactos y viables para su utilización como instrumentos portátiles puesto que esto requiere poner más atención a los encapsulamientos para poder utilizarlos en ambientes agresivos, a la reproducibilidad de las medidas, a la optimización de la infraestructura electrónica, a mejorar la razón señal-ruido que siempre aumenta con la miniaturización,... El trabajo de investigación dedicado a la optimización de materiales y estructuras y las tecnologías disponibles que han resultado de todo ese esfuerzo facilita la fase de integración de sistemas. Los sensores ópticos, que fueron a menudo descartados para sistemas portátiles debido a su tamaño y peso, están ahora en el estado en que pueden ser eficientemente diseñados e implementados y constituir las primeras generaciones de sistemas portátiles para aplicaciones *in-situ*. Además presentan la posibilidad de transmitir las señales a largas distancias como ya se ha comentado en la introducción, pudiendo entenderse como una alternativa a los vehículos autónomos en lugares tóxicos o inaccesibles para el ser humano. [28]

- Sensores biológicos

En sensores biomoleculares el medio transductor es normalmente una matriz o capa de biomoléculas capaces de ligarse a las moléculas del analito. Generalmente la inmovilización de biomoléculas directamente en la superficie del metal no es posible porque ofrecería una cobertura muy baja de biomoléculas con una reducida actividad y adsorción no específica, lo que causaría una reducción en el cociente señal-ruido. Se ha demostrado que mediante el uso de una de esas matrices extendida sobre la superficie del metal, donde tienen lugar las ligaduras entre moléculas, se puede fácilmente adsorber más biomoléculas por unidad de área que en la superficie directamente. [29] Para aumentar la funcionalidad y minimizar la no especificidad de ligado a la superficie, se han desarrollado diversas modificaciones de la superficie metálica incorporando capas delgadas de elementos sensores biológicos (anticuerpos, enzimas o células), que proveen de las propiedades químicas adecuadas para ligaduras determinadas y estables de ligandos. Estas capas pueden ser de varios tipos: capas autoensambladas, bicapas lipídicas o capas poliméricas. Una vez

acoplada la capa adecuada se monitoriza el proceso de adsorción de la determinada biomolécula a la capa metálica funcionalizada. Cuando la biomolécula entra en contacto con la superficie sensora tiene lugar una rápida adsorción, lo que en interrogación angular se traduce en un desplazamiento hacia valores mayores del ángulo al que se produce la resonancia, hasta que llega un momento en que se alcanza la saturación de la superficie con la biomolécula. La diferencia entre el ángulo de resonancia inicial y final determina la extensión de la adsorción y la pendiente de la curva de adsorción determina la tasa de adsorción. [30] Un ejemplo de esta funcionalización de las superficies metálicas puede verse en [31]. Desde la primera aplicación de los biosensores en 1983, muchos grupos se han sumado a la detección de interacciones bioespecíficas que incluyen cinéticas de adsorción y desorción, ligaduras antígeno-anticuerpo y *epitope mapping* (esto es, la comprobación de la posibilidad de ligaduras de diferentes anticuerpos a un antígeno simultáneamente mediante el cambio de la secuencia de anticuerpos hasta que todas las combinaciones han sido testeadas). [30] En 1990 fue comercializado por Swedish BIAcoreAB el primer biosensor basado en resonancia de plasmones superficiales excitados usando acopladores de prisma en interrogación angular, y a partir de entonces se han desarrollado otros utilizando una configuración como la anterior o bien usando redes de difracción o fibra óptica multimodo en interrogación de longitud de onda.

La complementariedad de esta técnica con otras, como es el caso de la microscopía de fuerza atómica (AFM) que permite cuantificar la distribución espacial del índice, nos procuran instrumentos que nos pueden proporcionar con éxito los cambios de topografía y la dinámica de superficie, lo cual constituye un enorme potencial para el análisis en tiempo real de biomateriales.

- Sensores físicos

En cuanto a los sensores para la medida de parámetros físicos, se trata de desarrollar dispositivos explotando los fenómenos físicos ocurridos en los materiales transductores, como es el cambio en el índice de refracción inducido por la humedad y la temperatura. En [21] puede verse un sensor de humedad desarrollado mediante el depósito de una capa de un polímero de flúor, cuyo índice de refracción depende de la humedad, sobre una estructura de guía de onda con una multicapa para la excitación de plasmones superficiales.

5.2 Concepto del sensor

En la literatura se encuentran diversos sensores de índice de refracción basados en la resonancia de plasmones superficiales en fibras D con doble recubrimiento metal-dieléctrico [15,32]. En ellos los modos guiados por la fibra interactúan con la estructura multicapa depositada, mostrando que la transmitancia espectral de la fibra depende de los parámetros que caracterizan el área depositada: espesores, índices de refracción de las capas depositadas e índice de refracción del medio exterior. La excitación de los plasmones se percibe como una disminución drástica de la transmisión de la fibra, que es sensible a cualquier variación de dichos parámetros así como a la longitud de onda. La energía del modo guiado se acopla al plasmón superficial, produciendo un mínimo bien definido en la curva de transmitancia.

Se propone aquí la realización de un sensor de índice de refracción con fibras estrechadas en una configuración novedosa consistente en la deposición de un doble recubrimiento (metal - dieléctrico) sobre una fibra *tapered* de cuello uniforme, y cuya aplicación será la medida de la salinidad. Este es un paso más allá en la descripción del comportamiento de este tipo de fibras, que nos hemos propuesto en esta memoria. Se puede advertir en el apartado anterior que los sistemas “*taper* - recubrimiento metálico” han sido ya estudiados en la literatura reciente pero, hasta donde conocemos, el doble recubrimiento metal-dieléctrico sobre un *taper* no se ha ensayado hasta ahora. Como se trata de unos dispositivos novedosos, es interesante realizar un estudio exhaustivo con ellos para conocer sus posibilidades como sensores y definir las condiciones de partida para el diseño de sensores de este tipo para diferentes analitos.

La utilidad de las capas depositadas es ya conocida: la capa metálica va a provocar la excitación de plasmones superficiales, y la presencia del dieléctrico desplaza el mínimo de la resonancia y provoca el ensanche de la curva de transmitancia. En nuestro caso se han elegido unos materiales y espesores para la multicapa que permiten detectar cambios en el índice de refracción en medios acuosos, pero variando los espesores y los índices de refracción de las capas podría seleccionarse el punto de operación del sensor para obtener el pico de resonancia en el rango de índices de refracción o a las longitudes de onda de interés para cada analito específico. Esta versatilidad es un aspecto a tener en cuenta especialmente cuando son dispositivos tan simples y de sencilla fabricación.

Debido a la simetría de revolución que presentan las fibras *tapered*, lo ideal sería depositar las capas sobre el *taper* recubriendo de manera homogénea toda la circunferencia

del cuello del *taper* porque esto los haría independientes de la polarización y simplificaría enormemente el montaje experimental para la caracterización de los sensores. No es tarea fácil conseguir depósitos completos (360°) y menos aún cuando se trata de dos capas. Nuestro equipo de investigación ha diseñado un dispositivo que mantendría el *taper* girando mientras se realizan los depósitos para que éstos sean lo más homogéneos posibles, y se espera que se pueda poner en funcionamiento en breve. En cualquier caso, no estar aún en disposición de realizar recubrimientos simétricos no supone una desventaja puesto que es interesante también ver qué ocurre en el caso en que se tienen depósitos asimétricos por varias razones: los sensores asimétricos presentan una fenomenología más compleja e interesante que los simétricos, que vamos a poder comprobar (podremos ver cómo es la respuesta con la polarización si el depósito es asimétrico); y porque nos permitirán comparar los resultados que obtengamos con los que se tenían con las fibras D. Son dispositivos aún sensibles a la polarización debido a la falta de simetría, pero presentan la ventaja de que es más sencillo realizar el depósito de las capas en ellos y por lo tanto su producción es más rápida y barata.

En particular se han realizado depósitos por una sola cara, de aproximadamente un tercio de la circunferencia con un espesor no uniforme en la sección transversal, y también por dos caras. Los valores del grosor de las capas depositadas en cada proceso de deposición varían en la sección transversal entre cero en los bordes y el máximo en el punto medio. En la figura 5.4a se puede observar el esquema de un sensor de estas características con un depósito por una sola cara, y en la figura 5.4b se ve el esquema de un sensor con depósito por las dos caras.

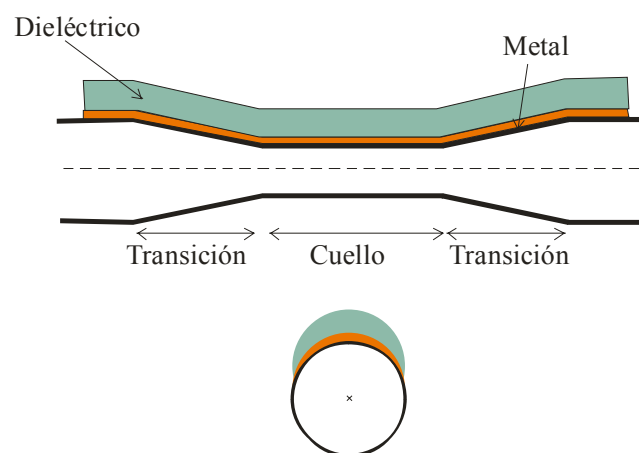


Figura 5.4a: Perfil longitudinal y sección transversal de un sensor depositado asimétricamente por una cara.

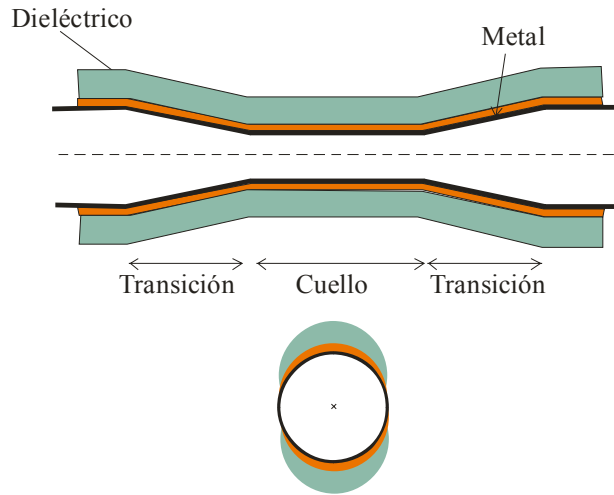


Figura 5.4b: Perfil longitudinal y sección transversal de un sensor depositado por dos caras.

Aunque los sensores con depósito por las dos caras no llegan a ser simétricos, se han fabricado puesto que es interesante ver si se produce alguna diferencia en el comportamiento de los sensores achacable al tipo de depósito.

Los dispositivos propuestos pueden operar de dos formas: (1) midiendo la variación de la potencia total transmitida por la fibra como consecuencia de cambios en el índice de refracción, como en el caso del sensor basado en fibras tipo D, o (2) midiendo los desplazamientos del espectro de transmisión debido a cambios en el índice de refracción del medio exterior. Cuando el índice de refracción efectivo del modo plasmón se aproxima al valor del índice de refracción de los modos de la fibra *taper* sin depositar, se puede observar un acoplamiento resonante entre modos de ambas estructuras con el mismo orden azimutal para una determinada combinación de parámetros geométricos y de los materiales involucrados. La ausencia de simetría cilíndrica implica que el espectro de transmisión depende de la polarización de la luz incidente. Algunos autores han indicado que el modo incidente de la fibra, que es un modo híbrido de orden azimutal $m=1$, puede excitar modos plasmón con orden azimutal $m \neq 1$ puesto que ahora no son ortogonales [19]. Por esa razón el espectro de transmisión de estos dispositivos mostraría más de un pico de absorción. El añadir una segunda capa dieléctrica causa el desplazamiento de todo el espectro hacia longitudes de onda más altas. Este desplazamiento proporciona una manera de seleccionar el rango de longitudes de onda al que realizar las medidas y permite obtener así diferentes puntos de aplicación ya que los picos de absorción aparecen a índices de refracción más bajos que el medio externo.

Para la caracterización de los dispositivos se utilizará un fotoemisor de tipo LED, que emite luz despolarizada. Debido a eso, se utilizará un polarizador en línea (basado igualmente en la deposición de capas sobre fibra tipo D pero en este caso se sustituye la capa dieléctrica por una capa gruesa de un medio de índice alto) y un dispositivo de control del plano de polarización de la radiación emitida por la fuente, que permita ajustar la polarización de la onda electromagnética que le llega a la fibra estrechada para que esté polarizada TM en el punto de la fibra en que el depósito sobre esta tenga el espesor máximo, ya que así se podrán excitar plasmones. Este dispositivo de control de la polarización es lo que se conoce como bucles de Lèfevre, que aprovecha la birrefringencia que se produce al curvar la fibra para cambiar el plano de polarización de la luz que se transmite por ella. En nuestro caso se utilizaron tres discos iguales entre sí, lo que garantiza que se pueda conseguir cualquier transformación de estados de polarización independientemente de los radios de los discos. [33] Lo que ocurre es que en una fibra no es posible definir una única dirección de polarización TM por lo que la dependencia con la polarización no va a ser equivalente a la que mostraron las fibras D: ahora va a ser menos crítico el control de la polarización.

La aplicación propuesta para este sensor es la de la medida de la salinidad, pero lo que detecta realmente son variaciones de índice de refracción, por lo cual resulta necesario el uso de unos algoritmos adecuados que proporcionen la relación entre ambos parámetros. Hay numerosos algoritmos que proporcionan ecuaciones empíricas, que se ajustan en mayor o menor medida a los datos tabulados, y que permiten determinar el índice de refracción en función de la salinidad, temperatura, presión y longitud de onda. El algoritmo que se ha utilizado aquí para obtener esa relación fue el desarrollado por Quan y Fry [34], que consta de 40 términos pero que puede reducirse a 10 términos significativos:

$$n(S, T, \lambda) = n_0 + (n_1 + n_2 T + n_3 T^2) S + n_4 T^2 + \frac{n_5 + n_6 S + n_7 T}{\lambda} + \frac{n_8}{\lambda^2} + \frac{n_9}{\lambda^3}, \quad (5.2)$$

donde: S es la salinidad en ‰, T es la temperatura en °C y λ es la longitud de onda en nm. A este algoritmo puede añadirse un término extra que tenga en cuenta el efecto que provoca la variación de la profundidad en los primeros 100 metros, de modo que finalmente quedaría de la siguiente forma:

$$n(S, T, \lambda, D) = n(S, T, \lambda) + n_{10} D \quad (5.3)$$

Los valores de los coeficientes que intervienen son:

$$\begin{aligned}
n_0 &= 1.31405, & n_6 &= 0.01155 \text{ (nm psu}^{-1}\text{)}, \\
n_1 &= 1.779 \cdot 10^{-4} \text{ (psu}^{-1}\text{)}, & n_7 &= -0.00423 \text{ (nm psu}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}\text{)}, \\
n_2 &= -1.05 \cdot 10^{-6} \text{ (psu}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}\text{)}, & n_8 &= -4382 \text{ (nm}^2\text{)}, \\
n_3 &= 1.6 \cdot 10^{-8} \text{ (psu}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-2}\text{)}, & n_9 &= 1.1455 \cdot 10^6 \text{ (nm}^3\text{)}, \\
n_4 &= -2.02 \cdot 10^{-6} \text{ (}^\circ\text{C}^{-2}\text{)}, & n_{10} &= 1.37 \cdot 10^{-6} \text{ (m}^{-1}\text{)}. \\
n_5 &= 15.868 \text{ (nm)}, & &
\end{aligned}$$

Los rangos de validez de este algoritmo son:

$$\begin{aligned}
0^\circ &< T < 30 \text{ }^\circ\text{C}, \\
0 \text{ }^\circ\text{/}_{00} &< S < 35 \text{ }^\circ\text{/}_{00}, \\
400 \text{ nm} &< \lambda < 700 \text{ nm},
\end{aligned}$$

aunque puede ser extrapolado a valores de salinidad y longitud de onda ligeramente mayores. [35]

Aplicando estos algoritmos para una temperatura de 20 °C y profundidad cero, y para una longitud de onda fija, por ejemplo la longitud de onda de trabajo $\lambda_0 = 845 \text{ nm}$, y los valores de salinidad que típicamente se encuentran para el agua del mar, comprendidos entre 0 y 40 ‰, se obtiene un rango de medida del índice de entre 1.3272-1.3347, de manera que es necesario ajustar el punto de operación del sensor mediante la elección de los parámetros adecuados de la multicapa. En el apartado siguiente se indican los valores elegidos para los parámetros de las capas depositadas en nuestros sensores.

5.3 Fabricación del sensor

Al igual que con los sensores de temperatura, el punto de partida es un *taper* fabricado mediante la técnica del quemador móvil. En este caso el hecho de tener *tapers* más largos, aparte de las ventajas mencionadas en anteriores capítulos, nos permite variar la longitud de la zona del *taper* en la que va a realizarse el depósito de la multicapa y conocer así el efecto de cada zona en la respuesta del sensor, como veremos más adelante. Esto es algo imposible de conseguir con los *tapers* fabricados con fundidora de fibra, puesto que proporcionan *tapers* cortos y abruptos con valores limitados de longitud y diámetro de cuello.

Para la producción de los *tapers* con los que se fabricaron los sensores que se usaron durante la realización del proyecto fin de carrera de Francisco Javier Bueno [36] se ha usado inicialmente la fibra óptica monomodo de salto de índice tipo W FS-SN-4224 de 3M que se ha estado utilizando hasta ahora. Sin embargo, debido a que ha sido retirada del mercado, para el proyecto ROMA se están fabricando nuevos sensores a partir de dos tipos de fibra diferentes, F-SBA y F-SF de Newport, ambas de salto de índice y para transmisión en el mismo rango que la primera. Los datos de estas nuevas fibras² aparecen en la tabla 5.1.

	Diámetro núcleo (μm)	Diámetro revestimiento (μm)	Índice de refracción núcleo	Índice de refracción revestimiento
F-SBA	~ 4	125	1.4428	1.4616
F-SF	~ 5	125	1.4428	1.4616

Tabla 5.1: Características de la fibras utilizadas para la fabricación de sensores.

Se han realizado sensores a partir de *tapers* cuyos cuellos variaron entre 31 y 40 μm de diámetro, y cuyas pérdidas fueron de menos de 0.3 dB.

Inicialmente los *tapers* se fijaron en un portaobjetos de cristal con cinta adhesiva como soporte para llevar a cabo el depósito de las capas. Sin embargo, al sumergir todo el conjunto en agua para su caracterización, la cinta adhesiva se despegaba ligeramente y la fibra se curvaba un poco, lo cual se traduce como ya se ha visto en unas mayores pérdidas. Para evitar este problema se procedió a fijar los *tapers* en los portaobjetos con Araldit de dos componentes, que es un adhesivo resistente al agua. El procedimiento de fijado se hacía en dos fases: antes de retirarlos de la máquina, inmediatamente después de su fabricación, se pegaba con Loctite instantáneo para que no variase la forma original, y a continuación se cubría el adhesivo anterior con Araldit para que posteriormente se pudiera sumergir el sensor en agua. Una vez seco el pegamento, se procedía a depositar las capas, sin peligro de que se curvara la fibra.

² Datos facilitados por Newport

Con el proyecto ROMA se han introducido algunas modificaciones en la fijación de los *tapers* para evitar las complicaciones que conlleva el uso de pegamentos. Se colocaron los *tapers* inmediatamente después de su fabricación en unos soportes de acetato formados por dos piezas rectangulares con un grosor de pared de aproximadamente un centímetro, que se atornillan la una a la otra para aprisionar la fibra. Este tipo de soportes se puede ver en la figura 5.5. Cada una de las fibras estrechadas, completamente estiradas, fueron fijadas de forma independiente mediante cinta de Kapton³ al soporte de acetato. La cinta de Kapton es una cinta adhesiva resistente a muy altas temperaturas, por lo que es adecuada para su uso en cámaras de evaporación ya que es excelente para aplicaciones con picos de temperatura excepcionalmente elevados. Los depósitos de los *tapers* se realizaron estando éstos colocados en dichos soportes, y a la hora de realizar las medidas con ellos bastaba con separar las dos piezas de acetato y coger uno de los *tapers* con unas pinzas diseñadas para ello pudiendo quedar los demás en el soporte puesto que se fijaron independientemente. Las pinzas están formadas por dos piezas en forma de U unidas mediante muelles que presentan la ventaja de que las dos patas se abren y se cierran a la vez simplemente presionando en la zona superior o aflojando la presión. Esto permite sujetar la fibra fácilmente y que se mantenga estirada durante todo el proceso. Estas pinzas se muestra en la figura 5.6.

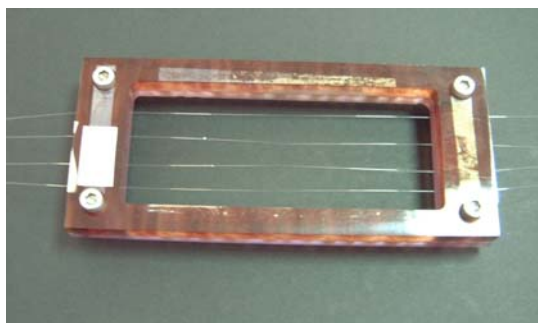


Figura 5.5: Soporte de acetato para la realización de los depósitos de las capas.

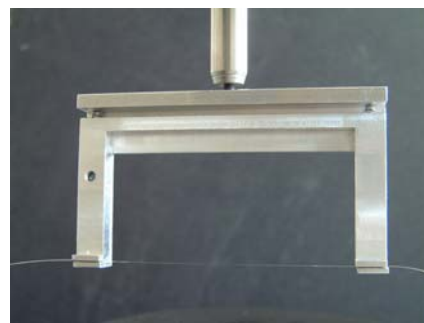


Figura 5.6: Pinzas para la realización de las medidas con los sensores.

³ Cinta de Kaptón para altas temperaturas proporcionado por RS. Temperatura de funcionamiento -250°C durante 1000 hrs ó 350°C durante 10 hrs.

En todos los casos, para realizar el doble depósito en los *tapers* se utilizó el sistema de PVD (deposición en cámara de evaporación) de la Universidad de Zaragoza. La técnica que se utilizó es el *sputtering*, consistente en la utilización de un plasma de gas noble (en general Argón) para arrancar átomos del material a depositar (blanco) que viajarán dentro de la cámara de evaporación hasta donde se encuentra el sustrato y se depositarán sobre él. En particular, la cámara de la Universidad de Zaragoza tiene posibilidad de introducir en ella varios blancos para que se puedan depositar todos ellos sucesivamente sin necesidad de abrir la cámara. Para ello disponen de un sistema rotatorio de crisoles donde se introducen los diferentes blancos de forma que solamente uno de ellos, el que se encuentra justo debajo del sustrato, está libre y a merced de los átomos de Argón que formarán el plasma correspondiente. El espesor de la capa depositada se controla con una microbalanza de cuarzo, calibrada adecuadamente para cada uno de los materiales. El calibrado ha de realizarse con cada uno de los materiales que se va a depositar, y es necesario conocer la densidad de estos. Consiste en hacer un depósito con cada uno de los materiales y medir con un perfilómetro el espesor real del depósito para realizar una corrección del espesor que midió la balanza de cuarzo con la densidad del material correspondiente.

Los depósitos que hemos realizado mediante esta técnica son una capa metálica de 8 nm de Aluminio y una dieléctrica de 60 nm de TiO_2 tanto para los dispositivos asimétricos con depósito por una sola cara del *taper* como para los depositados por las dos caras. Se han elegido estos espesores para las capas porque son los que el equipo de investigación había manejado en el pasado con fibras tipo D, mostrando que proporcionaban el resultado deseado en el rango de índices de refracción de interés de los sensores, entre 1.32 y 1.41, para el rango de longitudes de onda de entre 780 y 880 nm. [1] En la mayoría de los dispositivos se han realizado depósitos en toda la longitud de la zona estrechada, pero también se realizaron depósitos únicamente en el cuello o únicamente en las zonas de transición.

Mostramos a continuación los parámetros del *sputtering* correspondientes a los depósitos llevados a cabo:

- Blancos de 7.63 mm de diámetro y 6 mm de espesor.
- La presión de vacío requerida para comenzar la deposición debe ser menor de 10^{-5} mbar. Para ello se dispone de dos bombas de vacío: una rotatoria (se alcanza una presión de 10^{-2} mbar) y una turbomolecular (se pueden alcanzar presiones del orden de 10^{-7} mbar).

- La frecuencia de oscilación de la balanza de cuarzo es de 6MHz.
- Parámetros de los procesos de depósito:
- Capa de Aluminio: Introducimos Argón a una presión de $1.5 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Corriente: $I = 0.65$ A.

Velocidad de depósito: 1 Amstrong/s.

Espesor: 8 nm.

- Capa de TiO_2 : Introducimos Oxígeno a una presión de $1.2 \cdot 10^{-4}$ mbar y Argón hasta alcanzar una presión total de $1.5 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Corriente: $I = 0.70$ A.

Velocidad de depósito: 0.1 Amstrong/s.

Espesor: 60 nm.

5.4 Caracterización del sensor

Se ha estudiado el comportamiento de estos dispositivos respecto a variaciones de índice de refracción del medio externo, estudiando tanto el cambio en la potencia total transmitida por la fibra como el cambio en la transmitancia espectral de la estructura. Se realizaron diferentes series de medidas con *tapers* de diámetros de cuello que variaron entre 31 y 40 μm para ver como influía este parámetro en el comportamiento de los dispositivos. Se comprobó, además, la dependencia de éstos con la polarización mediante un dispositivo de control basado en bucles de Lèfevre. Se ha estudiado también la dependencia de la respuesta con la extensión longitudinal de depósito realizado: en toda la extensión del *taper* o en determinadas áreas de él.

5.4.1 Montaje experimental

Como se van a realizar dos tipos diferentes de medidas, en potencia y espectrales, para simplificar el montaje se ha elegido una única fuente que sea lo suficientemente potente como para llevar a cabo las medidas en potencia con un simple fotodiodo como detector, y con una anchura espectral suficiente como para obtener varios picos de absorción en ese rango cuando tienen lugar las medidas espectrales.

El montaje experimental es diferente en función de si se controla la polarización o no. En el caso de mantener un control sobre ella, el montaje consiste en una fuente LED a 845 nm integrado en un equipo portátil comercial⁴ que emite luz despolarizada a la que se le hace pasar por un polarizador en línea para polarizarla linealmente, y posteriormente por los antes mencionados bucles de Lèfevre, que son manipulados manualmente para conseguir el estado de polarización más adecuado (el que proporciona el máximo contraste en los mínimos de absorción sin elegir estrictamente entre polarización TE o TM). Una vez que se logra el estado de polarización óptimo, la fibra a la salida de los bucles y hasta alcanzar el *taper* se mantiene tensa para no perder dicho estado de polarización. El sensor, colocado en el portamuestras de vidrio o en las pinzas, se introduce en un recipiente de PVC al que se le han practicado dos ranuras en los laterales, por las que pasa la fibra, para posicionarlo a la altura conveniente. El montaje se completa con el detector de potencia HP⁵ en la caracterización en potencia transmitida, o el espectrómetro⁶ para la caracterización espectral. Se han utilizado también un termopar para la medida de la temperatura, que permita la corrección del índice de refracción con éste parámetro, y un agitador magnético para mezclar constantemente la disolución en la que se sumergirá el sensor para realizar los ensayos y conseguir que sea lo más homogénea posible.

En el caso de que no se controle la polarización, la única diferencia es que desaparecen del montaje tanto el polarizador en serie como los bucles de Lèfevre. En este caso ya no es tan importante mantener la fibra estirada durante toda la trayectoria de la fibra.

Se puede ver una foto del montaje experimental para llevar a cabo la caracterización de los dispositivos en la siguiente figura.

⁴ RIFOCS 555B, fotodiodo de InGaAs

⁵ HP E3610A DC Power Supply

⁶ Avantes AVS-SD2000

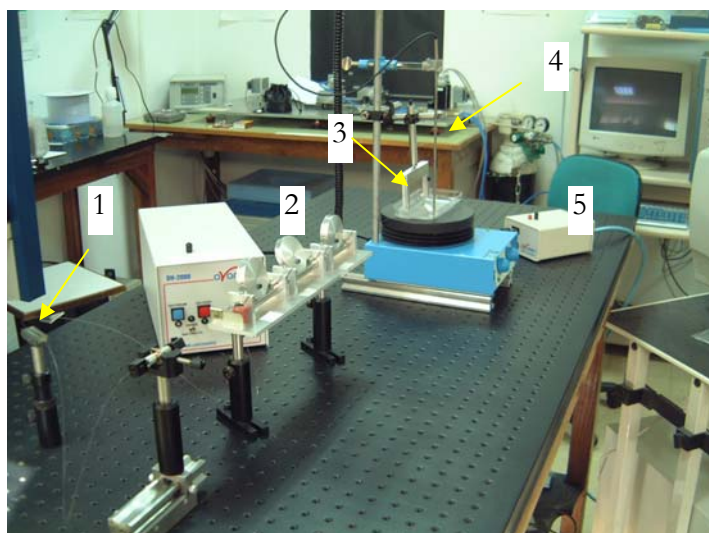


Figura 5.7: Montaje experimental para la caracterización del sensor de índice de refracción. (1) Polarizador en línea, (2) Bucles de Lèfevre, (3) Sensor, (4) Termopar para controlar la temperatura del proceso, (5) Detector: medidor de potencia o espectrómetro.

5.4.2 Metodología

Dado que la finalidad de estos sensores es la medida de la salinidad del mar, bastaría con caracterizar el sensor para un intervalo de índices de entre 1.3272 y 1.3347 a 20 °C, tal y como se ha visto en el apartado 5.2. Sin embargo, resulta interesante caracterizarlos en un rango más amplio de índices de refracción. Con este fin, se utilizó un esquema para la variación de índice que consistía en sumergir el sensor en una mezcla de agua destilada y etilenglicol⁷, una sustancia de índice alto y que puede conocerse a partir de fórmulas empíricas. Así, el rango de índices que se barre es de entre 1.3272 a 20 °C para el agua destilada y 1.4318 a 20 °C para el etilenglicol puro. La metodología seguida es la descrita por O. Esteban en su tesis doctoral [1], que se describirá a continuación.

Se parte de un volumen de, generalmente, 120 ml de agua destilada en el recipiente de PVC en el que se sumerge el sensor. Se extrae un volumen de 10 ml de agua y a continuación se añade ese mismo volumen de etilenglicol, de manera que se consigue variar el índice de la disolución sin modificar su volumen total. El proceso se repite tantas veces como sea

⁷ Etilenglicol químicamente puro, Panreac 211316

imprescindible hasta rastrear todo el rango de índices de refracción de interés. El volumen de etilenglicol presente en la disolución en cada momento viene dado por la expresión:

$$V_{et,i} = V_{et,i-1} \left(1 - \frac{\Delta V}{V_{total}} \right) + \Delta V, \quad (5.4)$$

donde V_{et} es el volumen real del etilenglicol, ΔV es la cantidad de etilenglicol que se añade a la mezcla, y V_{total} es el volumen total de la disolución. Con este dato se puede obtener el índice de la disolución como:

$$n_{disolución}(T, \lambda) = n_{H_2O}(T, \lambda) + 0.111 \frac{V_{et}}{V_{total}} \quad (5.5)$$

donde se ha tenido en cuenta las variaciones del índice del agua pura con respecto a la longitud de onda y la temperatura, y donde $n_{H_2O}(T, \lambda)$ está dado por la expresión (5.3). Si bien es verdad que en este caso dicha expresión (5.3) puede reducirse a:

$$n(T, \lambda) = n_0 + n_4 T^2 + \frac{n_5 + n_7 T}{\lambda} + \frac{n_8}{\lambda^2} + \frac{n_9}{\lambda^3} \quad (5.6)$$

puesto que utilizamos agua destilada a profundidad cero.

El hecho de considerar la dependencia con la temperatura del índice de refracción hace que sea necesaria la medida de este parámetro cada vez que se varía la cantidad de etilenglicol presente en la disolución. Para ello se utilizó el termopar mencionado en el apartado anterior.

El etilenglicol presenta el problema de que su solubilidad en agua es reducida. Por tanto, para que la mezcla sea lo más homogénea posible es necesario el uso de un agitador magnético que mezcle constantemente la disolución a una velocidad tal que se homogenice lo más deprisa posible pero sin que se formen burbujas en la superficie del sensor ya que modifican los valores de la medida. Las lecturas correspondientes a cada medida se tomaban cuando ésta se estabilizaba, es decir que apenas se produce variación bien en la potencia transmitida bien en la forma del espectro medidas.

Finalizado el experimento se procedía a limpiar el sensor puesto que el etilenglicol se queda adherido a éste así como a las paredes del recipiente. Para ello se bañaba el sensor en alcohol isopropílico y se aclaraba con agua varias veces hasta que presentaba el mismo comportamiento que inicialmente.

Se han hecho dos tipos de caracterizaciones, en potencia transmitida y espectralmente. Se comenta a continuación las singularidades de cada una de ellas.

Medidas de potencia transmitida

En este caso se midió la evolución del valor de la potencia transmitida (con control de la polarización o sin él) al variar el índice de refracción de la disolución.

Para obtener la transmitancia, integrada a todo el espectro de medida, se tomó como referencia el valor máximo de la potencia transmitida, que coincide con el caso en que el medio exterior es aire, tal y como se muestra en la tesis doctoral de O. Esteban [1] para sensores de fibra D con unas capas del mismo tipo y espesores que las que se están tratando aquí. Por tanto, cuando el sensor estaba en aire se manipularon manualmente los ángulos de cada uno de los bucles de Lèfevre hasta que se alcanzó el máximo en la potencia transmitida, momento en el cual se realiza la lectura de ésta y se procede a la inmersión del sensor en el recipiente con agua para comenzar con el proceso de caracterización.

Se pretende comparar los resultados obtenidos con estos sensores con los resultados que se obtuvieron en su día en el mencionado trabajo de O. Esteban.

Medidas espectrales

Por una parte, modelos para fibras tipo D con doble recubrimiento metal-dieléctrico como el propuesto por O. Esteban predicen la aparición de un único plasmón superficial. En la bibliografía aparecen referencias en las que dispositivos basados en *tapers* en los que se ha depositado una única capa metálica de forma asimétrica, muestran la aparición de varios plasmones superficiales [19]. El caso que nos ocupa es una mezcla de las dos anteriores y nos interesa conocer cuál es el comportamiento que mostrará este dispositivo, aunque es plausible que muestre varios plasmones según lo visto para estructuras asimétricas.

Las medidas se realizan con el espectrómetro que, controlado por ordenador, permite visualizar en tiempo real el espectro que está detectando. El espectrómetro presenta dos entradas con las que se cubren dos rangos de longitudes de onda diferentes: una de ellas entre 200 nm y 850 nm, y la otra entre 525 nm y 1100 nm. Se ha usado en las pruebas la segunda de ellas puesto que en la primera la longitud de trabajo queda casi al límite de la longitud de onda máxima para esa entrada, 850 nm. El espectrómetro muestra los espectros de potencia a la salida del *taper*, pero puede mostrar también la transmitancia.

Para ello es necesario tomar como referencia el espectro correspondiente a la potencia transmitida del dispositivo en aire.

Al añadir agua al recipiente que contiene el sensor se observa la aparición de varios mínimos correspondientes a diferentes absorciones en el espectro. El ajuste de los ángulos de los bucles de Lèfevre se realizó con el sensor sumergido en agua hasta encontrar un mínimo lo más abrupto posible en las zonas de longitud de onda más baja del espectro medido para así poder rastrear el mayor rango de índice de refracción. Una vez encontrados los ángulos óptimos para los bucles, se vaciaba de agua el recipiente con cuidado de no modificar nada, y cuando el sensor se secaba se tomaba la referencia en aire.

5.5 Resultados de la caracterización

Dado que se han encontrado ciertas diferencias entre los sensores fabricados en un principio y los desarrollados dentro del proyecto ROMA, se distinguirá entre los resultados obtenidos con los sensores que se encuentran recogidos en las publicaciones [2,3], que denominaremos serie 1, y los que se han realizado con posterioridad durante el proyecto ROMA, los correspondientes a la serie 2. Tal y como ya se mencionó la diferencia entre ambos tipos de sensores es básicamente el tipo de fibra puesto que tanto las capas depositadas en ellos como los métodos de caracterización son idénticos.

5.5.1 Resultados con los sensores de la serie 1

Siguiendo el orden cronológico en que se realizaron las medidas, se mostrarán en primer lugar los resultados obtenidos con la caracterización en potencia para luego mostrar los conseguidos con la caracterización espectral.

- Caracterización en potencia

El comportamiento típico de un dispositivo de este tipo en su caracterización en potencia se puede observar en la figura 5.8. En la gráfica se ha representado la transmitancia relativa frente al índice de refracción del medio externo para varios sensores fabricados con *tapers* de diámetros de cuello diferentes. Se ha escogido la transmitancia relativa, que en este caso significa que le asignamos a la transmitancia del agua el valor de -1 dB para cada uno de los sensores considerados, con el objeto de poder comparar las respuestas.

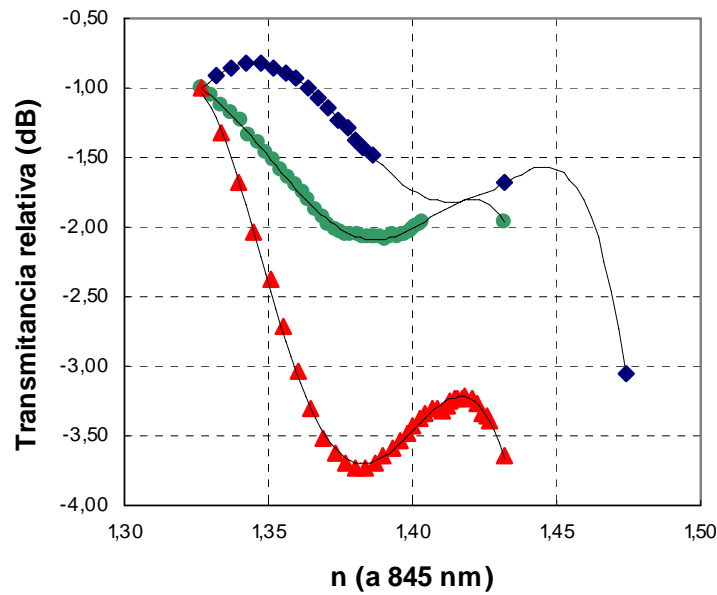


Figura 5.8: Caracterización del comportamiento de los sensores con el diámetro del cuello. Aparecen medidas realizadas con *tapers* de varios diámetros de cuello: los triángulos corresponden a 35 μm , los círculos a 37 μm , y los rombos a 40 μm . Se muestran también las curvas de ajuste de los datos (polinomio de orden 5).

De esta gráfica se pueden destacar varios aspectos:

- Se observa en todas las curvas una disminución de la potencia óptica transmitida al aumentar el índice de refracción de la disolución hasta alcanzar un mínimo bien definido mostrando la excitación de un plasmón superficial.
- Todas las curvas muestran una región lineal, aunque la pendiente de esta región varía dependiendo del cuello del *taper* utilizado. Esto implica diferente sensibilidad en función del diámetro del cuello: la sensibilidad aumenta al disminuir el diámetro del cuello del *taper*.
- La curva se desplaza hacia índices mayores al ir aumentando el diámetro del cuello. Esto permite ajustar la curva de manera que obtengamos la zona lineal en la región de índices de interés simplemente usando el *taper* con el diámetro de cuello adecuado. Ajustando la región lineal a una recta, podremos conocer el valor del índice de refracción de la disolución correspondiente a la potencia transmitida por el sensor.

Por tanto, con estos dispositivos tenemos la ventaja añadida de disponer de un parámetro extra con respecto a las fibras D para seleccionar el rango de operación, puesto que además de poder hacerlo mediante la variación de los tipos de materiales de las capas y los espesores de éstos podemos variar el diámetro del *taper* a conveniencia para ajustar la zona lineal de la curva al rango de índices de interés.

Se realizaron experimentos sucesivos con un mismo sensor sin mantener un control sobre la polarización que pusieron de manifiesto que, tal y como se observa en la siguiente figura, el comportamiento de los sensores era muy repetible.

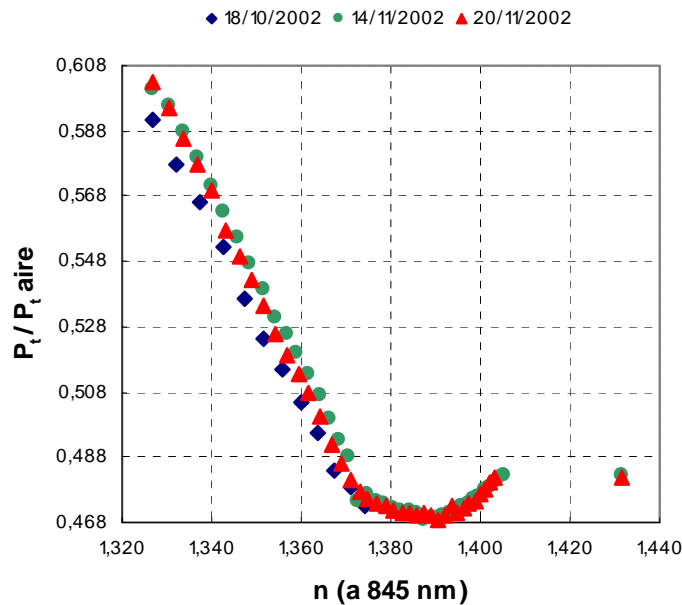


Figura 5.9: Caracterizaciones sucesivas de un sensor de diámetro de cuello de 37 μm .

Así mismo se realizaron diversos ensayos de potencia transmitida para ver el efecto de la polarización mediante la utilización del montaje con el polarizador en serie y los bucles de Lèfevre. Las capas en estos dispositivos no son planas por lo que no se puede definir una polarización TM para toda la extensión del depósito, por tanto la dependencia con la polarización no deberá ser muy crítica aunque existirá cierta dependencia puesto que el depósito es asimétrico. Se comparan las curvas obtenidas con y sin control de polarización y los resultados se pueden observar en la figura 5.10. De nuevo se representa la transmitancia relativa para poder hacer la comparación de los datos de las dos series.

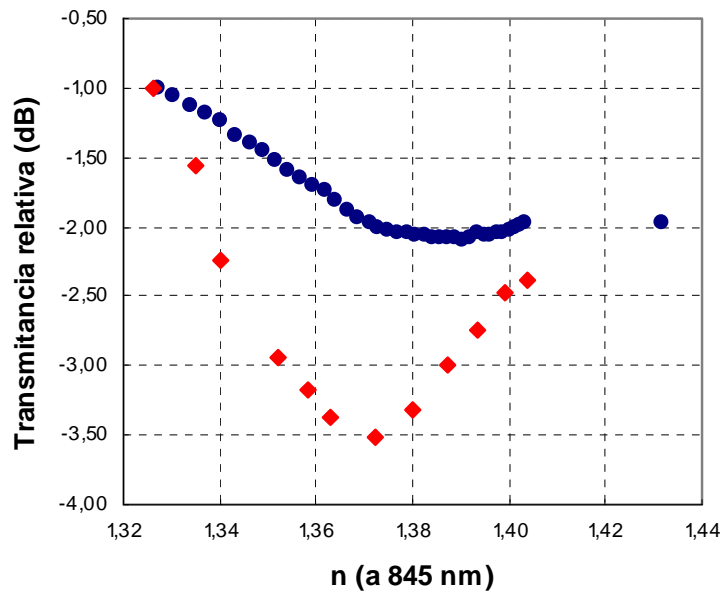


Figura 5.10: Dependencia del comportamiento de un sensor de diámetro de cuello de $37\ \mu\text{m}$ con la polarización. Los círculos corresponden a las medidas realizadas sin controlar la polarización y los rombos a las realizadas controlando la polarización.

Se puede comprobar que la sensibilidad del sensor mejora cuando se ejerce control sobre la polarización en tanto en cuanto el pico está más definido en ese caso, aunque no son tan sensibles a la polarización como las fibras tipo D ya que aún sin polarización se puede distinguir el mínimo. El rango de operación en que la respuesta es lineal se mantiene y solamente se aprecia un ligero desplazamiento del mínimo en la transmitancia.

De nuevo, se realizaron varios experimentos con un mismo sensor, manteniendo el control sobre la polarización, y se comprobó que en este caso el comportamiento de los sensores no era repetible. Estos resultados se muestran en la figura 5.11, donde aparecen los datos obtenidos para un par de medidas con control de la polarización, y su comparación con una medida sin controlar la polarización. La posible explicación a la no repetibilidad del comportamiento cuando se controla la polarización puede ser que el ajuste de los bucles en las diferentes medidas no es exacto de una a otra, lo que implicaría ciertas diferencias en las curvas de calibración.

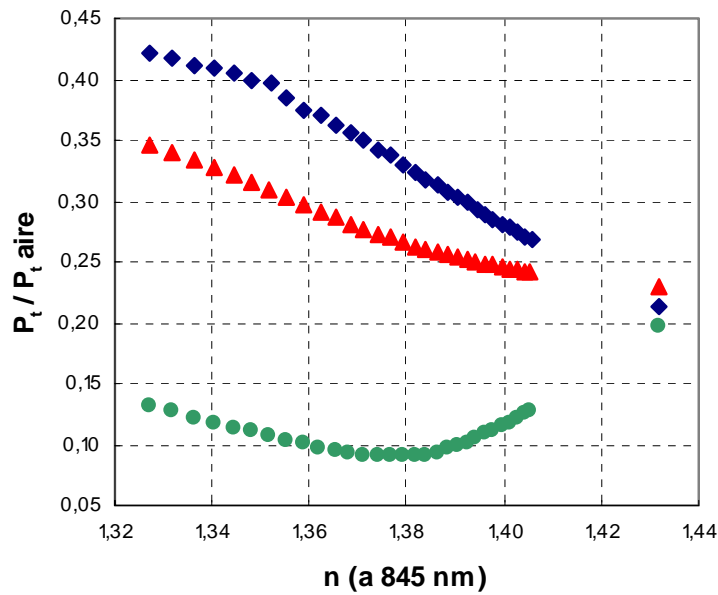
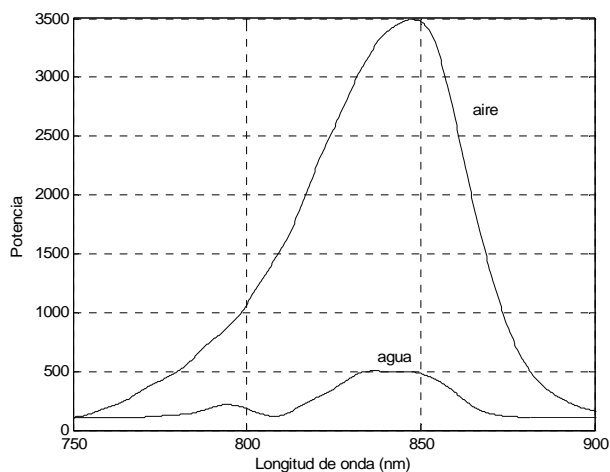


Figura 5.11: Comparación de las diferentes caracterizaciones realizadas con un sensor de diámetro de cuello de 37 μm . Los triángulos corresponden a las medidas realizadas sin control de la polarización, y los rombos y círculos corresponden a la 1ª y 2ª medidas realizadas con control de la polarización.

Para comprobar si se excitan uno o más plasmones en el sensor, y para tratar de conseguir un ajuste de la polarización correcto se procedió a realizar medidas espectrales.

- Caracterización espectral

Cuando se introducían estos sensores en el agua, se producía una acusada caída en el nivel de la señal en el espectro, además de la aparición de mínimos locales en ciertas zonas de éste como ya se comentó en el apartado de metodología. Podemos observar estos efectos en la figura siguiente.



Figuras 5.12: Respuesta espectral de un sensor de 40 μm de diámetro de cuello al aire, y al sumergirlo en agua.

Un ejemplo del tipo de gráficas que se obtenían en las medidas espectrales cuando el sensor se sumergía en el agua se puede observar en las figuras 5.13 y 5.14 que corresponden a la respuesta espectral del sensor y a la correspondiente transmitancia espectral, calculada a partir de la normalización de la primera gráfica y expresando el resultado en decibelios. Para la normalización se ha elegido como referencia el valor de la potencia inyectada cuando el sensor se encontraba en aire justo antes de añadir agua al recipiente. En dichas gráficas se muestran los espectros correspondientes a diferentes medidas resultado de variar el índice de refracción de la disolución.

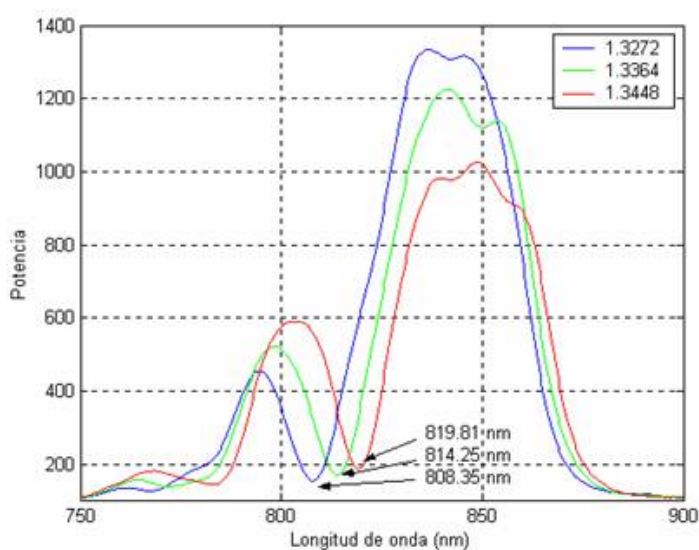


Figura 5.13: Espectro en potencia de un sensor de diámetro de cuello de 40 μm para diferentes valores de índice de refracción del medio exterior.

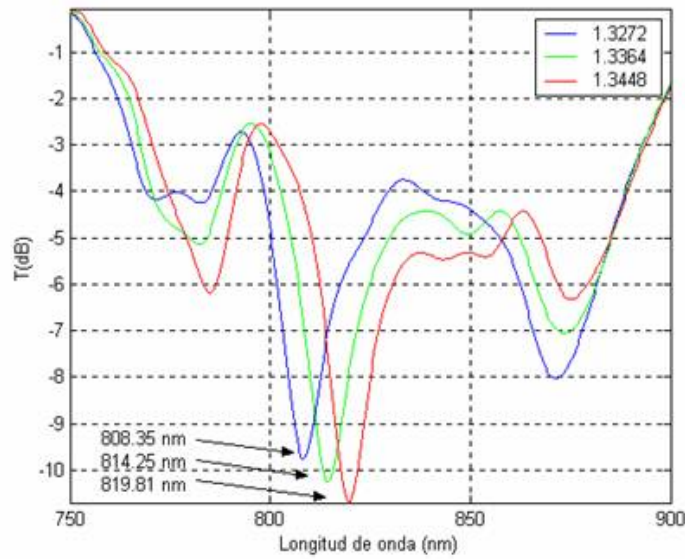


Figura 5.14: Transmitancia espectral para diferentes índices de refracción del medio externo.

En primer lugar cabe destacar que en las figuras se observan varios picos de absorción que implicarían la existencia de diferentes plasmones superficiales, tal y como se ha visto para otras estructuras asimétricas [19]. No todos los picos tienen por qué corresponder a la excitación de plasmones superficiales porque algunos no se mueven cuando varía el índice de refracción exterior, pero los mejor definidos sí que se corresponden con ellos indudablemente. La justificación que algunos autores dan a la aparición de varios plasmones, tal y como ya hemos mencionado, es que debido a la inhomogeneidad y asimetría de los espesores de las capas el modo incidente de la fibra que es de orden $m=1$, puede excitar modos plasmón con orden azimutal $m \neq 1$ puesto que ahora no son ortogonales. El mínimo de más profundidad es el correspondiente a la excitación del modo plasmón fundamental, y los demás mínimos son debidos a la excitación de plasmones de orden superior. [19] Otra posibilidad que se baraja, a raíz de la teoría que estamos desarrollando para predecir la posición en la que aparecen los mínimos provocados por la excitación de plasmones superficiales, es que dado que los depósitos que se realizan cubren una parte de una sección cilíndrica no nos proporcionan un espesor uniforme y podemos considerar que la estructura es equivalente a diferentes subestructuras de fibra-multicapa, cada una de ellas con diferentes parámetros geométricos. La excitación de plasmones depende tanto de los parámetros de la estructura como de la longitud de onda. El hecho de que haya variaciones locales de los espesores depositados implica que las condiciones de excitación de los plasmones superficiales pueden ser localmente satisfechas para diferentes

combinaciones de longitud de onda y espesor local para un mismo índice de refracción del medio exterior. Por tanto, se pueden excitar diferentes plasmones a lo largo de la zona en que el campo evanescente puede alcanzar la multicapa. Al variar el índice de refracción del medio exterior, la estructura multicapa cambia también y se excita otro grupo de plasmones superficiales, como puede verse en la figura 5.14.

Esos picos de absorción aparecen tanto en la figura de potencia como en la de transmitancia de manera que podríamos usar ambas para el análisis de nuestros dispositivos. Sin embargo, en transmitancia aparece un mínimo que no se observa en potencia, probablemente debido a que el bajo nivel de potencia inyectada a esa longitud de onda enmascara su presencia. Por otro lado, en ambas figuras se ve que al aumentar el valor del índice de refracción de la disolución se produce un desplazamiento de los mínimos hacia longitudes de onda mayores.

A partir de los espectros de transmisión obtenidos se puede seleccionar un cierto mínimo de absorción y rastrear su desplazamiento con el índice de refracción del medio externo. Dado que usamos un LED como fuente y éste tiene una determinada anchura espectral, los picos de resonancia de distintas intensidades que se detectan en el espectro de transmisión van desapareciendo o apareciendo a derecha e izquierda de ese rango de longitudes de onda a medida que aumenta el índice de refracción del medio. Se rastreó la evolución de los mínimos detectados en la curva de transmitancia espectral al ir variando el índice de refracción de la disolución de etilenglicol y los resultados de dicha evolución se muestran en la siguiente figura.

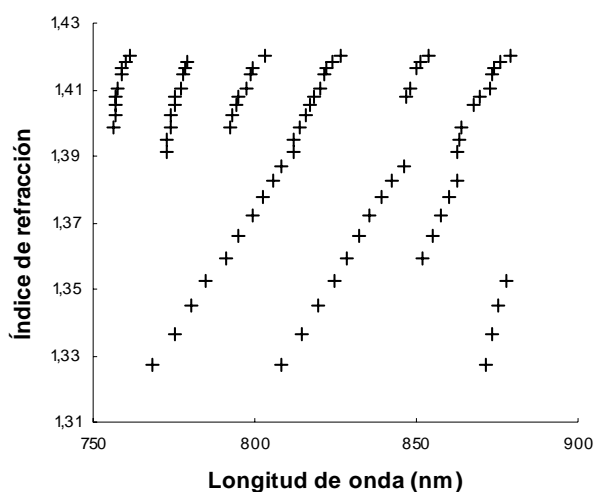


Figura 5.15: Posición de los mínimos de transmitancia en función del índice de refracción del medio exterior.

Se puede ver en esta figura que aparecen dos mínimos principales, que son los que presentan un rango dinámico más amplio, y varios mínimos secundarios. Las posiciones de los mínimos principales se pueden ajustar a una recta, comprobándose que las pendientes, y por tanto las sensibilidades, son prácticamente idénticas (0.0017 riu/nm para el mínimo de la izquierda y 0.0016 riu/nm para el de la derecha). Esto permite elegir cualquiera de ellos a nuestra conveniencia en función de la longitud de la fuente que se utilice para el análisis. La posibilidad de poder trabajar con diferentes mínimos sin perder sensibilidad permite extender el rango dinámico del método de medida. Se observa además que los plasmones aparecen en la misma región de índices de refracción en que aparecían cuando se trabajaba con fibras D, y esto es debido a la presencia de la capa dieléctrica ya que es un rango de índices que no se cubre en los dispositivos sin dicha capa.

Para ver el efecto que tiene en la respuesta del dispositivo el diámetro del cuello del *taper* se comparó la evolución del mínimo principal al ir variando el índice de refracción del medio exterior para sensores construidos con *tapers* de diferentes diámetros de cuello. En la figura 5.16 se muestra dicha comparación para *tapers* de diámetros entre 31 y 40 μm .

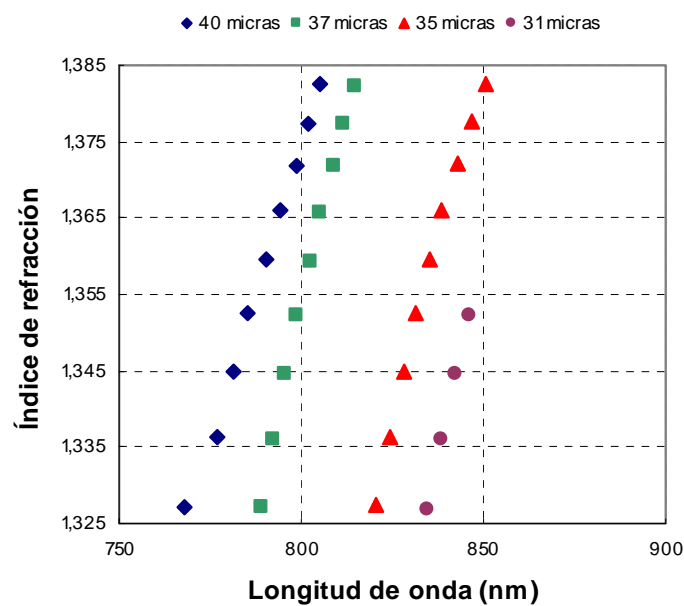


Figura 5.16: Desplazamiento de uno de los pozos de la curva de transmitancia espectral de los sensores con la variación del índice exterior para diferentes diámetros de cuello del *taper*: 40 μm (rombos), 37 μm (cuadrados), 35 μm (triángulos) y 31 μm (círculos).

Se puede observar que, para un valor dado del índice de refracción, la posición del mínimo se desplaza hacia longitudes de onda mayores a medida que disminuye el diámetro del

cuello. Además, la sensibilidad del sensor no mejora según el diámetro del cuello del *taper* puesto que la pendiente es aproximadamente la misma. En todos los casos la posición del mínimo varía de una forma prácticamente lineal pero cubre un rango dinámico diferente. Esto permite sintonizar el punto de funcionamiento del sensor manteniendo el tipo de depósito realizado sin más que variar el diámetro de cuello del *taper* utilizado. Por tanto, disponemos de otro parámetro más para sintonizar el punto de funcionamiento del sensor aparte de los mencionados previamente.

Para conocer qué región o regiones eran las responsables de la excitación de plasmones superficiales se fabricaron sensores en los que los depósitos se realizaron en una zona determinada del *taper*: bien únicamente en el cuello o bien únicamente en las regiones de transición. Se utilizaron siempre *tapers* de diámetro de cuello de 37 μm , y los resultados de sus respectivas caracterizaciones se pueden observar en las figuras 5.17a y 5.17b.

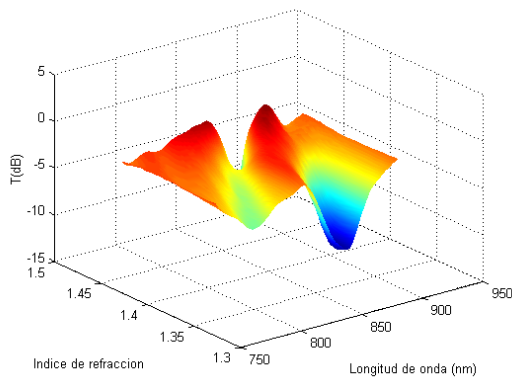


Figura 5.17a: Transmitancia espectral en función del índice de refracción externo para dispositivos con depósito en el cuello del *taper*.

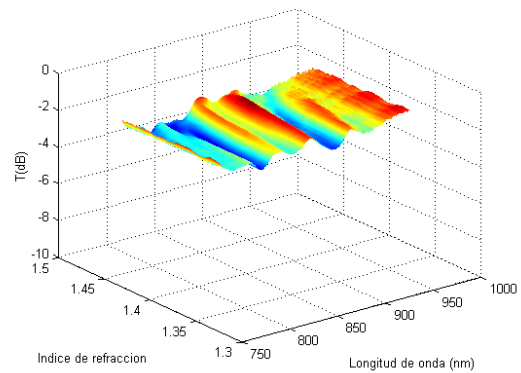


Figura 5.17b: Transmitancia espectral en función del índice de refracción externo para dispositivos con depósito en las regiones de transición del *taper*.

Se observa que los depósitos en las zonas de transición no producen la excitación de ningún plasmón superficial, y que es el cuello el responsable del comportamiento del sensor anteriormente descrito es decir, que es el campo guiado por el revestimiento en el cuello el responsable de la aparición de los diferentes plasmones excitados. En principio, en las zonas de transición podrían satisfacerse también las condiciones de excitación pero se observa que en las regiones de índice de refracción y longitudes de onda consideradas no aparece ningún pico de absorción en las curvas de transmitancia. En la figura 5.18 se

muestran las curvas de transmitancia para un índice de refracción de 1,3272 de los dos sensores para poder comparar mejor su aspecto.

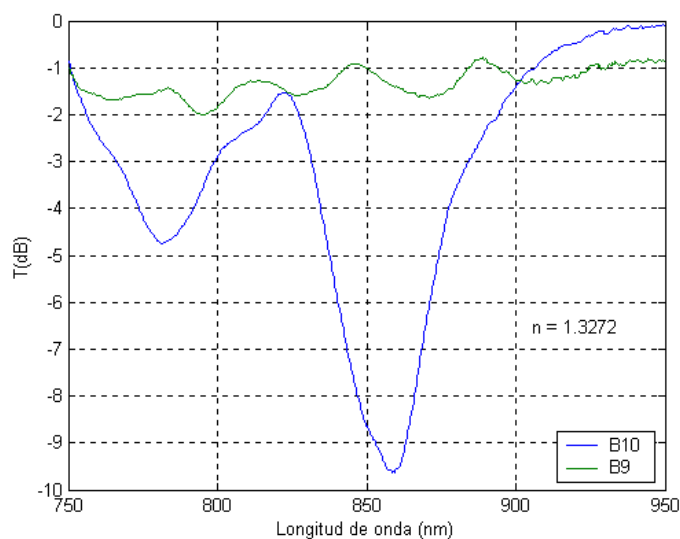


Figura 5.18: Curvas de transmitancia para los sensores depositados únicamente en el cuello (azul) o únicamente en las regiones de transición (verde).

Se observa en la figura que depositar en la transición provoca la aparición de mínimos secundarios muy poco definidos que dificultan el rastreo de los plasmones superficiales. Por eso, lo que resulta más conveniente es hacer los depósitos únicamente en el núcleo para que la detección de los mínimos correspondientes a la excitación de plasmones sea más fácil. A la vista de este resultado se puede considerar que la extensión longitudinal del depósito es un grado de libertad adicional en el diseño y fabricación de sensores, uno más que contribuye a la notable versatilidad de estos dispositivos.

5.5.2 Resultados con los sensores de la serie 2

El proyecto ROMA se encuentra en una fase muy temprana por lo que los resultados obtenidos con estos sensores son muy preliminares, pero se observan ciertas tendencias que hemos creído interesante mencionar.

Únicamente se ha realizado una caracterización espectral con esta segunda generación de sensores, y esta vez se ha usado una lámpara halógena en dicha caracterización para observar un rango más amplio de longitudes de onda. Dado que los sensores se han fabricado con una fibra diferente, se han probado sensores en los que se han depositado capas por uno o dos lados, con y sin control de la polarización, y tanto en

toda la longitud del *taper* como sólo en el cuello, para ver si se reproducen los resultados obtenidos a partir de la serie 1 y para ver qué ocurre cuando se depositan por dos caras. Todos los sensores han sido fabricados con los mismos parámetros: 35 μm de diámetro de cuello, $L_0 = 10$ mm y $\alpha = -0.2$. A continuación se mostrarán los resultados más relevantes obtenidos con estos sensores.

La primera diferencia que se observa es que tras la inmersión no se produce en este caso la disminución tan abrupta que se ponía de manifiesto en la figura 5.12 con los sensores de la serie 1. Se muestra un ejemplo de ello en la siguiente gráfica.

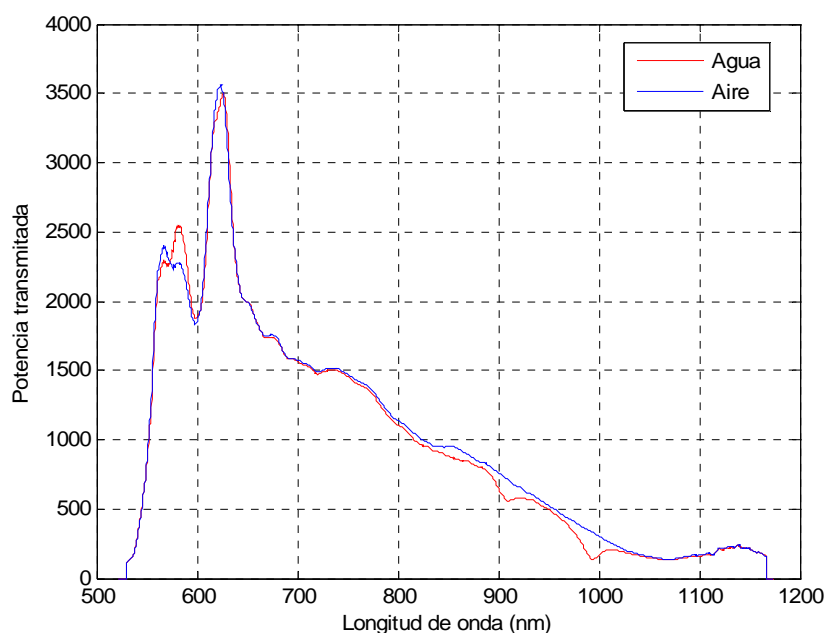


Figura 5.19: Respuesta de un sensor depositado por una cara únicamente en el cuello del *taper* tanto en aire como tras su inmersión en agua.

En este caso se obtiene una potencia transmitida muy similar tanto con el sensor en aire como al sumergirlo en el agua. Sin embargo, al igual que pasaba con los sensores de la serie 1, aparecen varios mínimos de absorción correspondientes a las excitaciones de los plasmones.

Se expondrán a continuación y en primer lugar los resultados obtenidos con los sensores fabricados a partir de *tapers* depositados por una sola cara en toda su longitud. En la figura 5.20 se observa el comportamiento típico que muestra una pareja de sensores nada más sumergirlos en agua cuando se ha controlado la polarización.

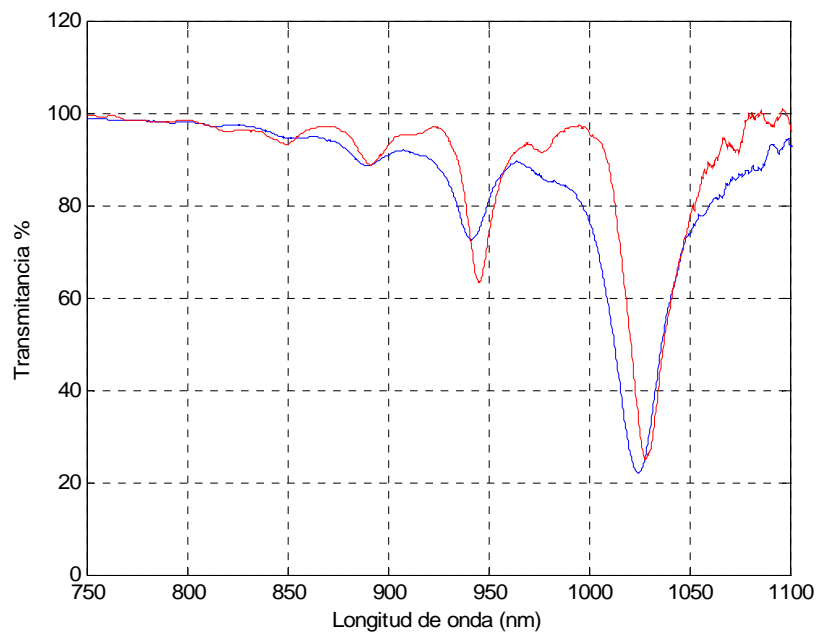


Figura 5.20: Comportamiento de los sensores depositados por una cara en toda la longitud del *taper* tras su inmersión en agua.

Se observa que al igual que ocurría con la serie 1, los espectros muestran varios mínimos que asociamos a diferentes plasmones superficiales. Estos mínimos aparecen para cada sensor en sitios ligeramente diferentes, aunque muy próximos, en parte debido a que el agua se encontraba a diferente temperatura en cada caso, y también, aunque los parámetros de construcción fueran los mismos, a que puede haber ligeras diferencias en los *tapers*. La separación entre mínimos es prácticamente la misma en las dos curvas, por lo que la respuesta es muy repetible con los diferentes sensores.

Para comprobar el efecto del control de la polarización, se vuelve a sumergir en agua uno de los sensores anteriores, pero esta vez no se controla la polarización. La curva obtenida se compara la que se obtuvo inicialmente, y los resultados de dicha comparación se muestran en la gráfica siguiente.

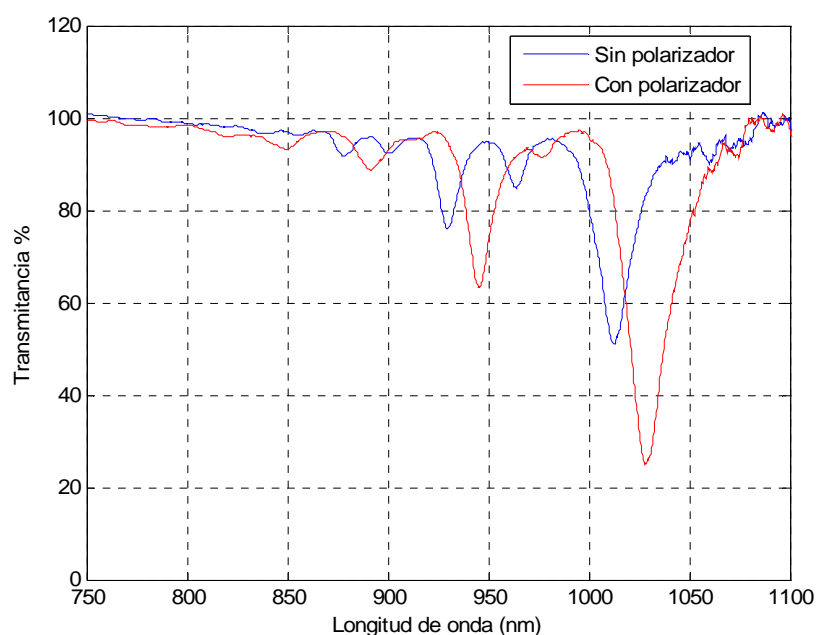


Figura 5.21: Comportamiento de los sensores depositados por una cara en toda la longitud del *taper* tras su inmersión en agua, con y sin controlar la polarización.

Analizando esta figura se puede ver que la disminución de la transmitancia en el caso de no controlar la polarización es menor que cuando se controla. Esto se traduce en que hay un menor contraste entre la zona del mínimo y la zona de máxima transmitancia y que mínimos secundarios pasan a tener un tamaño considerable lo que podría interferir en el rastreo de la posición de los mínimos principales. Este resultado se obtiene también con los sensores depositados sólo en el cuello y en los depositados por las dos caras y es un resultado completamente análogo al que ocurría con los sensores de la serie 1. Como en ese caso, concluimos que aunque se podría utilizar sin el control de la polarización porque aún se distinguen los mínimos, es mejor controlar la polarización si se quiere obtener un contraste óptimo que garantice un rastreo de los mínimos fiable. Por eso a partir de ahora todas las gráficas corresponderán a las caracterizaciones con control de la polarización.

Otra cosa que se observa en la figura 5.21 es que al sacar el sensor del agua, y volverlo a sumergir los mínimos aparecen algo desplazados hacia la derecha con respecto a la posición que tomó la primera vez que se sumergió en el agua. Es un comportamiento interesante puesto que no era esperable. Pensamos en que las capas podían no haberse adherido bien a esta fibra y que disminuía el espesor del dieléctrico pero un desplazamiento en ese sentido implicaría una mayor cantidad de dieléctrico y no al revés, por lo que no es posible. También se obtendría un desplazamiento en ese sentido si aumentase el índice de

refracción del dieléctrico. Quizás durante la fabricación o manipulación se pudo adsorber algo en la superficie que tras las inmersiones se va quitando, o puede que en la multicapa se generen fisuras que faciliten la permanencia de agua en la estructura. Otra posibilidad es que se produzcan cambios en el plano de polarización en el proceso de sacar y volver a introducir el sensor en el agua. Puede que las pinzas en que se coloca el *taper* para los ensayos permitan dicho cambio en el plano de polarización, cosa que no pasaba con los portamuestras en los que se colocaban los *tapers* de la serie 1. Es preciso seguir trabajando en esta cuestión para decidimos por una de estas hipótesis o encontrar alguna otra causa.

La respuesta de estos sensores a la caracterización respecto al cambio en el índice de refracción del medio exterior se puede ver en la figura 5.22 en la que se muestra el espectro del sensor en agua y tras sustituir en la disolución 5 ml de agua por 5 ml de etilenglicol.

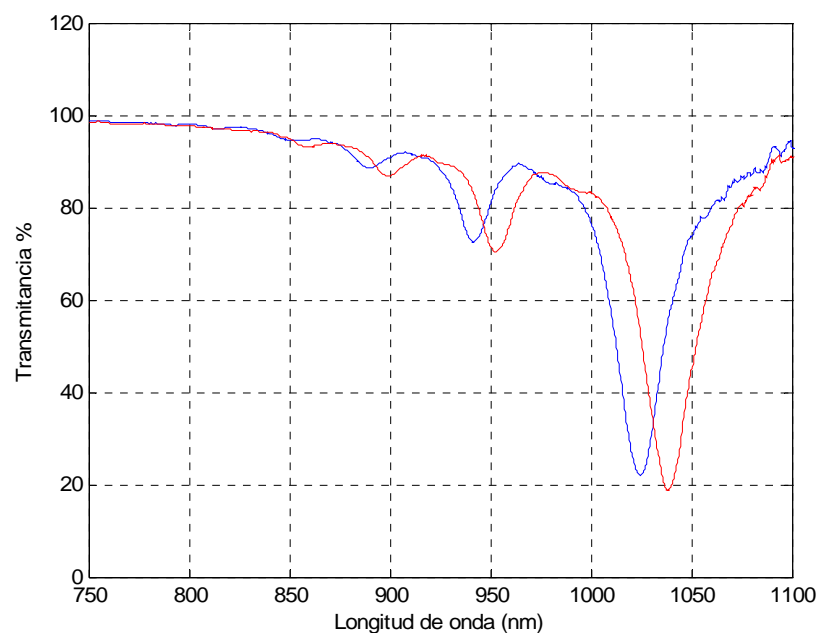


Figura 5.22: Caracterización de un sensor depositado por una cara en toda la longitud del *taper* respecto a variaciones en el índice de refracción del medio exterior.

Los incrementos de etilenglicol que se añaden en la disolución son menores que en las caracterizaciones de los sensores de la serie 1 porque como se observa en la gráfica las variaciones son mayores en la serie 2. Al igual que ocurría con la serie 1, al aumentar el índice de refracción del medio exterior los mínimos se desplazan longitudes de onda más altas. La diferencia es que el desplazamiento sufrido por los mínimos para estos sensores es un orden de magnitud mayor que para los sensores de la serie 1. Si ese desplazamiento tan

grande de los mínimos en los sensores de la serie 2 es así para todos ellos, significaría que la sensibilidad de estos sensores ha aumentado significativamente respecto a la que mostraban los sensores de la serie 1. Veremos más adelante qué ocurre con los sensores depositados por una cara únicamente en el cuello del *taper*, o por las dos caras en toda su longitud.

Se ha comprobado que el comportamiento anómalo mencionado anteriormente que se hace patente como un desplazamiento del espectro del sensor, se pone de manifiesto siempre que se saca del agua el sensor tras una inmersión. Si durante la inmersión se realiza una caracterización del comportamiento con un aumento de la cantidad de etilenglicol y posteriormente se pasa a disminuir la concentración de éste añadiendo más cantidad de agua, el espectro se acerca muchísimo al que se obtuvo inicialmente al introducirlo en el agua (hemos llegado a acercarlos hasta 2 nm de uno a otro) cuya diferencia se puede achacar a la pequeña concentración del etilenglicol que aún quede en la disolución o en la fibra y que hace que su índice sea diferente al del agua limpia. Sin embargo, en el momento que se saca el sensor, se limpia para eliminar los restos de etilenglicol y se vuelve a sumergir, el espectro se ha desplazado con respecto a la posición de la inmersión anterior.

Se quiere comprobar también si de nuevo es la región del núcleo la responsable de que se exciten plasmones y para ello se comparan los comportamientos de dos sensores depositados por una cara, uno de ellos en toda la longitud del *taper* y el otro únicamente en el cuello, al introducirlos en agua. Se muestran los resultados en la figura siguiente.

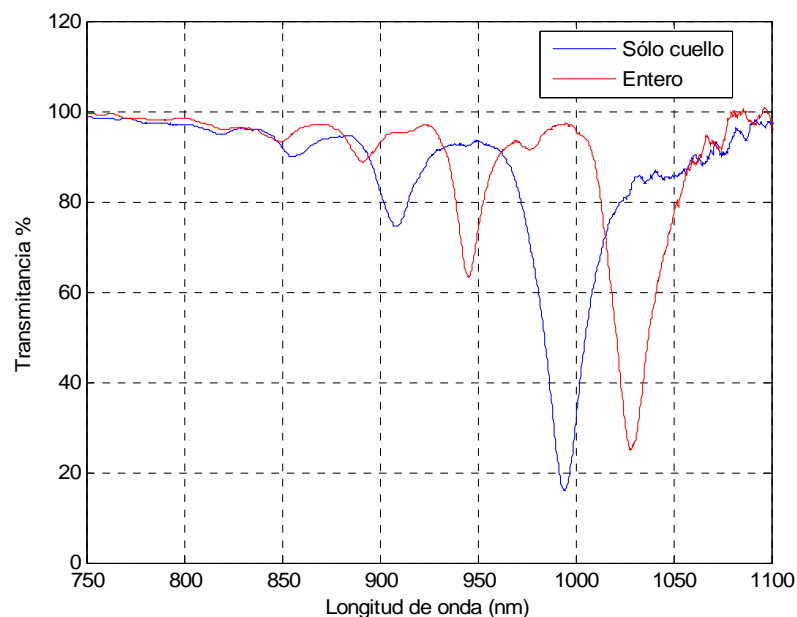


Figura 5.23: Respuestas en agua de un sensor depositado por una cara únicamente en el cuello y de otro depositado por una cara en toda la longitud del *taper*.

Se puede comprobar como al depositar únicamente en el cuello la transmitancia disminuye de forma más acusada, obteniéndose un mayor contraste en los mínimos. Se observa además la aparición de mínimos secundarios en el espectro cuando se deposita todo el *taper*. Por lo tanto, al igual que ocurría con la serie 1, la situación es más favorable en el caso de depositar únicamente en el cuello ya que el contraste es mayor y los mínimos no están afectados por la existencia de otros secundarios, por lo que es más sencilla su determinación precisa.

Para comprobar si la alta sensibilidad se mantiene en el caso de sensores depositados únicamente en el cuello del *taper* se ha realizado su caracterización respecto a variaciones del índice exterior. Los resultados se observan en la figura 5.26, en la que se observa el desplazamiento del espectro al sustituir 5 ml de agua por otros 5 ml de etilenglicol.

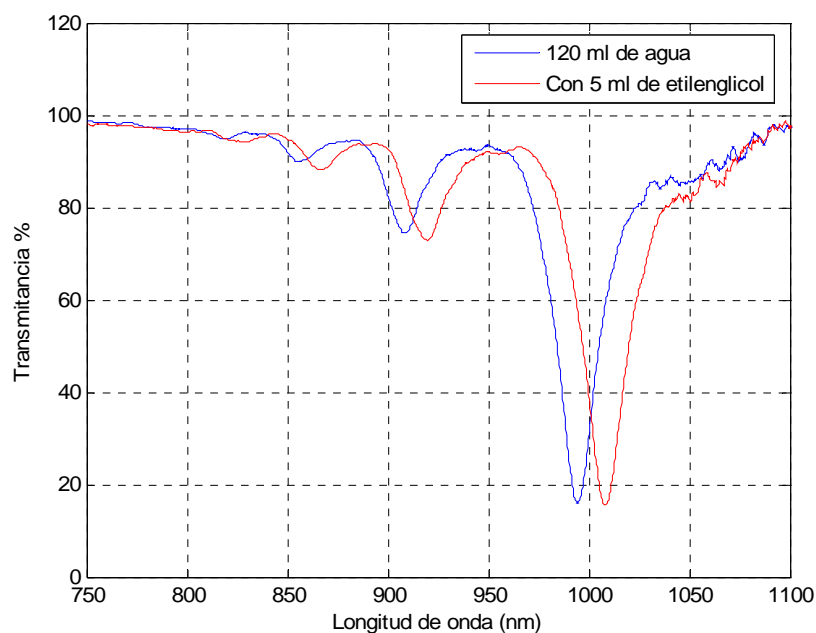


Figura 5.24: Caracterización de un sensor depositado por una cara en el cuello del *taper* respecto a variaciones en el índice de refracción del medio exterior.

Comparando esta figura con la 5.22 se puede observar que efectivamente el desplazamiento sufrido por el espectro en este caso es similar al sufrido por el de un sensor depositado en toda la longitud del *taper* y un orden de magnitud más grande que para los sensores de la serie 1: para este sensor la variación en la posición es de 3,17 nm para una variación de 0,001 en el índice de refracción, y para el sensor de la serie 1 que aparece en la figura 5.16 la variación de la posición del mínimo cuando el índice exterior cambia 0,001 riu es de 0,66

nm. Se observa un poco más de contraste en los mínimos que es ese caso debido, como acabamos de decir, al tipo de recubrimiento que se ha realizado en ellos.

Se rastrearon asimismo para este sensor los tres mínimos más marcados en función las variaciones del índice exterior. Los resultados obtenidos se muestran en la siguiente figura. Se han representado dos series de medidas: una serie en la que se incrementa el índice de refracción (marcadores sólidos) y una en la que se disminuye el índice de refracción (marcadores huecos).

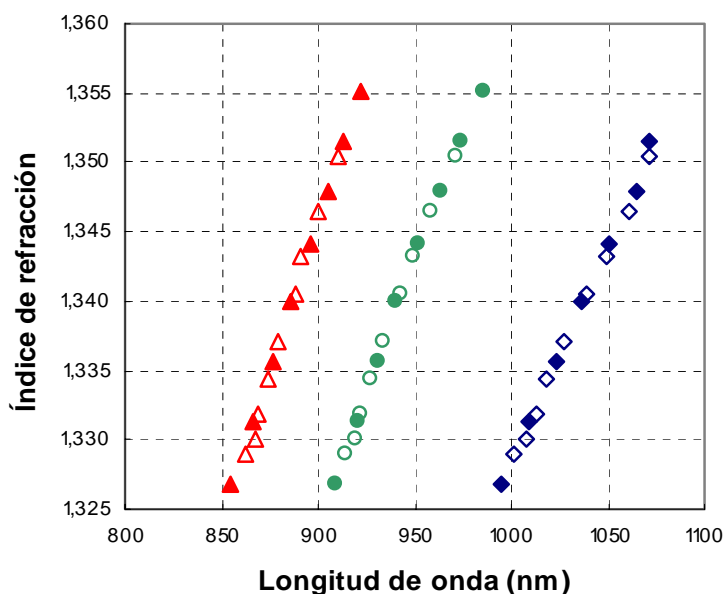


Figura 5.25: Desplazamiento de los distintos mínimos de la curva de transmitancia espectral con la variación del índice exterior.

Se observa de nuevo que las variaciones en la posición de los mínimos principales pueden ajustarse a una recta y que presentan un rango dinámico amplio. Las sensibilidades del mínimo más acusado en el espectro (0,0003 riu/nm) es algo menor que las sensibilidades de los otros dos mínimos que son más similares entre sí (0,0004 riu/nm). De nuevo podemos trabajar con cualquiera de ellos en función de la longitud de onda de la fuente. Se comprueba también que las series descendentes están prácticamente encima de las ascendentes por lo que no aparece histéresis.

Para finalizar, mostramos los resultados obtenidos con el sensor depositado por las dos caras en toda la longitud del cuello. El problema de depositarlo de la manera que lo hemos hecho es que no se sabe muy bien el perfil que resulta finalmente porque si no se

deposita media circunferencia cada vez que se realiza el depósito por una cara tendremos dos zonas con dos capas depositadas no uniformemente separadas por otras dos sin depósito alguno, pero si por el contrario el depósito alcanza la mitad de la circunferencia, tendremos dos zonas con dos capas depositadas no uniformemente separadas por otras dos con cuatro capas depositadas (metal + dieléctrico + metal + dieléctrico). El resultado es incierto pero en cualquier caso, como paso previo a realizar el depósito con el mecanismo de rotación que nos permita realizar depósitos lo más homogéneos posible, resulta interesante ver cuál sería el efecto para ver si se puede extraer alguna conclusión. Comparamos la respuesta en agua de este sensor con la que obtuvimos con el sensor depositado por una cara en toda la longitud del *taper*, y los resultados se muestran en la figura siguiente.

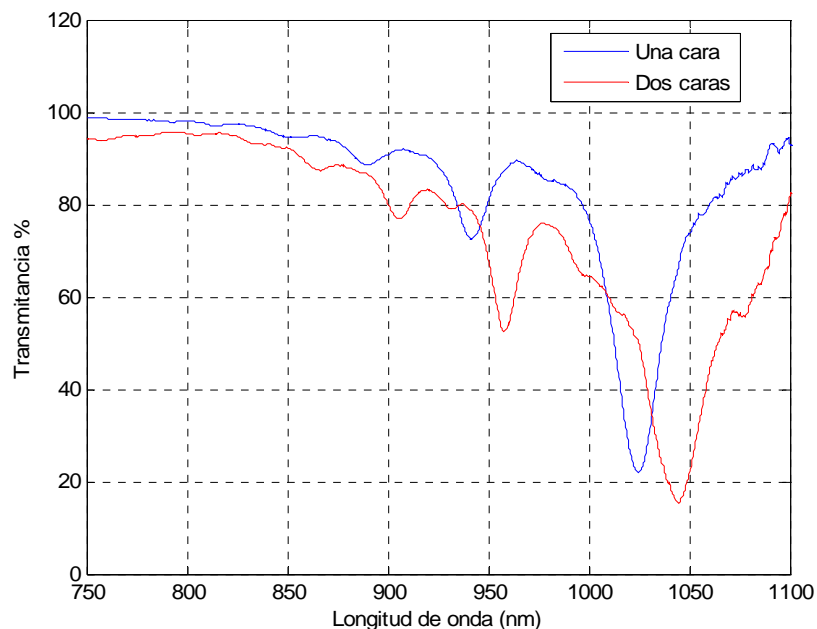


Figura 5.26: Comparativa de las respuestas en agua de un sensor depositado por una cara únicamente en el cuello y de otro depositado por una cara en toda la longitud del *taper*.

Se puede comprobar que incluso en este caso se distinguen los diferentes mínimos. Aunque la transmitancia ha disminuido mucho también en este caso, el problema es que el mínimo principal se ha ensanchado considerablemente y el contraste entre el máximo y el mínimo es peor, debido seguramente a las zonas en que no se sabe muy bien cómo es el depósito. En este caso además resulta imprescindible realizar un control de la polarización porque en caso contrario sólo se distinguen dos mínimos y con un contraste muy malo, como se

observa en la figura 5.27. Este hecho resulta paradójico puesto que uno tiende a pensar que al depositar por las dos caras se está más cerca del caso en que el recubrimiento sea homogéneo (sistema independiente de la polarización), y sin embargo los resultados sugieren que eso no es así puesto que es muy importante el control de ésta. Quizá de esta manera se esté privilegiando aún más una dirección de la luz que viaja por la fibra y no las otras, lo que se traduce en una asimetría mayor que en el caso del depósito por una cara. De nuevo esto es algo en lo que hay que seguir trabajando para encontrar la causa de este comportamiento.

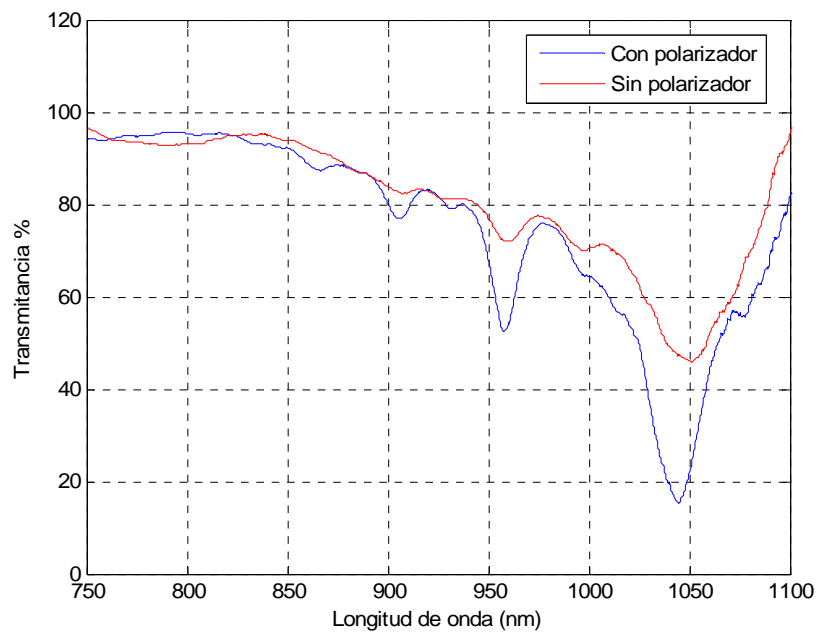


Figura 5.27: Comportamiento del sensor depositado por dos caras en toda la longitud del *taper* tras su inmersión en agua, con y sin controlar la polarización.

Confirmaremos si en este caso la sensibilidad sigue siendo tan alta como para los sensores con depósitos por una cara. Para ello lo caracterizamos con etilenglicol, y lo que se obtiene se puede en la siguiente figura.

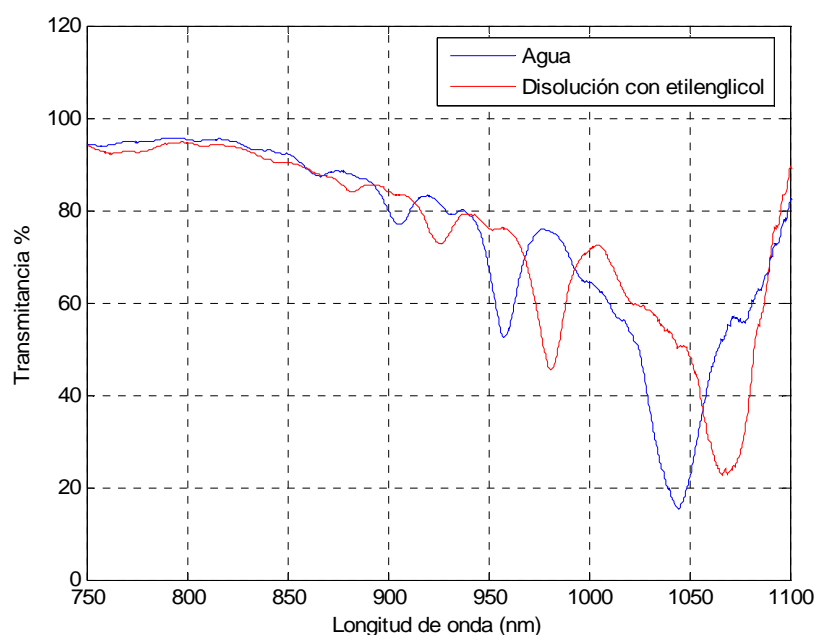


Figura 5.28: Comportamiento del sensor depositado por dos caras en toda la longitud del *taper* respecto de la variación del índice exterior.

De nuevo se observa un desplazamiento del mismo orden que en los dos casos anteriores para sensores con depósito por una cara. Esto pone de manifiesto que la sensibilidad del sensor es siempre la misma independientemente del tipo de depósito que se haya realizado, lo cual es una ventaja porque permite obtener sensores con la mejor sensibilidad posible fabricándolos de la manera en que resulte más sencillo.

La sensibilidad que han mostrado todos los sensores de esta segunda generación es mayor que la obtenida por los de la primera ya que el desplazamiento del espectro como se ha visto es un orden de magnitud mayor. La única diferencia entre ellos es el tipo de fibra con la que se fabricaron los sensores: fibra tipo W en la serie 1 y de salto de índice en la serie 2. En una fibra de salto de índice, al desaparecer el núcleo e ir la luz guiada por el revestimiento el campo evanescente está muy accesible. Con la fibra tipo W originalmente el campo va más concentrado en el núcleo de la fibra y el campo evanescente no está tan accesible pero no sabemos lo que ocurre en el proceso de estrechado.

5.6 Conclusiones

Se han estudiado este tipo de dispositivos basados en fibras ópticas estrechadas con doble depósito asimétrico metal-dieléctrico, novedosos hasta la fecha, que son muy

interesantes tanto desde un punto de vista teórico como práctico. Se ha comprobado con éxito que constituyen una buena alternativa como sensores ópticos de índice de refracción de líquidos, y por tanto de cualquier magnitud cuya variación afecte al valor del índice de refracción.

- Los resultados experimentales muestran la aparición de resonancia de plasmones superficiales en el metal, producidos por el acoplamiento con el campo evanescente del campo guiado en la región estrechada para determinadas combinaciones de parámetros: índice de refracción del medio exterior, longitud de onda, diámetro del cuello del *taper* y espesor de las capas depositadas. Se ha mostrado su aparición tanto cuando se mide la potencia transmitida como en las curvas espectrales, aunque se ven con más claridad espectralmente.
- Se ha añadido una segunda capa dieléctrica que selecciona el punto de operación del sensor, lo cual no se ha mencionado para *tapers* en la literatura hasta la fecha.
- Se confirma que la fenomenología de la resonancia de plasmones en sensores fabricados con *tapers* de cuello uniforme con doble depósito asimétrico metal-dieléctrico es más rica que para los fabricados con fibras tipo D.
- Los plasmones son excitados en condiciones similares a las que se necesitaban con las fibras D, por lo que constituyen una buena alternativa a aquellas. Sin embargo, los dos sistemas no son completamente equivalentes, y las diferencias juegan a favor de los dispositivos fabricados con fibras *tapered*.
- El desplazamiento de los mínimos asociados a los plasmones es lineal con el índice de refracción. Este desplazamiento es un buen parámetro para medidas refractométricas ya que es posible ajustar el comportamiento del sensor a una recta para los mínimos principales y trabajar con el que más convenga en función del rango dinámico que muestre o de la longitud de onda de trabajo.
- La no existencia de una orientación privilegiada en las capas implica que la dependencia del comportamiento de los sensores con la polarización disminuye, aunque no desaparece del todo puesto que se trata de dispositivos asimétricos. Los sensores han demostrado que pueden trabajar con y sin control de la polarización, lo cual supone una ventaja puesto que simplifica el montaje necesario, ganando así en compacidad.

- Se ha estudiado la influencia del diámetro del cuello de los *tapers* usados para la fabricación del sensor y la variación de la posición de los mínimos que se produce representa un parámetro más para seleccionar el punto de funcionamiento del sensor, lo que los convierte en dispositivos muy versátiles.
- La excitación de los plasmones se produce en la zona del cuello del *taper*. Es la primera vez que nosotros sepamos que se ha estudiado la dependencia de la excitación con la extensión longitudinal y deberá estudiarse en más detalle en el futuro.
- Se ha comprobado igualmente que la fibra con que se ha fabricado el *taper* es un factor decisivo en el comportamiento del sensor. Se ha demostrado que se pueden conseguir desplazamientos del espectro con respecto a variaciones del índice de refracción exterior un orden de magnitud mayores con una fibra de salto de índice en vez de una fibra W. Esto se traduce en que se dispone así de una segunda generación de sensores con el mismo comportamiento respecto a los demás factores tenidos en cuenta (polarización, depósitos parciales, etc) pero con la ventaja añadida de una sensibilidad mucho mayor.

Se concluye pues que son dispositivos muy interesantes desde el punto de vista teórico pero que además tienen grandes cualidades para su uso como sensores puesto que son simples, fáciles de producir y muy versátiles ya que presentan multitud de parámetros que permiten seleccionar el rango de operación a conveniencia. Asimismo, la posibilidad de utilizar un LED como fuente de luz y un montaje sencillo y compacto es una característica muy positiva.

En el futuro se intentarán caracterizar sensores fabricados con depósitos simétricos, homogéneos en la sección transversal del *taper*, y actualmente se está trabajando en una teoría que permite predecir la posición en la que aparecen los mínimos provocados por la excitación de plasmones superficiales.

Referencias

- [1] O. Esteban, “Desarrollo y caracterización de sensores de fibra óptica para control medioambiental”, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 2001.
- [2] F.J. Bueno, O. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, A. González-Cano, “Sensing properties of asymmetric double-layer-covered *tapered* fibers”, *Applied Optics* **43**(8), 1615-1620 (2004).
- [3] A. González-Cano, F.J. Bueno, O. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, “Multiple surface-plasmon resonance in uniform-waist *tapered* optical fibers with an asymmetric double-layer deposition”, *Applied Optics* **44**(4), 519-526 (2005).
- [4] F. Villuendas, “Excitación y detección en IR próximo de plasmones superficiales en una intercara metal-dieléctrico. Aplicación en un sensor de fibra óptica”, Tesis Doctoral, Universidad de Zaragoza. 1990.
- [5] F. Bardin, “Capteur a fibre optique a gradient d’indice inverse base sur la resonance plasmon de surface: applications a la detection d’especies chimiques”, Tesis Doctoral, L’Universite Jean Monnet de Saint-Etienne. 2001.
- [6] “Handbook of optical fibre sensing technology”, edited by J.M. López-Higuera, ISBN 0 471 82053 9 ©2002 John Wiley & Sons LTD.
- [7] J. Homola, S. Yee, G. Gauglitz, “Surface plasmon resonance sensors: review”, *Sensors and Actuators B* **54**(1-2), 3-15 (1999).
- [8] E. Kretschmann, H. Raether, “Radiative decay of non radiative surface plasmons excited by light”, *Zeitschrift fur Naturforschung* **23A**(12), 2135-2136 (1968).
- [9] A. Otto, “Excitation of nonradiative surface plasma waves in silver by the method of frustrated total reflection”, *Zeitschrift fur Physik* **216**(4), 398-410 (1968).
- [10] S.R. Karlsen, K.S. Johnston, S.S. Yee, C.C. Jung, “First-order surface plasmon resonance sensor system based on a planar light pipe”, *Sensors and Actuators B* **32**(2), 137-141 (1996).
- [11] J. Meléndez, R. Carr, D. Bartholomew, H. Taneja, S. Yee, C. Jung, C. Furlong, “Development of a surface plasmon resonance for commercial applications”, *Sensors and Actuators B* **39**(1-3), 375-379 (1997).

- [12] R.C. Jorgenson, S.S. Yee, "A fiber-optic chemical sensor based on surface plasmon resonance", *Sensors and Actuators B* **12**(3), 213-220 (1993).
- [13] R.C. Jorgenson, S.S. Yee, "Control of the dynamic range and sensitivity of a surface plasmon resonance based fiber optic sensor", *Sensors and Actuators A* **43**(1-3), 44-48 (1994).
- [14] R. Slavík, J. Homola, J. Ctyroky, "Optical Fiber Surface Plasmon Resonance Sensor for an Aqueous Environment", *12th International Conference on Optical Fiber Sensors. Technical Digest. Postconference Edition*, 436-439 (1997).
- [15] R. Alonso, J. Subias, J. Pelayo, F. Villuendas, J. Tornos, "Single-mode, optical-fiber sensors and tunable wavelength filters based on the resonant excitation of metal-clad modes", *Applied Optics* **33**(22), 5197-5201 (1994).
- [16] J. Homola, "Optical fiber sensor based on surface plasmon excitation", *Sensors and Actuators B* **29**(1-3), 401-405 (1995).
- [17] J. Homola, R. Slavík, "Fibre-optic sensor based on surface plasmon resonance", *Electronics Letters* **32**(5), 480-482 (1996).
- [18] A.J.C. Tubb, F.P. Payne, R.B. Millington, C.R. Lowe, "Single-mode optical fibre plasma wave chemical sensor", *Sensors and Actuators B* **41**(1-3), 71-79 (1997).
- [19] A. Díez, M.V. Andrés, J.L. Cruz, "In-line fiber-optic sensors based on the excitation of surface plasma modes in metal-coated tapered fibers", *Sensors and Actuators B* **73**(2-3), 95-99 (2001).
- [20] P.V. Lambeck, "Integrated opto-chemical sensor", *Sensors and Actuators B* **8**(1), 103-116 (1992).
- [21] M.N. Weiss, R. Srivastava, H. Groger, "Experimental investigation of a surface plasmon-based integrated-optic humidity sensor", *Electronic Letters* **9**(32), 842-843 (1996).
- [22] J. Dostálek, J. Ctyroky, J. Homola, E. Brynda, M. Skalsky, P. Někviňová, J. Spirková, J. Skvor, J. Schröfel, "Surface plasmon resonance biosensor based on integrated optical waveguide", *Sensors and Actuators B* **76**(1-3), 8-12 (2001).
- [23] I. Pockrand, "Surface plasma oscillations at silver surfaces with thin transparent and absorbing coatings", *Surface Science* **72**(3), 577-588 (1978).
- [24] I. Pockrand, J.D. Swalen, J.G. Gordon II, M.R. Philpott, "Surface plasmon spectroscopy of organic monolayer assemblies", *Surface Science* **74**(1), 237-244 (1978).

- [25] C. Nylander, B. Liedberg, T. Lind, “Gas detection by means of surface plasmon resonance”, *Sensors and Actuators* **3**(1), 79-88 (1982).
- [26] B. Chadwick, M. Gal, “A hydrogen sensor based on the optical generation of surface plasmons in a palladium alloy”, *Sensors and Actuators B* **17**(3), 215-220 (1994).
- [27] J. Villatoro, A. Díez, J.L. Cruz, M.V. Andrés, “In-line highly sensitive hydrogen sensor based on palladium-coated single-mode tapered fibers”, *IEEE Sensors Journal* **3**(4), 533-537 (2003).
- [28] D.M. Wilson, S. Hoyt, J. Janata, K. Booksh, L. Obando, “Chemical Sensors for Portable, Handheld Field Instruments”, *IEEE Sensors Journal* **1**(4), 256-274 (2001).
- [29] S. Löfas, M. Malmqvist, I. Rönnerberg, E. Stenberg, “Bioanalysis with surface plasmon resonance”, *Sensors and Actuators* **5**(1-4), 79-84 (1991).
- [30] R.J. Green, R.A. Frazier, K.M. Shakesheff, M.C. Davies, C.J. Roberts, S.J.B. Tendler, “Surface plasmon resonance analysis of dynamic biological interactions with biomaterials”, *Biomaterials* **21**(18), 1823-1835 (2000).
- [31] H. Morgan, D.M. Taylor, “A surface plasmon resonance immunosensor based on the streptavidin-biotin complex”, *Biosensors & Bioelectronics* **7**(6), 405-410 (1992).
- [32] O. Esteban, M.C. Navarrete, A. González-Cano, E. Brenabeu, “Simple model of compound waveguide structures used as fiber-optic sensors”, *Optical Lasers Engineering* **33**(3), 219-233 (2000).
- [33] N.G. Walker, G.R. Walker, “Polarization Control for Coherent Communications”, *Journal of Lightwave Technology* **8**(3), 438-458 (1990).
- [34] X. Quan, E.S. Fry, “Empirical equation for the index of refraction of seawater”, *Applied Optics* **34**(18), 3477- 3480 (1995).
- [35] P.D. Huibers, “Models for the wavelength dependence of index of refraction of water”, *Applied Optics* **36**(16), 3785-3787 (1997).
- [36] F.J. Bueno, “Viabilidad experimental de sensores basados en fibras ópticas estrechadas”, Proyecto Fin de Carrera para la obtención del título de Ingeniero electrónico, Universidad Complutense de Madrid. 2003.

CAPÍTULO 6

CAMPAÑAS DE MEDIDAS DE CAMPO PARA LA MEDIDA DE LA SALINIDAD.

Tal y como se mencionó en el capítulo de introducción, el equipo de investigación de sensores de fibra óptica desarrolló en el pasado, dentro de los proyectos europeos SOFIE¹ y MISPEC², un sensor de salinidad basado en la resonancia de plasmones superficiales en fibras tipo D recubiertas con una doble capa de aluminio y dióxido de titanio. Recientemente se han desarrollado una serie de campañas de medidas *in-situ* en barcos oceanográficos con la plataforma de medida MISPEC a la que el sensor de salinidad está incorporado. Así mismo, se ha procedido a una calibración del dispositivo en las instalaciones de IFREMER (Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la Mer) en Plouzane (Francia). Las medidas *in-situ* se llevaron a cabo a bordo del buque oceanográfico polaco Oceania durante dos semanas en el Mar Báltico (bahía de Gdansk, Polonia) en mayo de 2003, y en el Bósforo y Mar de Mármara (Estambul, Turquía) durante otras dos semanas en enero de 2004.

Aunque la base del sensor desarrollado en el proyecto SOFIE no son las fibras ópticas estrechadas, eje central del trabajo recogido en esta memoria, mi participación en las campañas de medidas en campo hace que la exposición de los resultados obtenidos en dichas campañas sea de gran interés en tanto en cuanto representan la validación de estos sensores de salinidad, punto de partida de los basados en fibras *tapered* que se describieron en el capítulo anterior. Sin embargo, la trascendencia de estas medidas va más allá, y es que es la primera vez que se ha demostrado el funcionamiento de un sensor óptico de este tipo en condiciones reales.

¹ SOFIE (Spectroscopy using Optical Fibres in the marine Environmental), referencia MAS3-CT97-0157, 1997-2000. Más detalles en el capítulo 6.

² MISPEC (Multiparametric in-situ spectroscopic measuring system for coastal monitoring), referencia EVK3-CT2000-00045, 2001-2004. Más detalles en el capítulo 6.

6.1 Antecedentes

Para una completa comprensión de los resultados obtenidos en estas campañas de medidas, se describirán a continuación los sistemas de medida desarrollados en el proyecto SOFIE y su utilización dentro del proyecto MISPEC.

Asimismo, para clarificar ideas y evitar confusiones acerca de las campañas descritas en lo que queda de capítulo, se muestra en la figura siguiente la cronología de las acciones llevadas a cabo.

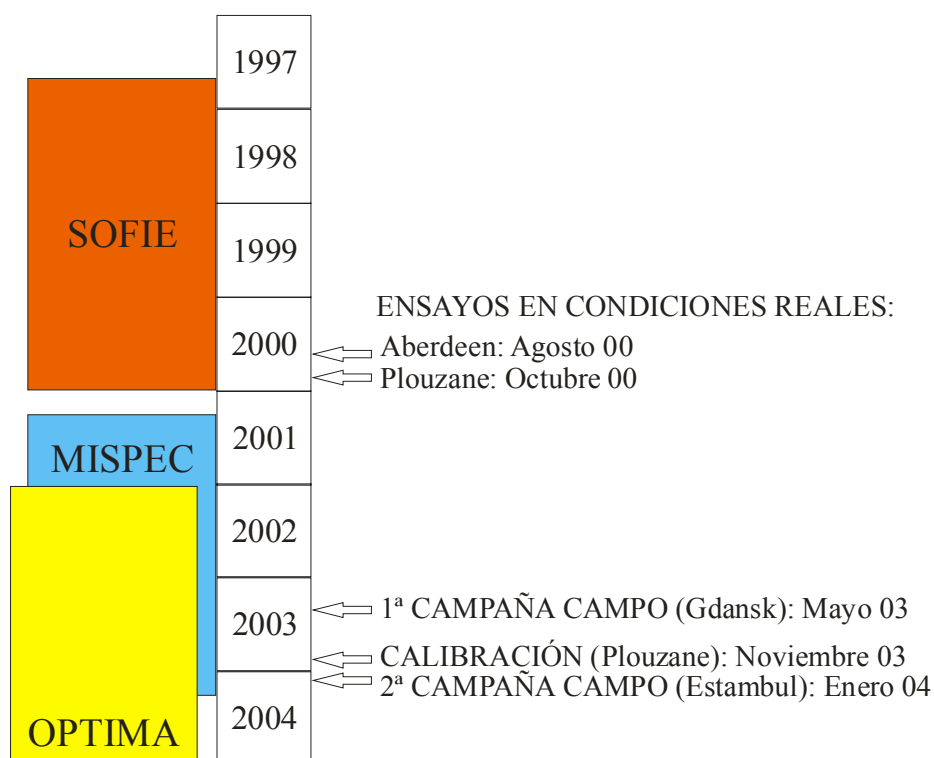


Figura 6.1: Cronología de las campañas llevadas a cabo.

6.1.1 Proyecto *SOFIE*

Ya se ha hablado ampliamente en la introducción de la necesidad de estudiar y conservar el medio ambiente debido especialmente al impacto que provocan las actividades humanas. En particular, la contaminación de las zonas costeras es un problema que va en aumento. Es un objetivo esencial, por tanto, para prevenir la contaminación y disponer así de agua marina de buena calidad, poseer la capacidad de detección de forma rápida y eficaz de las sustancias contaminantes presentes en ella. La manera tradicional de control de la calidad del agua es especialmente desaconsejable por la posible degeneración de las muestras, y sería muy interesante poder disponer de una instrumentación robusta y

compacta que permitiera la monitorización *in-situ* y en tiempo real de los parámetros físico-químicos de interés en un laboratorio a bordo de un barco.

El proyecto europeo SOFIE se concibió para conseguir la monitorización deseada de las aguas, aprovechando las ventajas que estos métodos ópticos proporcionan. Los grupos participantes en este proyecto fueron los siguientes: TUB-OI (Instituto de Óptica, Universidad Técnica de Berlín, Alemania) y TUB-MAT (Grupo de Tecnología Marítima, Universidad Técnica de Berlín, Alemania), IFREMER (Instituto de Investigación Francés para la Explotación del Mar, Francia), VUT (Universidad Técnica de Viena, Austria), DCU (Universidad de la Ciudad de Dublín, Irlanda), UCM (Universidad Complutense de Madrid, España); junto con las empresas: HYDROVISION (Escocia), DILOR (Francia). El objetivo final del proyecto SOFIE era el diseño, construcción y evaluación de un sistema modular autónomo para la medida de contaminantes y salinidad en el agua marina por métodos ópticos.

El sistema desarrollado en SOFIE consistía en una unidad central a la que se conectaban mediante fibra óptica las diferentes cabezas sensoras denominadas Optodos. Cada optodo se diseñó específicamente para medir un analito en particular. El grupo de investigación de la UCM se centró en el desarrollo del sensor de salinidad.

En la siguiente tabla se muestra una relación de los diferentes optodos del sistema de SOFIE y sus especificaciones:

PRINCIPIO DE MEDIDA	RANGO ESPECTRAL	ANALITO	DETECTOR
SERS (Espectroscopia Raman Superficial)	800-910 nm	Hidrocarburos aromáticos	Espectrómetro axial
Luminiscencia	420-600 nm	Oxígeno molecular disuelto	Espectrómetro axial
Refractometría	807-830 nm	Salinidad	Espectrómetro axial
Absorción IR	2-20 μm	Hidrocarburos clorados	Espectrómetro FT-IR

Tabla 6.1: Resumen de las características de los diferentes optodos.

El núcleo de la unidad central es un espectrómetro axial de reducido tamaño con una CCD de alta sensibilidad enfriada termoeléctricamente que se encuentran en el interior

de un cilindro de 1 m de longitud y 0.25 m de diámetro interno, junto con dos diodos láser (para los optodos que miden hidrocarburos aromáticos y oxígeno disuelto) y un LED (para el optodo de salinidad). Dado que los datos de todos los optodos se recogen con un mismo espectrómetro, éste tiene que garantizar el cumplimiento de los requisitos de todos ellos en cuanto a rango espectral, sensibilidad, intensidad de la señal y método de adquisición de la medida. Eso se logró mediante el uso de un GRISM (grating + prism o red + prisma) o prisma de Carpenter como elemento dispersor [1,2,3], que se obtiene al imprimir una red de transmisión en la cara de un prisma recto. De esta forma, aprovechando los dos primeros órdenes de difracción, se cubren dos rangos espectrales simultáneamente: de 800-940 nm para las medidas de IR próximo y de 420-680 nm para las otras.

Con el fin de hacer medidas en campo se diseñó un vehículo operado por control remoto (ROV) en el que se integraban tanto la unidad central, denominada CI (“Core Instrument”), como los diferentes optodos. Estaba conectado con la superficie mediante un cable por el que se alimentaba y controlaba el sistema, tanto en su movimiento como en la adquisición de datos, y se realizaba la transmisión de datos hasta la estación de control donde se procesaban en un ordenador portátil. En la figura 6.2 se muestra una imagen del ROV en la cual se distinguen en la parte superior, de izquierda a derecha, los optodos de salinidad, oxígeno disuelto e hidrocarburos aromáticos. En la parte inferior, de izquierda a derecha, se encuentran la unidad central de esos optodos y el espectrómetro para la detección de hidrocarburos clorados.

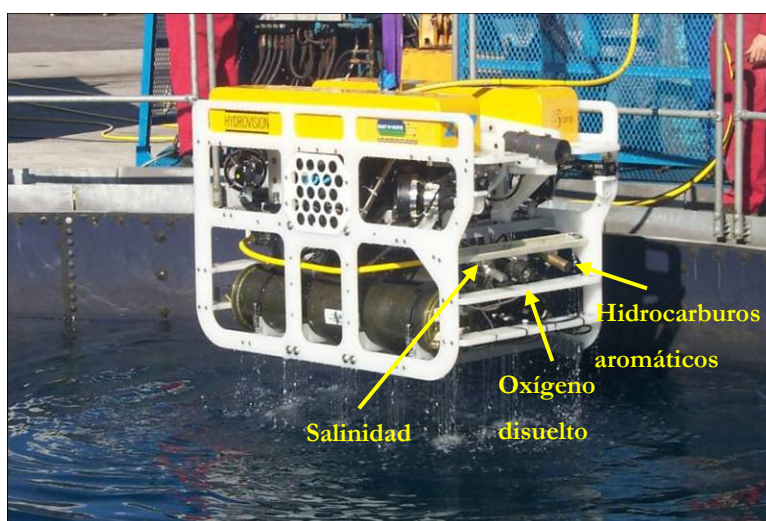


Figura 6.2: Vista frontal de la plataforma de medida: sistema SOFIE integrado en el ROV.

La plataforma completa fue probada en condiciones reales en las instalaciones de HYDROVISION en Aberdeen, donde se comprobó el correcto funcionamiento del sistema completo. Además, se realizaron ensayos extra para una calibración de los optodos en condiciones de medida reales en las instalaciones de IFREMER en Plouzane, que demostraron el buen comportamiento de los optodos y, por tanto, la posibilidad de emplear instrumentos de fibra óptica en medidas marinas. En las figuras 6.3a y 6.3b se muestran las curvas de calibración obtenidas en IFREMER con el optodo de salinidad de la UCM. [4]

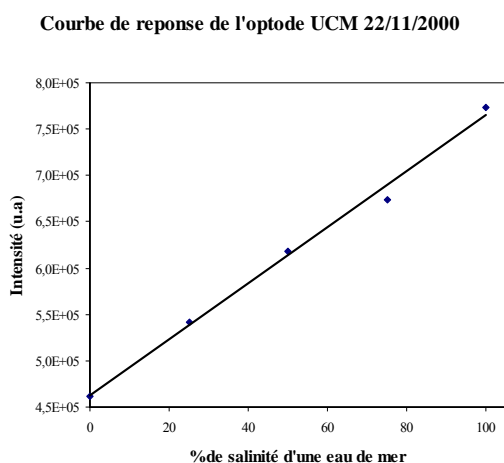


Figura 6.3a: Calibración del optodo usando el valor del pico de la potencia transmitida.

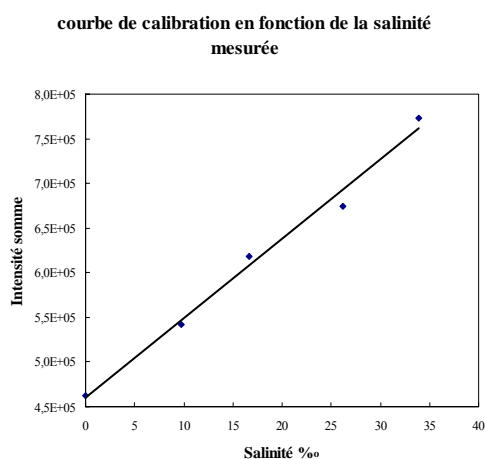


Figura 6.3b: Calibración del optodo utilizando la potencia espectral transmitida.

En ellas se vuelven a obtener los resultados que se alcanzaron en el laboratorio antes de integrar el optodo en la plataforma de medida. Se puede observar la marcada linealidad de la respuesta frente al grado de salinidad del medio exterior, una vez que los parámetros constructivos del sensor se han elegido adecuadamente. El rango dinámico del dispositivo es muy amplio por lo que podría ser utilizado tanto en el océano como en otros emplazamientos de interés.

En el laboratorio se realizaron también medidas de interferencias cruzadas y degradación temporal, que mostraron un comportamiento satisfactorio del optodo.

6.1.2 Proyecto MISPEC

Como continuación del proyecto SOFIE, la Unión Europea proporcionó la financiación necesaria para llevar a cabo un nuevo proyecto, denominado MISPEC,

encaminado a la potenciación y mejora de las capacidades de SOFIE, una vez demostrada la posibilidad de usar sistemas de fibra óptica para la detección de contaminantes del agua del mar. El objetivo final era el desarrollo de sensores, su validación en el laboratorio y la realización de pruebas con el sistema completo en campañas de medidas en campo bajo condiciones reales en emplazamientos relevantes europeos.

No todos los miembros que participaron en SOFIE tomaron parte en este nuevo proyecto, al tiempo que se produjo la incorporación de nuevos miembros. Los participantes de este nuevo proyecto fueron: TUB-OI y TUB-MAT, IFREMER, PAS (Instituto Oceanográfico, Academia Polaca de Ciencias, Polonia), DCU, VTU, UCM, ITU (Universidad Técnica de Estambul, Turquía); junto con las empresas: JOBIN YVON (Francia), ME GRISARD (Alemania). La no participación de HYDROVISION en MISPEC provocó que se tuviera que rediseñar un nuevo vehículo, el MTV (MISPEC Towed Vehicle), que sustituyera el ROV para poder llevar a cabo las medidas en campo, fin último del proyecto.

El trabajo de nuestro grupo de investigación consistía en la medida de parámetros tan relevantes como son la salinidad, la temperatura y la presión [3], ya que su conocimiento es necesario para compensar su efecto sobre las demás medidas realizadas con el resto de optodos, con la idea de llegar a integrar los tres sensores en un instrumento compacto y equivalente a las sondas CTD (el nombre viene de Conductivity-Temperature-Depth. La conductividad es el parámetro que tradicionalmente se utiliza para medir la salinidad) pero puramente óptico. Para ello se planteó la mejora del sensor desarrollado dentro del proyecto SOFIE y se abordó el diseño y desarrollo de sensores de temperatura y presión con fibra óptica. El problema que se planteaba con el diseño antiguo era que garantizaba la estanqueidad a 100 metros de profundidad, puesto que así lo demostró durante su calibración en las instalaciones de IFREMER durante el proyecto SOFIE. Sin embargo, en MISPEC se propuso aumentar esa profundidad a 300 metros y en las pruebas realizadas para la comprobación se partió el soporte de vidrio en que va montada la fibra D del sensor. El optodo dejaba de ser estanco, con el consiguiente perjuicio que eso podía ocasionar a la unidad central. Por tanto, la primera tarea que se emprendió fue la de resolver la falta de estanqueidad que presentaba la configuración inicial. La solución al problema consistió en el rediseño, en colaboración con IFREMER, de un nuevo soporte para el optodo de salinidad de SOFIE.

6.2 Sensor de salinidad basado en fibras tipo D con doble recubrimiento

A continuación se comentará el principio de funcionamiento del sensor de salinidad desarrollado, para luego señalar los resultados más importantes que se obtuvieron durante las campañas de medida en campo.

6.2.1 Descripción del optodo de salinidad

El sensor óptico desarrollado es un dispositivo basado en el acoplamiento resonante de la luz guiada por la fibra tipo D con las ondas superficiales de plasmón soportadas por la estructura plana depositada. Las fibras tipo D son aquellas en las que la fibra es curvada y pulida de tal manera que el revestimiento se rebaja hasta alcanzar un grosor de unas pocas micras mientras que el núcleo permanece inalterado, teniendo la oportunidad así de interactuar con el campo evanescente. Un esquema del conjunto puede verse en la siguiente figura.

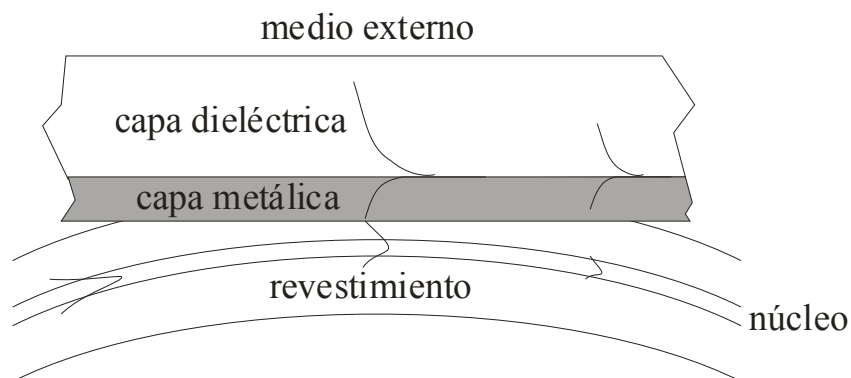


Figura 6.4: Configuración del sensor de índice de refracción. Se muestra el campo guiado por la fibra y la excitación de un plasmón superficial.

Este acoplamiento resonante se da para un cierto valor del índice de refracción del medio exterior y produce una cierta atenuación en la potencia óptica transmitida por la fibra, que es el parámetro que se va a medir. La resonancia de plasmones superficiales, como ya se vio en el capítulo 5, ocurre sólo para luz con polarización TM a la entrada, lo que significa que el vector de campo eléctrico es perpendicular a las capas, de manera que es preciso disponer de un control de la polarización de la luz incidente.

Nuevamente es necesario el uso de unos algoritmos adecuados que proporcionen la relación entre lo que detecta realmente el sensor, que son variaciones de índice de refracción, y la salinidad, que es la aplicación que va a tener el sensor. El algoritmo utilizado

para obtener esa relación fue el de Quan y Fry [5], y se comentó en el capítulo 5 que para las condiciones de trabajo en las que se aplicará se obtiene un rango de medida del índice de entre 1.32699-1.33664. Para ajustar el punto de operación del sensor se eligió una capa de Aluminio de 8 nm de espesor y una de 60 nm de Dióxido de Titanio, puesto que así se garantiza una respuesta lineal de la potencia de salida frente a variaciones en la salinidad en el rango de interés.

Como la respuesta depende de la polarización, era necesario un control efectivo de ésta, razón por la cual se utilizó un polarizador en-línea. También se mencionó en el capítulo anterior que el polarizador está basado en la deposición de capas sobre una fibra tipo D sustituyendo la capa dieléctrica por una capa gruesa de un medio de índice alto. Esta configuración presenta una alta absorción para luz con polarización TM, de manera que si colocamos el polarizador girado 90° respecto el sensor, sobre éste solo incidirá la componente del campo que es paralela a las capas del polarizador, y por tanto perpendicular a las del sensor. En la figura 6.5 se ve el esquema del optodo.

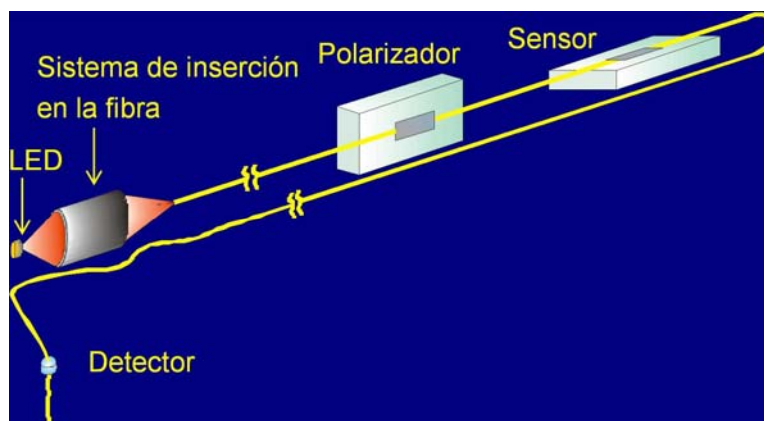


Figura 6.5: Esquema del optodo diseñado para la medida de la salinidad.

El dispositivo se completa con la fuente de luz, que es un LED comercial³ estabilizado centrado alrededor de 800 nm, y el detector, que para las medidas de campo era el espectrómetro de la plataforma MISPEC.

³ HE8404SG de HITACHI

6.2.2 Fabricación del optodo

El diseño realizado en colaboración con IFREMER para el optodo presenta las siguientes características: únicamente la parte sensora está expuesta al agua, el polarizador está protegido en el interior de una carcasa de aluminio, y todo lo demás se selló con una resina (Araldite™ 2020) que garantiza que nuestro dispositivo es estanco.

En primer lugar era necesaria la fabricación de sensores y polarizadores, para lo cual se recurrió de nuevo a la Universidad de Zaragoza donde se realizaron tanto las fibras tipo D como los depósitos específicos de dichos sensores y polarizadores con la campana de Deposición en Fase Vapor. Para fabricar las fibras D se coloca una fibra curvada en un soporte de vidrio y se pule el revestimiento. Como consecuencia de ello, la zona en que termina el soporte de vidrio y la fibra queda al descubierto es enormemente frágil y cualquier golpe, por pequeño que sea, la puede romper. La técnica utilizada para hacer los depósitos era el *sputtering*, como ya se mencionó. Las piezas de la carcasa y los soportes de los sensores eran producidas por IFREMER y posteriormente se mandaban a nuestras instalaciones. Una vez que se tenían tanto los sensores y polarizadores como la carcasa se procedía a la construcción de los optodos.

El proceso de montaje era una tarea delicada puesto que implicaba el ensamblaje de todas las piezas directamente en el soporte para su posterior sellado, siendo como eran tan frágiles y de tan difícil manejo. Sensores y polarizadores eran fabricados por separado teniendo que ser fundidos una vez habían sido colocados en su soporte correspondiente de la carcasa del sensor. Por esa razón hubo que realizar numerosos intentos hasta lograr la soldadura adecuada en el proceso, y se minimizaran los posibles errores. Todos los optodos así fabricados fueron examinados en nuestros laboratorios para comprobar su correcto funcionamiento. Una vez hecho esto, eran enviados a las instalaciones de IFREMER para proceder a su sellado con resina y su incorporación a la plataforma de medida MISPEC.

En la figura 6.6 se muestra una foto del optodo de salinidad en su forma final.

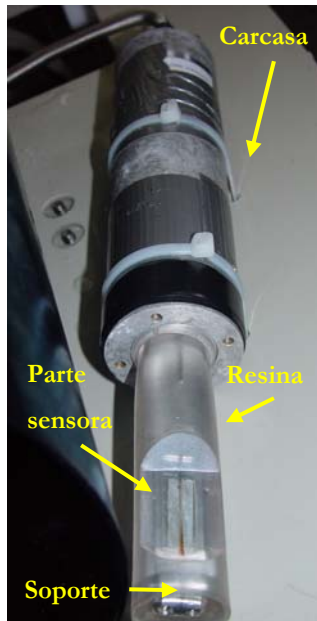


Figura 6.6: Foto del optodo diseñado para la medida de la salinidad. Se puede ver que la única parte expuesta al agua es la parte sensora. La resina protege algunos de los elementos del optodo y la carcasa protege el resto.

6.2.3 Calibración del optodo

Se probaron intensamente varios optodos: el que se instaló inicialmente en la plataforma MISPEC para la primera campaña de medidas *in-situ* en el Báltico y dos de repuesto. Fueron probados tanto en las instalaciones de la U.C.M. como en las de IFREMER, a las que nos trasladamos, para conocer sus respectivos comportamientos en condiciones realistas con respecto a la temperatura y la presión, parámetros que influyen en el índice de refracción del agua del mar. En SOFIE ya se estudió el efecto la temperatura tenía con respecto al sensor aisladamente, sin la carcasa, sin que observarse variación en su comportamiento, pero nos interesaba conocer el comportamiento de todo el dispositivo (sensor + carcasa) respecto a esos parámetros para contemplar la posibilidad de que sean necesarias correcciones adicionales en la respuesta del sensor a las que ofrecen los algoritmos descritos en [5].

Esas calibraciones se llevaron a cabo en noviembre de 2003 en las instalaciones de IFREMER en Plouzane, con posterioridad a las medidas en Polonia que se describen más adelante (ver figura 6.1). Para que las medidas llevadas a cabo fueran en condiciones realistas, se utilizó agua marina procedente del Océano Atlántico en la zona de Plouzane (salinidad estándar de alrededor de 35 psu) que se mezclaba con agua dulce para obtener soluciones de menor salinidad. Durante los ensayos realizados con los distintos optodos se puso de manifiesto que el optodo que inicialmente se había colocado en la plataforma (aquel con el cual se había llevado a cabo la campaña de medida en el Báltico) mostraba el

mejor comportamiento ya que presentaba una mayor linealidad, repetibilidad y menor histéresis que los otros dos, aunque su nivel de señal fuera más bajo. En las figuras siguientes pueden verse los comportamientos de los tres optodos. Se representa la potencia transmitida normalizada con respecto al valor en aire al comienzo de cada prueba frente a la salinidad para todos ellos.

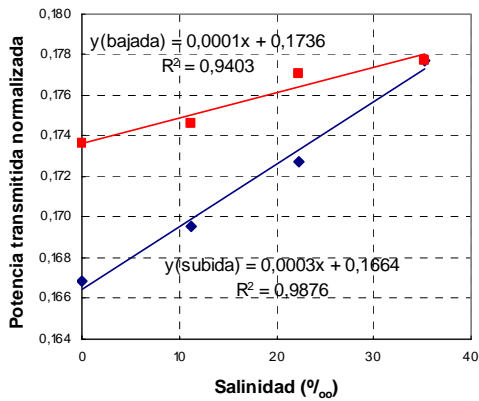


Figura 6.7: Respuesta del 1er optodo de repuesto.

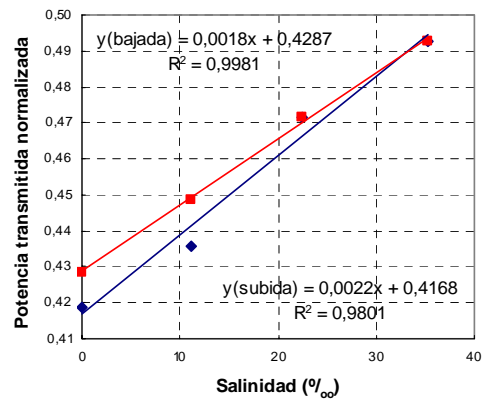
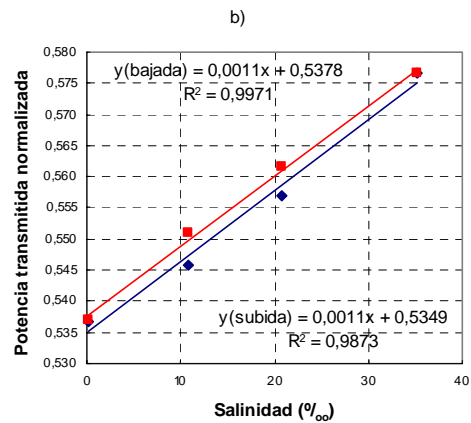
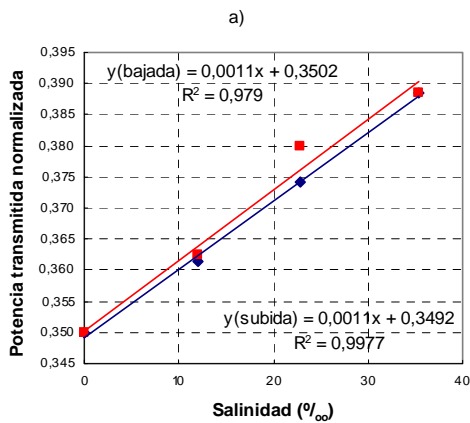


Figura 6.8: Respuesta del 2o optodo de repuesto.



Figuras 6.9 y 6.10: Respuesta en dos días distintos del optodo que participó en las primeras medidas de campo. a) 20 de noviembre, b) 26 de noviembre.

Lo que se desprende de ellas es que el primero de los optodos de repuesto presentaba una mayor histéresis y una menor sensibilidad, y que aunque la sensibilidad del segundo optodo de reserva era mayor, su comportamiento no era repetible. En cuanto al optodo colocado en la plataforma, se muestra en la siguiente figura todas las curvas de calibración realizadas entre los días 20 y 26 de noviembre:

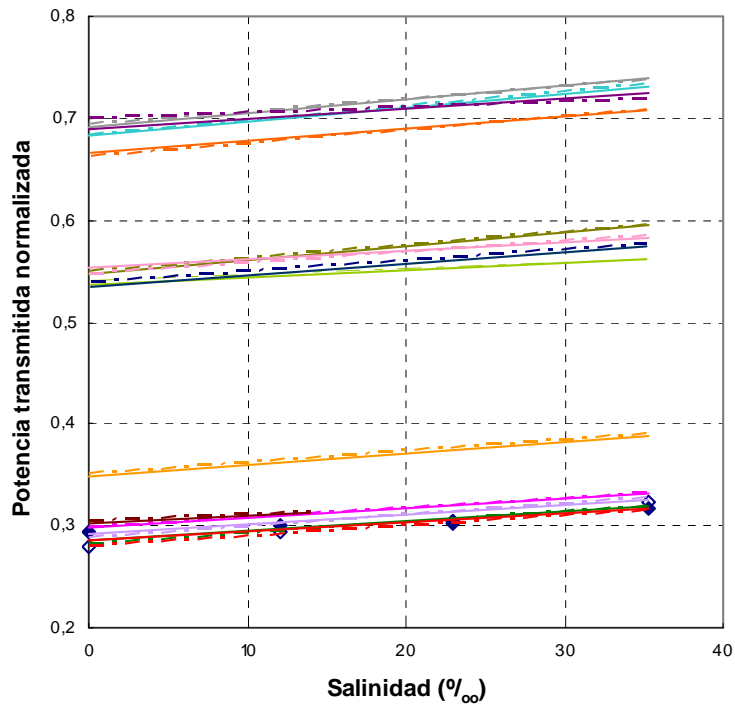


Figura 6.11: Curvas de calibración del optodo colocado en la plataforma de medida durante los días 20 al 26 de noviembre.

A la vista de estos resultados se puede comprobar que el comportamiento de todas ellas es lineal y que presentan prácticamente la misma pendiente, aunque el cociente entre la potencia transmitida en aire y agua no es constante ya que las condiciones iniciales eran distintas debido a diversos cambios realizados en el sistema (cambio de optodos, de carcassas, etc). Con cada cambio había que volver a ajustar las condiciones iniciales de potencia inyectada al sistema al valor más alto posible.

Dado que el sensor incorporado a la unidad central era el que mejor comportamiento presentaba, se tomó la decisión de continuar utilizándolo para las medidas de campo que se realizaran de ahí en adelante, y se procedió a la caracterización de su respuesta en función de la temperatura y la presión. Para realizar los ensayos de temperatura, se contaba con un tanque que se llenaba con la muestra de salinidad conocida, cuya temperatura se podía ajustar al valor deseado. Para realizar los ensayos de presión, se disponía de un pequeño tanque en el que introducíamos el optodo y en el que, tras llenarlo con la muestra deseada y sellarlo, se ejercía presión mediante una bomba de mano. Los montajes experimentales con los que se realizaron los diferentes ensayos pueden verse en las siguientes figuras.

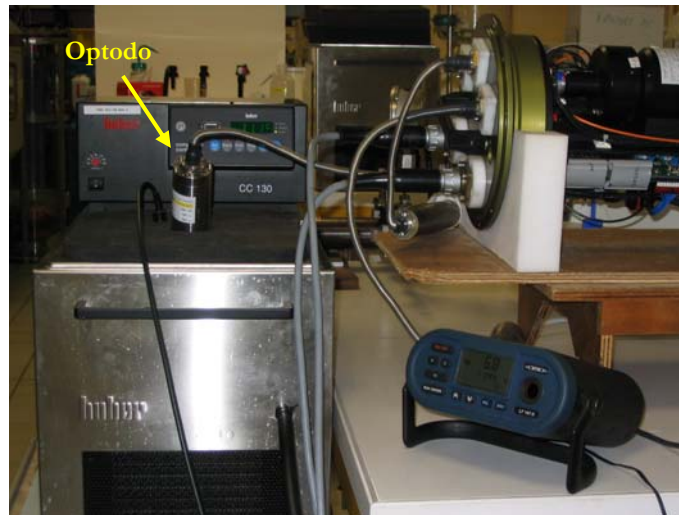


Figura 6.12: Montaje experimental para la caracterización del optodo con respecto a su comportamiento con la temperatura para diferentes valores de la salinidad.

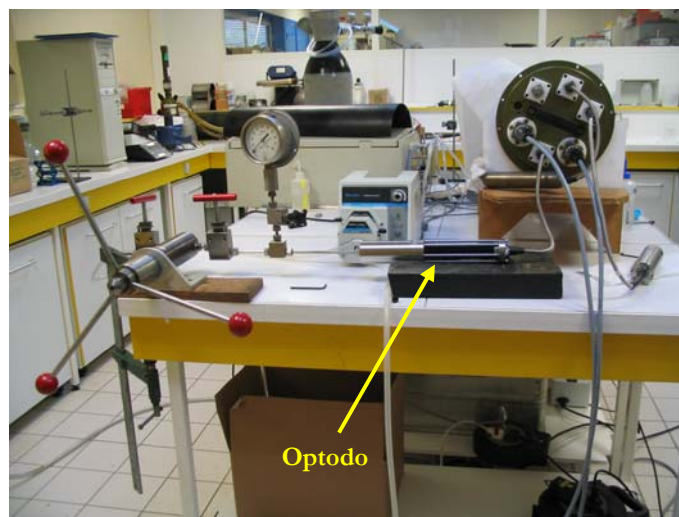


Figura 6.13: Montaje experimental para la caracterización del optodo con respecto a su comportamiento con la presión para diferentes valores de la salinidad.

Durante el ensayo de temperatura, se registró la respuesta del sensor para cuatro muestras con diferente valor de la salinidad mediante rampas de temperatura creciente. La temperatura se varió desde 10 °C hasta 20 °C, en pasos de 5 °C o de 2 °C, para cada valor de la salinidad. Se eligió ese rango de temperaturas puesto que la campaña de medidas en Estambul ya estaba fijada, y de esa manera se aseguraba una buena calibración en las condiciones que se esperaban encontrar en dicha campaña de medidas. En las figuras 6.14 y 6.15 se observan los resultados de los ensayos de temperatura. En ellas se representa la variación de la potencia transmitida normalizada al valor del aire frente a la temperatura. El

valor en aire es diferente en las dos figuras debido a un cambio de carcasa, como ya se comentó anteriormente, por lo que el nivel de potencia transmitida no es el mismo.

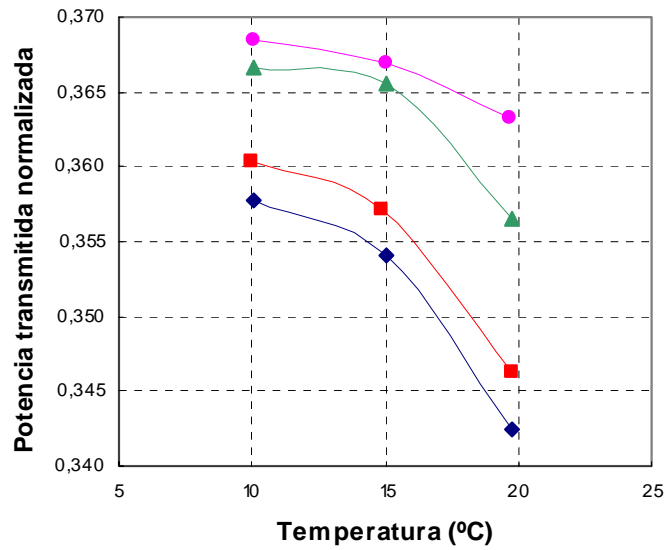


Figura 6.14: Comportamiento del optodo con la temperatura para distintas salinidades: 35.5 psu (círculos), 26.6 psu (triángulos), 19.7 psu (cuadrados) y 14.8 psu (rombos).

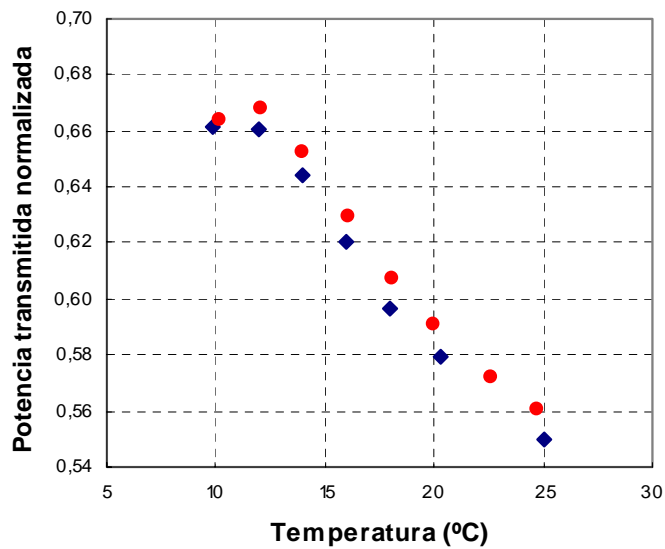


Figura 6.15: Comportamiento del optodo con la temperatura para dos salinidades diferentes: 24.6 psu (círculos) y 6.8 psu (rombos).

Se observa que el comportamiento que presenta la respuesta frente a variaciones de temperatura no es lineal y que en todos los casos es el mismo: al aumentar la temperatura el

nivel de potencia disminuye. Se observa también que la variación de potencia es más acusada a temperaturas altas que a bajas temperaturas.

Esto significa que el conjunto del optodo tiene un efecto considerable sobre la respuesta que se registra cuando varía la temperatura. Por dar un orden de magnitud estimativo del error que podría producir el no considerar este efecto, tomaremos como ejemplo la variación de temperatura en uno de los perfiles de profundidad típicos que se llevaron a cabo en el Báltico, que era del orden de unos 10°C (entre 3 y 13°C). No es comparable porque el rango de temperaturas en que se realizaban las medidas en el Báltico no es el que se muestra en las gráficas y vemos que el comportamiento no es lineal, pero podría haber sido la situación que se encontrara en Estambul. Se estaría considerando además el peor de los casos, puesto que en las medidas en que no se variaba la profundidad la temperatura podía cambiar del orden de 4°C. Así, en el peor de los casos, la variación de potencia mostrada en la figura 6.15 en el rango de 10 a 20°C es del 12%.

En cuanto al ensayo de presión, se tomó la respuesta del sensor para cinco muestras de distintos valores de salinidad. El tanque de presión se llenó con agua de salinidad conocida y se aplicó presión de forma ascendente y descendente desde 0 hasta 30 bares. Los resultados están representados en la siguiente figura.

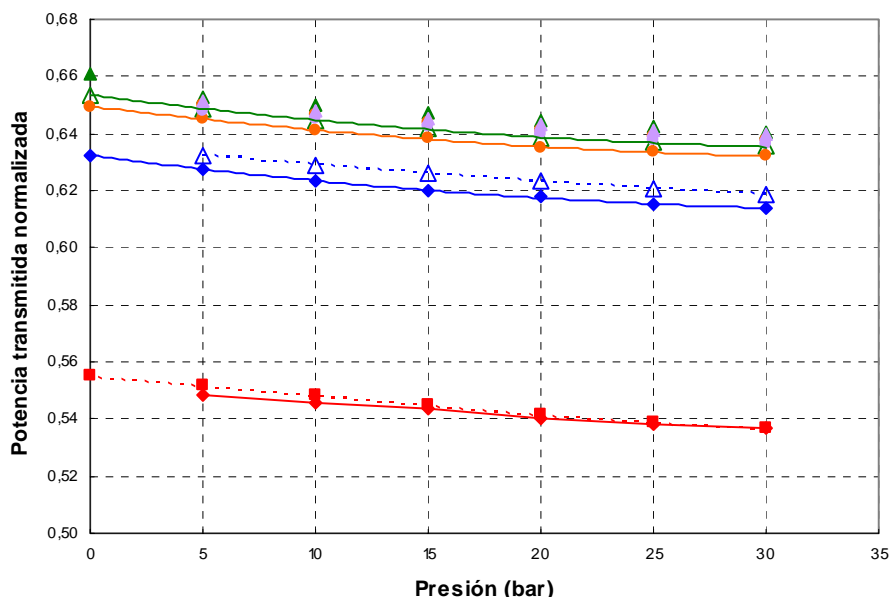


Figura 6.16: Comportamiento del optodo con la presión para distintas salinidades. Las salinidades oscilan entre 8.8 y 34.6 psu.

De nuevo se aprecia que el comportamiento no es lineal y que es el mismo en todos los casos: al aumentar la presión se obtiene, de nuevo, un menor nivel de potencia transmitida. Aquí, a diferencia de lo que ocurre con la temperatura parece que la variación debida al aumento de presión es más acusada para presiones bajas. Por otro lado, los ensayos de presión nos permitieron comprobar uno de los objetivos principales: el hecho de que el nuevo diseño del sensor permitía alcanzar una elevada presión, de 30 bares, mostrando un funcionamiento correcto y una total estanqueidad.

De nuevo, se pone de manifiesto que el conjunto del optodo tiene un efecto considerable sobre la respuesta que se registra cuando varía la presión. En este caso, para hacernos una idea del orden de magnitud del error de no considerar este efecto, consideraremos la máxima profundidad a la que se realizaron ensayos en el Báltico, que era del orden de unos 100 m (unos 11 bar). Así, en el peor de los casos, la variación de potencia mostrada en la figura 6.16 en el rango de 0 a 11 bar es del 1.4%, lo que supone un orden de magnitud menor que el de la temperatura.

Como resumen, en la figura 6.17 se muestran las curvas de calibración y respuesta a variaciones de temperatura y presión. Se representa la potencia transmitida normalizada para el optodo en función de variaciones de salinidad, temperatura y presión.

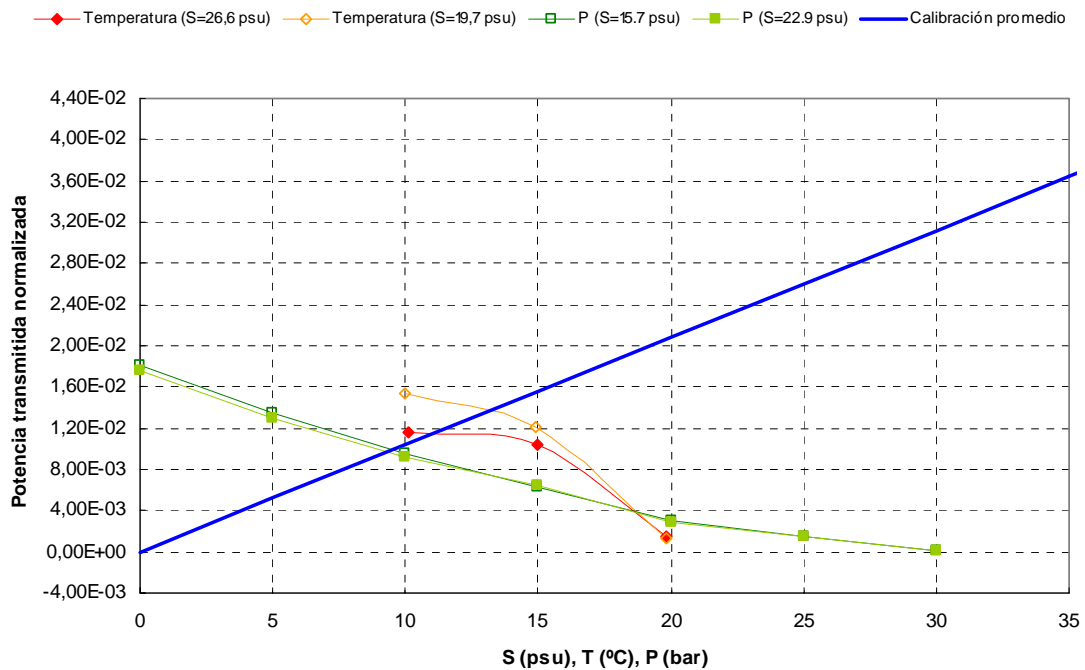


Figura 6.17: Curva de calibración y respuesta del optodo a variaciones en la temperatura y la presión.

Una vez examinados los resultados de la calibración en IFREMER se puede concluir al respecto que dado que al aumentar la presión y la temperatura los niveles de potencia decrecen, debería corregirse la recta de calibración obtenida para que el análisis de las medidas realizadas tenga en cuenta la variación introducida en la respuesta por el optodo al completo y sea lo más correcto posible. Se estudiará en el siguiente apartado si estos efectos pueden explicar algunos resultados obtenidos en las medidas de campo efectuadas.

6.3 Campañas de medidas en campo

Para comprobar el comportamiento del optodo en condiciones reales se planearon las campañas de medidas “*in-situ*” anteriormente mencionadas. Por problemas diversos, fundamentalmente las malas condiciones climatológicas, los tests de Turquía no arrojaron resultados como los que se obtuvieron en Polonia, que permitieron demostrar la viabilidad de nuestra propuesta.

6.3.1 Campaña de medidas en el Mar Báltico

Como ya se comentó, la primera campaña de medidas tuvo lugar en el Mar Báltico, cerca del estuario del Vístula en el Golfo de Gdansk, a bordo del buque oceanográfico Oceanía, propiedad del Instituto Oceanográfico polaco IO-PAS. Su duración fue de dos semanas, de las cuales tomé parte en la primera de ellas. En las siguientes figuras puede verse un plano de la zona, en el que se encuentran señalados los puntos de interés en los que se realizaron las distintas medidas dentro de la bahía y el estuario del Vístula, así como una foto del buque Oceania. Los objetivos de dicha campaña de campo fueron tanto realizar medidas con los instrumentos desarrollados en SOFIE como tomar muestras de agua marina y sedimentos.

Aparte de las muestras de sedimentos y agua marina que se tomaron por parte de IO-PAS y TUB.MAT, podemos ver detalladas en la tabla 6.2 los diferentes ensayos realizados por cada uno de los investigadores participantes, así como las instituciones a las que pertenecen.

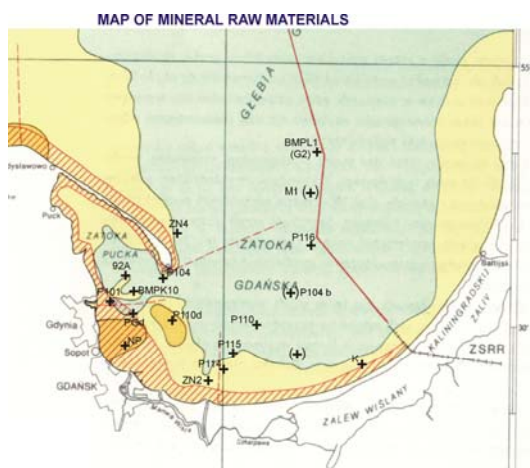


Figura 6.18: Mapa de la bahía de Gdansk y puntos de interés.



Figura 6.19: Vista general del buque oceanográfico Oceania.

Tipo de sonda	Parámetros	Personas responsables
sonda-CTD	- salinidad - temperatura	P. Wiczorek - IO-PAS
sonda-CI: -optodo oxígeno -optodo salinidad -optodo PAH	- testado de CI - oxígeno - salinidad - PAHs	M. Lehaitre, A. Le Noac'h – IFREMER C. Gibson - DCU M.C. Navarrete, N. Díaz, O. Esteban- UCM H. Schmidt et al. – TUB.OI
FSI 3.0" MICRO-CTD incluye un medidor de turbidez, un sensor de pH y un sensor de oxígeno disuelto.	- salinidad - temperatura - presión - velocidad del sonido	J. Pfannkuche – TUB.MAT
sonda-YSI 6000 UPG	- salinidad - temperatura - oxígeno - redox - turbidez - profundidad	B. Wydrowska - U.Sz. (A. Filipkowska - IO-PAS)

Tipo de sonda	Parámetros	Personas responsables
sonda-MULTI 197i	- salinidad - temperatura - oxígeno - redox	A. Filipkowska, (L. Lubecki) - IO-PAS
Radiometro - MER2040	- Atenuación de la luz	M. Darecki - IO-PAS

Tabla 6.2: Relación de experimentos llevados a cabo en el crucero.

Se llevaron a cabo tres tipos de experimentos con la plataforma MISPEC: medidas estacionarias, de arrastre y perfiles de profundidad. Para ello se colocaron en el mencionado vehículo MTV tanto la sonda-CI, que incluye los tres optodos, como la sonda comercial FSI ya que así, al estar colocadas prácticamente en el mismo sitio, y dado que se empezaba a medir al mismo tiempo, se podrían comparar los resultados obtenidos con los optodos con aquellos dados por la sonda comercial. El MTV consiste en un armazón de polipropileno, para un mejor manejo en barcos pequeños, al que van fijados los distintos dispositivos. Está diseñado para que se pueda adaptar a la realización de perfiles de profundidad, y para llevarlo a remolque mediante la colocación en la parte superior de unos flotadores que garantizan la estabilidad de su posición con el CI. En las figuras 6.20 y 6.21 se muestra la plataforma de medida y las posiciones de los diferentes aparatos de medida.

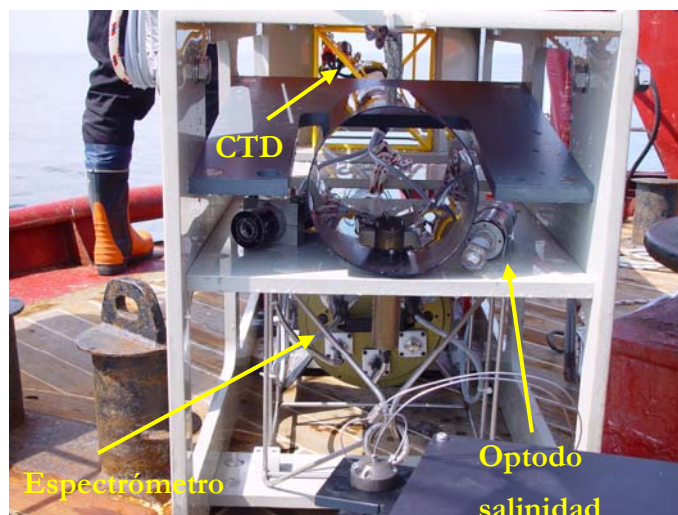


Figura 6.20: Detalle de la situación de los distintos dispositivos colocados en la plataforma MTV: optodos, espectrómetro y sonda comercial.



Figura 6.21: MTV con los flotadores en la parte superior, preparada para la realización de medidas de arrastre.

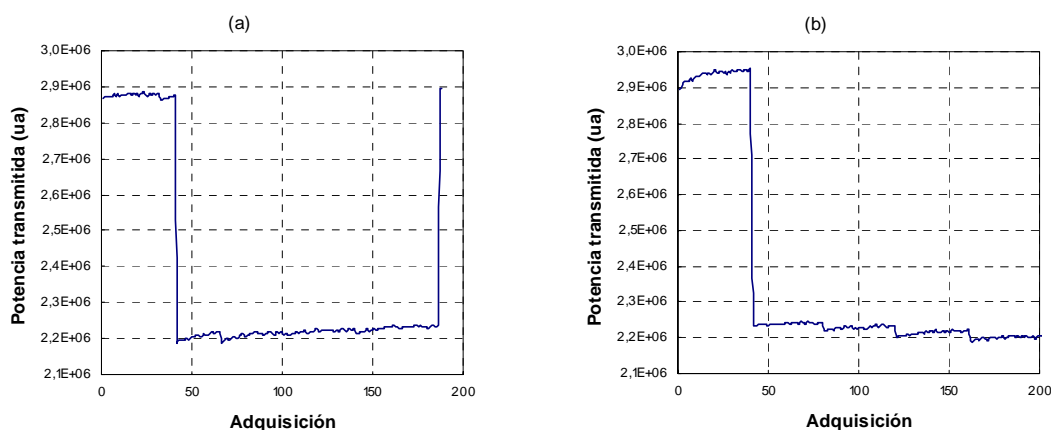
Procedimiento seguido a bordo

Los datos obtenidos con nuestro sensor se compararon con los que proporcionaba la sonda CTD comercial. Tanto el CI como la sonda CTD estaban controladas por ordenador. Las medidas realizadas con el CI eran espectrales, de manera que el programa de control de adquisición de datos mostraba en la pantalla, y en tiempo real, los espectros recogidos para los tres optodos, además de la potencia total recogida en esa adquisición para los optodos de salinidad y oxígeno disuelto. La adquisición de datos se efectuaba de forma secuencial para los tres optodos y hasta un número de 250 adquisiciones. Los tiempos de integración para cada uno de los optodos eran diferentes, así como los intervalos de longitud de onda, en función de las necesidades de cada uno. En particular, para el optodo de salinidad el tiempo de integración fue de 500 ms y el rango de longitudes de onda entre 806 y 850 nm. La fuente era un LED con su longitud de onda de pico alrededor de 800 nm. El espectrómetro de la plataforma tenía una frecuencia de muestreo de cerca de 0.06 Hz, pero la de la CTD comercial era de alrededor de 1.76 Hz, por tanto los datos obtenidos tuvieron que ser re-muestreados para su comparación.

La calibración exhaustiva del optodo se hizo con posterioridad a la campaña de medidas, por lo que era necesario calibrarlo en el barco antes de las medidas, es decir, obtener una curva de calibración que relacionara la potencia transmitida medida con el índice de refracción del agua para conocer cuáles eran las variaciones de éste. Por ello, al menos una vez al día, antes de la primera inmersión y con el CI en cubierta, se realizaba una calibración. El protocolo para realizar estas calibraciones era el siguiente:

- Se recogía una muestra de agua del mar del lugar en el que se iba a efectuar la inmersión y se fabricaban otras dos o tres muestras más mezclando la primera con agua no salina o con sal marina para obtener diferentes concentraciones. Se medía su salinidad y temperatura con un salinómetro comercial (Orion, modelo 162).
- Se tomaban un cierto número de adquisiciones en aire, es decir, antes de verter agua sobre la zona sensora, y se paraba la adquisición de datos.
- Se vertía sobre el sensor una de las muestras, se tomaban los datos correspondientes y se volvía a parar la adquisición. Se limpiaba el sensor con agua destilada, y se tomaban las adquisiciones correspondientes al agua de la siguiente muestra. Repetíamos el proceso tantas veces como era necesario para completar todas las muestras. La mayoría de las veces también se hizo, dentro del mismo fichero de datos o en otro aparte, el cambio de las muestras en sentido inverso, es decir, en orden decreciente del grado de salinidad si primero fue en orden creciente y viceversa.
- Acabada la prueba se volvían a medir la salinidad y la temperatura de las muestras por si habían variado algo ya que en ocasiones la prueba se retrasaba y al estar las muestras en la cubierta cambiaba sobre todo su temperatura.

Se puede ver un ejemplo del tipo de datos que se obtienen en la calibración en las gráficas 6.22a) y 6.22b). En ellas se muestran los datos obtenidos en una calibración en dos etapas: en el primer fichero se muestra la rampa de subida de salinidades en las muestras y en segundo la rampa de bajada. Las salinidades de las muestras ensayadas fueron: 2.0, 4.0, 6.9, y 10.5 psu.



Figuras 6.22: Ficheros con los datos de calibración del día 14-5-03. Las medidas corresponden al valor en aire y a una rampa creciente (a) o decreciente (b) de grado de salinidad en las muestras.

Para obtener una curva de calibración con estos datos se aplicaron los algoritmos de la referencia [5] que nos traducen los valores de temperatura y salinidad en valores de índice de refracción, pudiéndose conocer así los valores de potencia transmitida, normalizada al valor en el mar, para cada índice de refracción.

Las estaciones de medida se escogieron en función del interés que presentaban para los distintos grupos que participaban en el crucero, pero siempre intentando cubrir el mayor rango posible de entornos. En particular para la salinidad era interesante ver lo que ocurría a la salida del estuario, puesto que en esa zona se mezcla el agua que procede del río con la del mar y se esperan variaciones acusadas.

Una vez que se finalizaban las series de medidas, el ordenador proporcionaba un fichero con la potencia obtenida para cada longitud de onda en cada una de las adquisiciones realizadas. Los datos recogidos era necesario tratarlos para convertirlos en variaciones del parámetro a medir, y este tratamiento consistía en traducir los valores de potencia normalizada a índice de refracción mediante la recta de calibración obtenida antes de la medida.

Resultados obtenidos

Se realizaron diversos ensayos de cada uno de los tipos de experimentos llevados a cabo, y en esta memoria se señalarán los más representativos.

Como ya hemos dicho, los datos se compararon con los que proporcionaba una sonda CTD comercial. Nuestro sensor es un refractómetro que detecta los cambios en el índice de refracción provocados por variaciones en la salinidad, pero también en la temperatura o profundidad. Para corregir esos efectos, mediante la aplicación de los algoritmos de Quan y Fry traducimos la curva de calibración de salinidad a una curva en índices, que aplicada a los datos obtenidos en las medidas proporcionan para cada una de ellas las curvas de variación de la potencia en función del índice de refracción. Para comparar esto con los datos de la sonda CTD, hay que tener en cuenta que ésta mide: conductividad (que convierte a salinidad), temperatura y profundidad. De manera que lo que hemos hecho ha sido aplicarle a estos datos los algoritmos de Quan y Fry para obtener así un “índice de refracción equivalente”, que no tiene por qué corresponderse exactamente con del mar puesto que lo hemos construido nosotros. Por esa razón, no nos interesa tanto que reproduzca los valores del índice como que siga las variaciones de éste. Procediendo de esta manera disponemos de una “referencia” con la que comparar el comportamiento de

nuestro sensor. En las gráficas que aparecen en este apartado se representa lo que hemos llamado Índice CTD o Índice UCM frente al tiempo. Con el nombre de Índice CTD queremos indicar ese índice equivalente que obtenemos a partir de los datos de la CTD y con Índice UCM nos referimos a los valores que obtenemos a partir de la curva de calibración de nuestro sensor. Las figuras mostradas se han obtenido a partir de las calibraciones realizadas en el barco puesto que la única diferencia con las obtenidas a partir de la calibración de IFREMER es la constante con la que se normaliza pero el comportamiento mostrado es el mismo.

- Medidas estacionarias:

El primer tipo de ensayos llevados a cabo fueron medidas estacionarias, en las cuales toda la plataforma de medida se sumergía a una cierta profundidad (que varió entre prácticamente la superficie y unos 15 metros) y se tomaban datos durante un tiempo aproximado de una hora. Se puede comprobar en las siguientes figuras el comportamiento del optodo de salinidad en dichos experimentos.

La primera de las medidas corresponde a la tomada en el punto P104 del mapa mostrado en la figura 6.18, y que consistió en sumergir la plataforma a unos 15 m de profundidad. La segunda medida se realizó en el estuario, punto P114, a unos 5 m de profundidad.

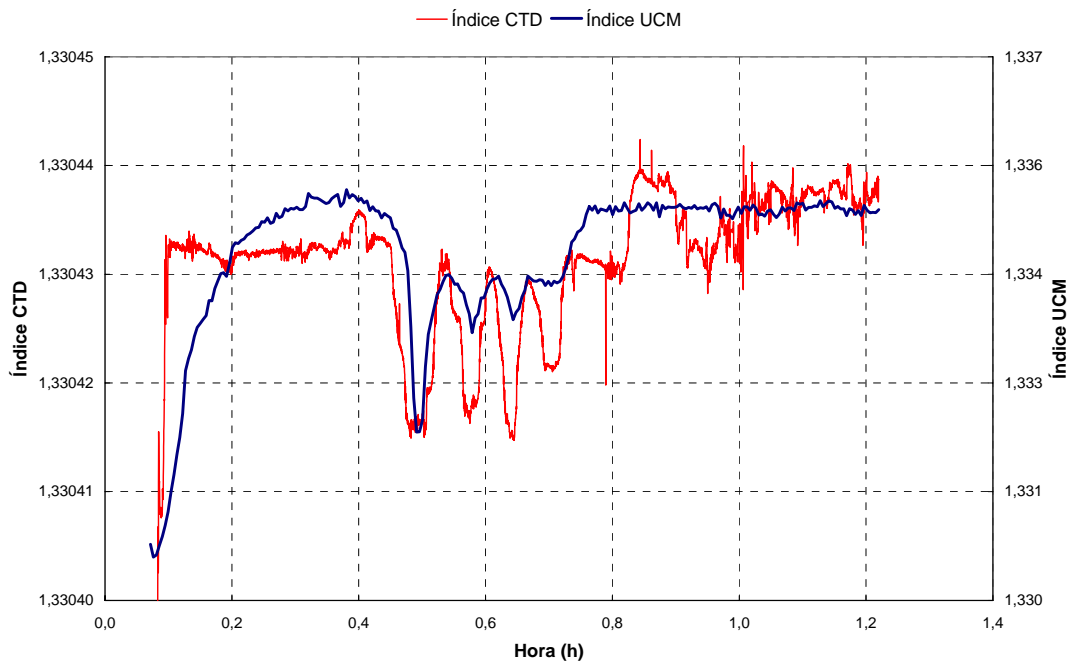


Figura 6.23: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para una medida estacionaria en el punto P104 del mapa, a 15 m de profundidad.

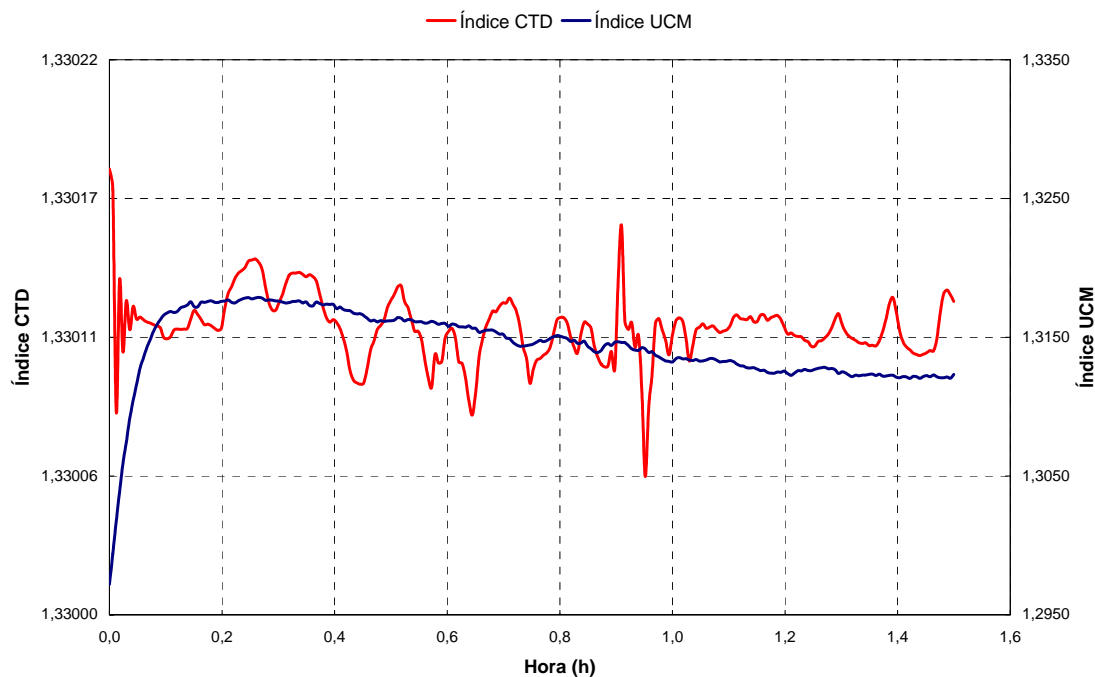


Figura 6.24: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para una medida estacionaria a la salida del estuario en P114, a 5 m de profundidad.

En estas figuras lo primero que se hace patente es que el acuerdo entre ambas señales es bueno y que nuestro sensor, efectivamente, va siguiendo las variaciones del índice de refracción registradas por la sonda CTD prácticamente en el momento en que se producen. Por tener un orden de magnitud, si observamos los dos picos casi idénticos de la figura 6.23, la sonda apunta unas variaciones de salinidad en la segunda cifra decimal que son detectadas con nuestro sensor. Esto pone de manifiesto una deficiencia en el método de calibración cuando se observa la figura 6.22 y se ve que es una sensibilidad impensable si se tiene en cuenta únicamente que las variaciones de potencia que muestran para cambios grandes de 8 psu en el valor de la salinidad son realmente muy pequeños. Por otra parte, en la gráfica 6.24 se observa una cierta deriva en la señal de salida del sensor de salinidad con respecto a la señal de la CTD. Una explicación puede estar en que, tal y como se aprecia en la figura 6.20, la sonda CTD y el sensor no miden exactamente en el mismo punto de manera que los resultados de ambas medidas no se corresponden del todo, y más en una zona como el estuario en que hay corrientes de agua de diferentes salinidades y que pueden afectar a uno solo de los sensores y no al otro.

En estas medidas la variación de la temperatura son muy pequeñas (tres grados a lo sumo) y la presión es constante puesto que la profundidad no cambia apenas.

- Medidas de arrastre:

El segundo tipo de medidas realizadas fueron los experimentos de arrastre, en los cuales la plataforma se estabilizaba a una profundidad determinada y era remolcada a una velocidad de entre 2 a 4 nudos. En las siguientes figuras se pueden observar varios ejemplos de este tipo de medidas realizadas entre dos estaciones diferentes del mapa.

La primera figura corresponde a una medida llevada a cabo entre los puntos BMPK10 a P101, la segunda se realizó entre P110 y P104b, y la tercera entre P104 y P115.

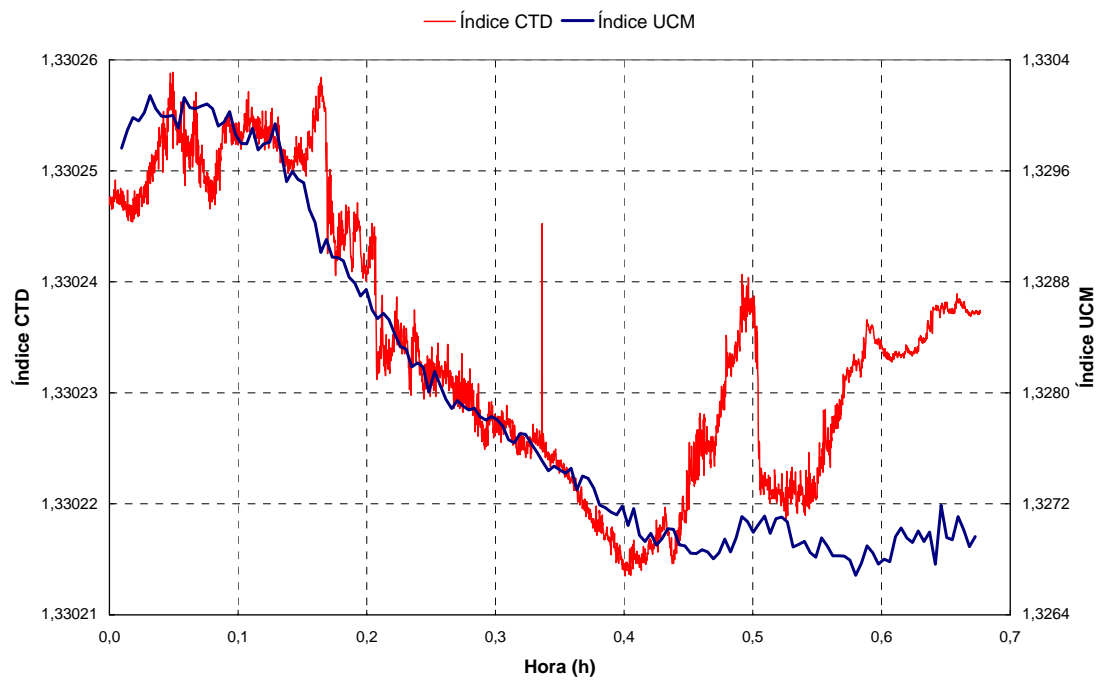


Figura 6.25: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para una medida de arrastre entre los puntos BMPK10 a P101.

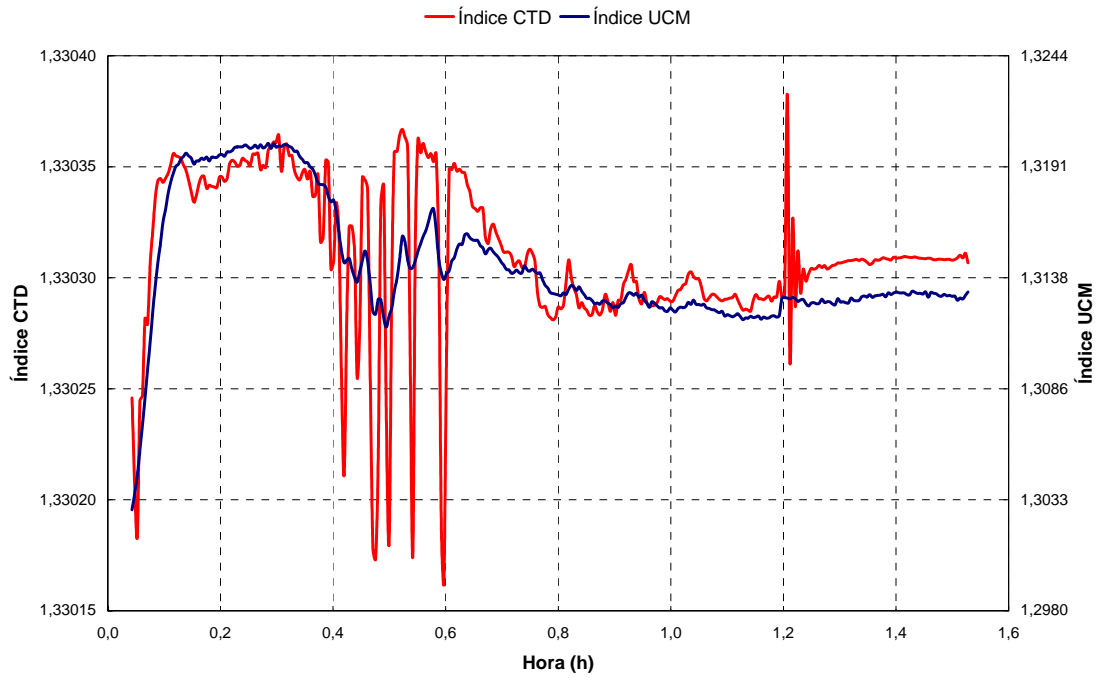


Figura 6.26: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para una medida de arrastre entre los puntos P110d a P104b.

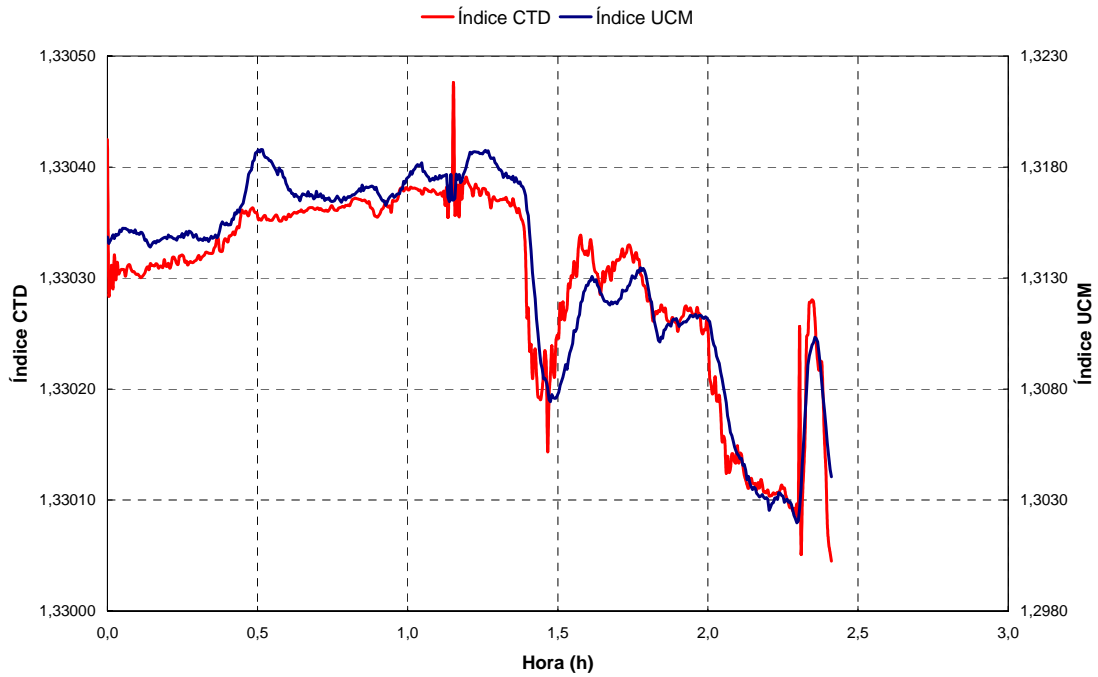


Figura 6.27: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para una medida de arrastre entre los puntos P104b a P115.

En estas figuras se comprueba de nuevo que el ajuste es realmente bueno entre las dos señales. El comportamiento del sensor sigue prácticamente en tiempo real todas las variaciones mostradas por el índice de refracción, detectando de nuevo variaciones pequeñas en la salinidad. Parece que el movimiento de arrastre no impide en ningún momento que el sensor siga las variaciones en el índice.

Igual que ocurría para las medidas estacionarias, las temperaturas no sufren variaciones mayores a tres o cuatro grados, y las variaciones en la profundidad, exceptuando los momentos en que se sumergía o sacaba del agua, también eran despreciables.

- Perfiles de profundidad:

Por último queda mencionar el tercer tipo de medidas realizadas, los perfiles de profundidad, en los cuales el instrumento se sumergía a diferentes profundidades de una misma estación de medida, realizándose la adquisición de datos de forma continua aunque el perfil de profundidad se realizara en varios pasos. De nuevo se presentan unos ejemplos en las siguientes figuras.

La primera figura pertenece a un perfil de profundidad en el punto P110d, desde 2 a 23 m realizado en pasos de unos 7 m, en el que la profundidad primero aumentaba para después decrecer. La segunda corresponde a un perfil realizado en el punto ZN2 en el que se varió la profundidad de forma aleatoria en lugar de hacer rampa de subida y de bajada posteriormente, en particular: 10.5 m, 7.6 m, 5 m, 5.5 m, 6.5 m, y 7m. La tercera figura es un perfil realizado en el punto M1 en valores crecientes de profundidad hasta alcanzar los 95 m.

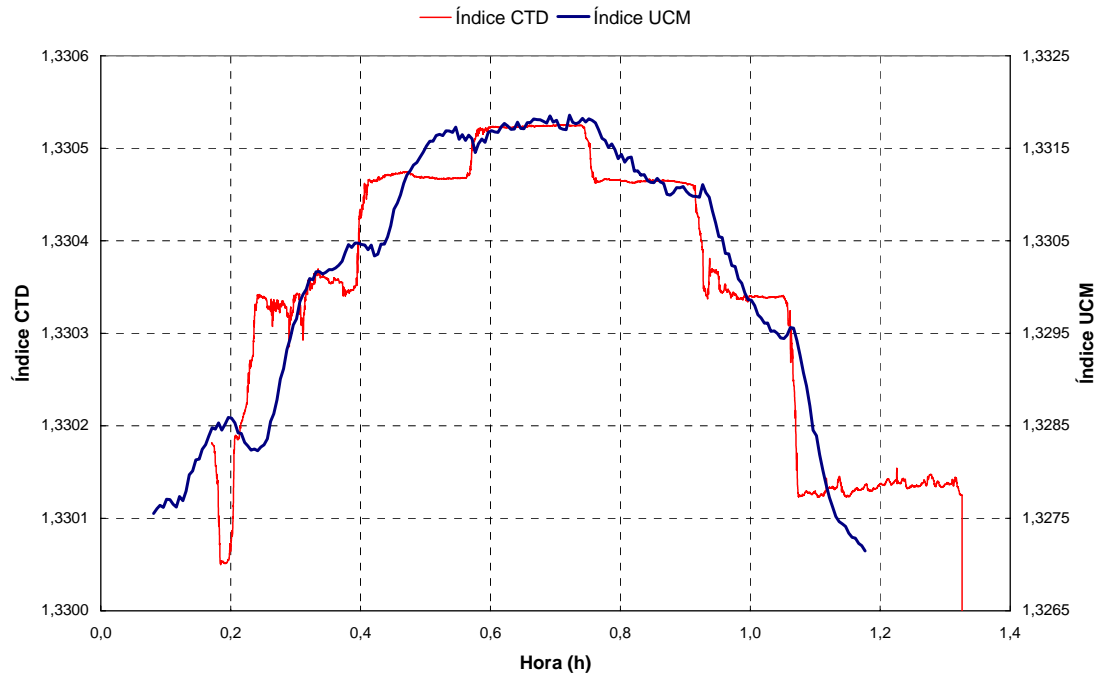


Figura 6.28: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para un perfil realizado en el punto 110d entre 2 y 23 m de profundidad.

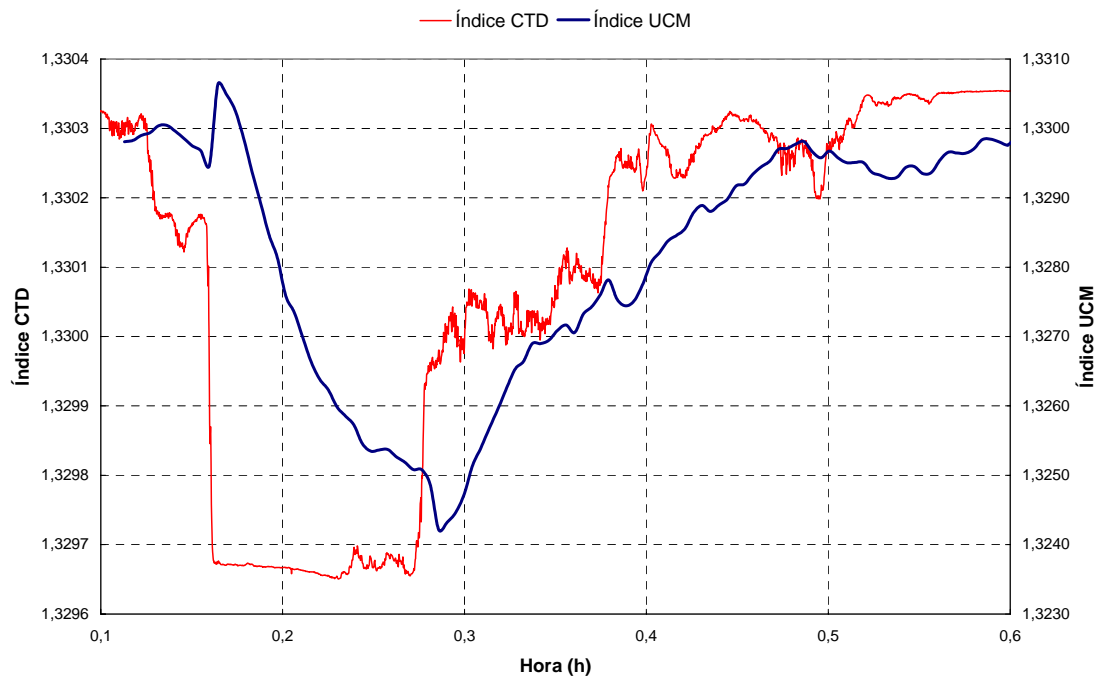


Figura 6.29: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para un perfil en el punto ZN2 a diversas profundidades, entre 5 y 10.5 m.

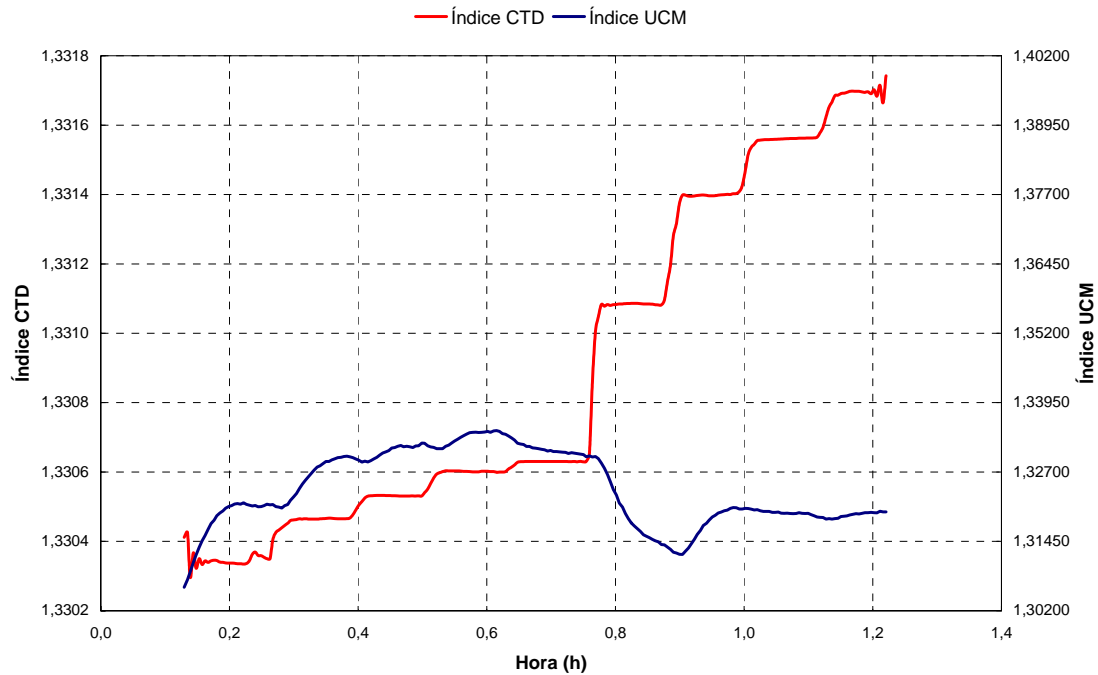


Figura 6.30: Comparativa de las respuestas del optodo y de la CTD para un perfil en el punto M1 hasta 95 m de profundidad.

Como se puede ver el acuerdo de la primera, segunda y mitad de la tercera medidas también es bueno aunque aparece un desfase que no ha sido eliminado en el proceso de remuestreo. En particular, la respuesta es más lenta en el sensor óptico que en la sonda CTD y se observa principalmente en los perfiles de profundidad, lo cual puede deberse a que en el proceso de inmersión se hayan producido turbulencias cerca de la zona sensible, con lo que tendríamos mezcla de agua de mar de diferentes capas con valores distintos de salinidad, y de nuevo a que la posición de ambos sensores en la MTV no es idéntica. Además se aprecia que el comportamiento del sensor es correcto hasta los 50 m aproximadamente pero que al seguir aumentando la profundidad no responde bien a las variaciones.

Es importante mencionar que es en este tipo de pruebas donde se hace más importante el error introducido por el conjunto del optodo (sensor + carcasa) puesto que se producen tanto variaciones en profundidad como en temperatura. En las gráficas se observa que el acuerdo no es tan bueno como en los otros casos, corroborando la necesidad de corregir la curva de calibración en el caso en que se produzcan dichas variaciones.

A modo de resumen diremos que a partir de todos los resultados mostrados se puede concluir que el comportamiento del optodo de salinidad es correcto, en tanto en cuanto sigue las variaciones de la salinidad, tal y como muestran las comparaciones con la sonda CTD comercial. Sin embargo, las medidas a veces presentan ciertas desviaciones, sobre todo los perfiles de profundidad, debido posiblemente a que los algoritmos utilizados corrigen el efecto de la presión y temperatura del sensor aisladamente pero no tienen en cuenta el que ejercen el conjunto de las diferentes partes del optodo, de manera que son insuficientes para ofrecernos el comportamiento exacto. En cualquier caso el efecto de la presión observado en las calibraciones de IFREMER (la potencia decrece al aumentar la presión) podría explicar por qué en los perfiles la señal se separa de los valores esperados al sobrepasar los 50 m de profundidad aproximadamente. También hay que tener en cuenta, como ya se ha dicho, que sonda y optodo están colocados en lugares diferentes por lo que no miden exactamente lo mismo en un determinado instante.

6.3.2 Campaña de medidas en el Bósforo

Una segunda campaña de medidas estaba programada para enero de 2004 en el Bósforo a bordo del catamarán DenizTemiz2, propiedad de TURMEPA (Turkish Marine Environment Protection Association). Se trata de una zona interesante para el tipo de medidas que se quieren realizar puesto que tiene una gran densidad de población y alto tráfico de barcos, de manera que se unen los residuos domésticos con la contaminación debida a los barcos. La duración fue de dos semanas, de las cuales tomé parte en la primera de ellas. Ciertos problemas con el optodo inicial nos obligaron a cambiarlo por uno de los optodos de repuesto, pero las malas condiciones climatológicas nos impidieron llevar a cabo ninguna medida hasta bien entrada la segunda semana. Las condiciones climatológicas cambiaban a menudo a lo largo del día, y hubo que soportar temperaturas del aire que variaron entre -5 °C y 10 °C, con vientos del norte y del sur, y fuertes lluvias e incluso nevadas. En las siguientes figuras se puede ver la imagen del DenizTemiz2 tomada con un intervalo de tiempo de tres días, bajo diferentes climatologías.



Figura 6.31: Catamarán DenizTemiz2 en la marina (20-1-04).



Figura 6.32: Catamarán DenizTemiz2 en la marina tras la nevada (23-1-2004).

Las condiciones que tuvo que soportar el sistema fueron duras y nos permitieron comprobar hasta qué punto el dispositivo era capaz de soportarlas. Aunque llevaba tiempo, mucho más de lo habitual, calentar el interior del CI tras haber pasado la noche en cubierta con las heladas tan fuertes, finalmente se conseguía normalizar su temperatura sin más ayuda que el Peltier que se encargaba de ello usualmente. En la figura siguiente se observa una foto del optodo en las duras condiciones climatológicas que tuvo que soportar.



Figura 6.33: Detalle del optodo en la MTV tras la nevada nocturna.

Sin embargo las condiciones climatológicas no fueron el único inconveniente encontrado para el optodo de salinidad. Las calibraciones previas en el laboratorio propiedad del Departamento de Ingeniería Oceanográfica de la Universidad Técnica de Estambul (Istanbul Technical University, Faculty of Naval Arch. and Ocean Eng.,

Department of Ocean Engineering), antes de trasladar el sistema al barco, nos mostraron un comportamiento análogo al presentado en las instalaciones de IFREMER.

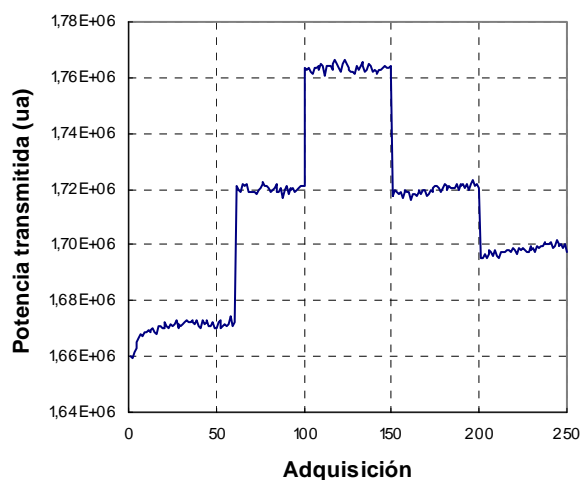


Figura 6.34: Calibración del optodo de reserva en los laboratorios de la Universidad Técnica de Estambul.

No obstante, una vez que se había cargado todo el instrumental en el barco y se probó de nuevo, lo que obtuvimos fue lo que se observa en la figura 6.35. Ese comportamiento anómalo de nuestro optodo se achacó a algún tipo de interferencia con un filtro en el CI necesario para el equipo encargado de la construcción del sistema subacuático de transmisión de energía y datos, ya que esa fue la única modificación del sistema entre nuestra calibración en el laboratorio y las medidas mostradas. El cambio de comportamiento supuso la realización de medidas para obtener una nueva curva de calibración, para asegurar un buen análisis de los datos ante la perspectiva de que la antigua pudiera no ser válida. Se procedió como en “Oceania”, calibrando cada día y tomando un fichero en aire justo antes de cada medida que nos servía de referencia. El comportamiento mostrado no era bueno, debido quizás a que la temperatura del aire era tan baja que pudo influir negativamente los resultados de las medidas tomadas. En la gráfica 6.36 podemos ver el resultado de una medida realizada en la marina donde estaba anclado el barco, y concluir que esta vez no son buenos.

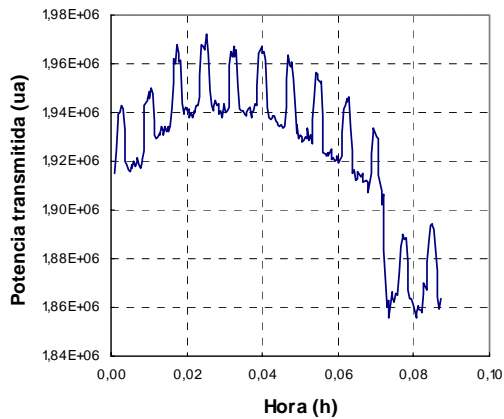


Figura 6.35: Medida en aire en la cubierta del barco.

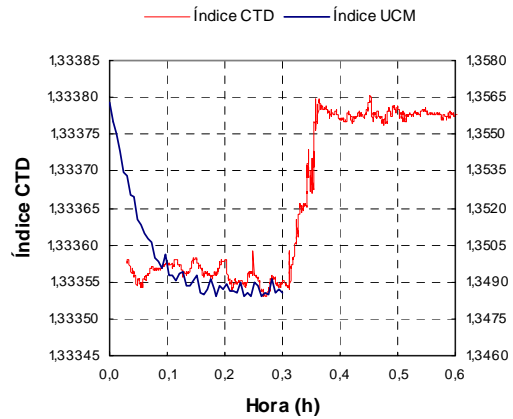


Figura 6.36: Comparación de las respuestas de la CTD y del optodo de salinidad en la medida realizada en la marina.

Todas estas circunstancias contribuyeron a impedir la obtención de resultados aceptables como los que se obtuvieron en Polonia. Sin embargo, creemos que el buen comportamiento ya quedó demostrado allí y que los malos resultados en esta segunda campaña de medidas fueron debidos a las condiciones tan extremas que se vivieron en ella.

6.4 Conclusiones

Se puede concluir que se ha conseguido uno de los objetivos principales: haber demostrado con éxito, por primera vez, el funcionamiento de este tipo de sensores ópticos en condiciones reales.

- Como validación de los resultados obtenidos en el laboratorio se han llevado a cabo campañas de medida de campo. Las medidas se llevaron a cabo de tres formas diferentes: medidas estacionarias, de arrastre y perfiles de profundidad.
- Los resultados obtenidos en dichas medidas están en muy buen acuerdo con los mostrados por una sonda CTD comercial puesto que en general el optodo sigue las variaciones del índice de refracción que registra la sonda CTD. Para las medidas estacionarias y de arrastre el sensor detecta las variaciones que se producen en tiempo real incluso variaciones muy pequeñas.

- Se ha llevado a cabo una calibración con respecto a temperatura y presión del optodo en conjunto en las instalaciones de IFREMER para ver el efecto que tiene en la respuesta el dispositivo físico.
- Se pone de manifiesto que la respuesta del optodo depende de esos parámetros por lo que el acuerdo entre las curvas en los perfiles de profundidad, las medidas en las que se producen las mayores variaciones de estos parámetros, no es tan bueno como en los otros dos casos. Se hace patente la necesidad de mejorar el método de calibración incluyendo el efecto de esos parámetros.
- Los optodos han demostrado tener durabilidad mostrando buen comportamiento en las series de medidas llevadas a cabo durante las semanas de medidas de campo (dos semanas de medidas en series de más de dos horas), presentando la ventaja añadida de que no requieren un mantenimiento complejo, bastando limpiarlos cuidadosamente con agua limpia después de cada medida.
- La posibilidad de usar una fuente LED y un fotodiodo como detector en las medidas hace el dispositivo muy compacto y simple, lo que resulta positivo para la utilización *in-situ* del optodo.

Queda demostrado a la vista de los resultados que estos instrumentos son muy indicados para su uso en medidas reales con propósito de monitorización del medio marino, y no únicamente en el laboratorio.

Referencias

- [1] M. Lehaître, M. Leclercq, D. Lepère, “Technological improvement for in situ spectroscopy applied to coastal water monitoring”, *Proceedings Oceans 98*, **3**, 1397-1400 (1998)
- [2] H.D. Kronfeldt, H. Schmidt. “Submersible Fiber-optic Sensor System for Coastal Monitoring”, *Sea Technology* Nov 1999.
- [3] Informe final del proyecto MISPEC, UE, 2001-2004.
- [4] O. Esteban, “Desarrollo y caracterización de sensores de fibra óptica para control medioambiental”, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 2001.
- [5] X. Quan, E.S. Fry, “Empirical equation for the index of refraction of seawater”, *Applied Optics* **34**, 18, 1995.

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES

El propósito de esta memoria es el desarrollo de sensores de fibras estrechadas para la determinación simultánea del grado de salinidad y temperatura del agua. Los sensores fabricados se diseñaron para explotar las diferentes cualidades de las fibras estrechadas, con objeto de, por una parte, caracterizar el comportamiento de los *tapers* en función de dichas cualidades, y por otro lado, para comprobar el amplio abanico de posibilidades que ofrecen dichas fibras para su uso como sensores. En el camino de alcanzar el objetivo de conseguir sensores operativos, los resultados obtenidos han sido variados y se resumen a continuación:

- Hemos puesto a punto el dispositivo de fabricación de los *tapers* consiguiendo fibras estrechadas con muy pocas pérdidas. Hemos fabricado *tapers* adiabáticos de cuello uniforme mediante la técnica del quemador móvil, que permite controlar los parámetros de construcción de la fibra estrechada.
- Hemos caracterizado el comportamiento de las fibras *tapered* respecto a sus dos características más importantes: su sensibilidad a cambios del índice de refracción exterior y la fuerte dependencia con la geometría del *taper*. Para ello hemos buscado los transductores adecuados que realizaran dichos efectos con el propósito de medir tanto la temperatura como variaciones en el índice de refracción.
- Hemos ensayado una primera propuesta de sensor de temperatura consistente en el depósito de un material termocrómico, lofina, sobre una fibra estrechada de cuello uniforme. Mediante una caracterización en potencia transmitida de los dispositivos se ha comprobado que su comportamiento frente a variaciones de temperatura es lineal y que el rango dinámico y sensibilidad son adecuados en el rango de temperaturas de variación del agua del mar. Hemos verificado que la sensibilidad de los sensores puede ajustarse en función de los parámetros de construcción de los *tapers*, y principalmente con la variación del diámetro del cuello de éste. Los sensores obtenidos son adecuados para su uso en el medio marino puesto que la lofina es un material hidrófobo, son robustos y de pequeño tamaño, y para su uso no necesitan un equipo sofisticado.

- Asimismo hemos ensayado una segunda propuesta de sensor de temperatura, que aprovecha la gran sensibilidad a cambios en la curvatura de las fibras *tapered*, consistente en la fijación de un *taper* de cuello uniforme en el interior de un cilindro capilar. Hemos probado cilindros capilares de diferentes materiales y la caracterización en potencia transmitida de los dispositivos resultantes ha puesto de manifiesto que la sensibilidad mejora en un orden de magnitud con respecto a los sensores de lo fina, que el rango dinámico es muy amplio y que no presentan histéresis, en el rango de temperaturas de interés. La sensibilidad y el rango dinámico pueden ser ajustados mediante una adecuada selección del material del transductor. Los sensores obtenidos son aptos para su uso en el medio acuático puesto que de nuevo son robustos (gracias a la protección que el capilar le confiere a la fibra estrechada), sencillos y de pequeño tamaño, y cuyo esquema de alimentación y detección vuelve a ser simple y apto para medidas *in-situ*.
- Hemos ensayado también una propuesta de sensor de índice de refracción, que aprovecha la sensibilidad que muestran las fibras *tapered* a cambios en el índice de refracción del medio externo, basado en la resonancia de plasmones superficiales debida al depósito de un doble recubrimiento asimétrico (metal – dieléctrico) sobre una fibra *tapered* de cuello uniforme. Los hemos caracterizado tanto en potencia transmitida como espectralmente. Hemos observado la aparición de resonancia de plasmones superficiales en ambas caracterizaciones, aunque es más conveniente hacerlo espectralmente puesto que en ese caso se puede percibir la aparición de varios mínimos cada uno de los cuales corresponde a un plasmón superficial como resultado de la pérdida de simetría. Hemos mostrado cómo la determinación de la posición de éstos mejora cuando se controla la polarización puesto que la asimetría les hace dependientes de ella, sin embargo, no es tan crítico como en el caso de las fibras tipo D y podría utilizarse sin controlarla simplificando así el montaje. Hemos comprobado que es la zona del cuello la responsable de la excitación de los plasmones. El desplazamiento mostrado por la posición de los mínimos debido a la variación del índice de refracción externo hemos demostrado que es lineal y que puede ajustarse el rango dinámico del sensor mediante la elección adecuada del mínimo. Hemos visto cómo el punto de funcionamiento del sensor puede ser también ajustado variando el diámetro del cuello del *taper*. La fibra con que se fabrican los sensores ha resultado ser un factor decisivo en el comportamiento de los sensores.
- Para finalizar, hemos llevado a cabo varias campañas de medida de campo con un sensor basado en la resonancia de plasmones superficiales debida al depósito de un

doble recubrimiento (metal – dieléctrico) sobre una fibra D desarrollado por el equipo de investigación en el pasado. Se realizaron tres tipos de medidas: estacionarias, de arrastre y perfiles de profundidad. Los datos obtenidos fueron comparados con los que proporcionaba una sonda CTD comercial. Hemos obtenido un buen acuerdo entre las dos señales y hemos comprobado que nuestro sensor sigue prácticamente en tiempo real las variaciones de la salinidad mostradas por la sonda, excepto en el caso de los perfiles de profundidad en que además empieza a fallar cuando se pasa de los 50 m. Hemos realizado una caracterización del comportamiento del optodo en función de la temperatura y la presión y hemos comprobado que ambos parámetros tienen un efecto acusado sobre la respuesta del sensor por lo que se hace patente la necesidad de corregir la calibración de los sensores respecto a estos efectos sobre el conjunto del optodo. La conclusión más relevante es que se ha comprobado por primera vez el funcionamiento de un sensor óptico de este tipo en condiciones reales, validando los resultados obtenidos con ellos en el laboratorio. Los sensores han demostrado tener una durabilidad adecuada con un escaso mantenimiento y el equipo necesario para su funcionamiento es simple y apto para medidas *in situ*.

Este trabajo ha dado lugar a distintos prototipos que hemos fabricado y probado experimentalmente, así como a varias publicaciones y comunicaciones a congresos.

ANEXO: Publicaciones y contribuciones a congresos

El desarrollo de estas tareas ha dado lugar a una serie de comunicaciones científicas en congresos nacionales e internacionales, así como la publicación de varios artículos en revistas internacionales, que pasamos a detallar a continuación.

Artículos en revistas internacionales:

- F.J. Bueno, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, A. Gonzalez-Cano, “Sensing properties of asymmetric double-layer-covered tapered fibres”, *Applied Optics* **43**(8), 1615-1620 (2004).
- N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, A. Gonzalez-Cano, “Fibre-optics temperature sensor based on the deposition of a thermochromic material on an adiabatic taper”, *Measurement Science and Technology* **15**(2), 353-358 (2004).
- A. Gonzalez-Cano, F.J. Bueno, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, “Multiple surface plasmon resonance in uniform-waist tapered optical fibres with asymmetric double-layer deposition”, *Applied Optics* **44**(4), 519-526 (2005).

Comunicaciones científicas a congresos internacionales:

- H. Schmidt, H.D. Kronfeldt, M. Maiwald, L. Gallasch, J. Konat-Stepowicz, M. Lehaitre, A. Lenoac'h, J. Pfannkuche, H. Amann, M. Szymczak-Zyla, A. Filipkowska, L. Lubecki, G. Kowalewska, Ó. Esteban, M.C. Navarrete, N. Díaz-Herrera, A. González-Cano, E. Bernabeu, C. Gibson, B. Mac Craith, M. Leclerq, "Optical in-situ sensing in the ocean-first results of the MISPEC field trial in the Gulf of Gdansk", aceptada como poster en *OMARC* (Ocean Margin Research Conference), Paris (Francia), 15-17 Septiembre 2003.
- F.J. Bueno, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, A. González-Cano, E. Bernabeu, “Transmisión properties of tapered optical fibres with double-layer deposition used as refractive index sensors”, aceptada como póster en *OFS-16* (16th International Conference on Optical Fiber Sensors), Nara (Japón), 13-17 octubre 2003.
- N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, A. González-Cano, “Temperature sensor based on the deposition of a thermochromic material on a tapered optical

fibres”, aceptada como póster en *OFS-16* (16th International Conference on Optical Fiber Sensors), Nara (Japón), 13-17 octubre 2003.

- A. González-Cano, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, "Use of fiber-optics optodes for monitoring of sea water: towards an optical CTD probe", aceptada como comunicación oral en *EUROPT(R)ODE VII* (Seventh European Conference on Optical Chemical Sensors and Biosensors), Madrid (España), 4-7 Abril 2004.
- H.D. Kronfeldt, H. Schmidt, M. Maiwald, L. Gallasch, J. Konat-Stepowicz, M. Lehaitre, A. Lenoac'h, J. Pfannkuche, H. Amann, M. Szymczak-Zyla, A. Filipkowska, L. Lubecki, G. Kowalewska, Ó. Esteban, M.C. Navarrete, N. Díaz-Herrera, A. González-Cano, E. Bernabeu, C. Gibson, B. Mac Craith, M. Leclercq, B. Roussel, "Multiparametric in-situ spectroscopic measuring system for coastal monitoring employed under field conditions in the Gulf of Gdansk (Baltic Sea)", aceptada como comunicación oral en *ISOPE-2004* (The Fourteenth International Offshore and Polar Engineering Conference), Toulon (Francia), 23-28 Mayo 2004.
- N. Díaz-Herrera, Ó. Esteban, M.C. Navarrete, A. González-Cano, "Fiber-optic salinity probe", aceptada como poster en *EWOFs'04* (Second European Workshop on Optical Fibre Sensors), Santander (España), 9-11 Junio 2004.
- F.J. Bueno, A. González-Cano, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, "Uniform-waist tapered optical fibers with double-layer deposition", aceptada como poster en *EWOFs'04* (Second European Workshop on Optical Fibre Sensors), Santander (España), 9-11 Junio 2004.

Comunicaciones científicas a congresos nacionales:

- N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, A. González-Cano, "Temperature sensor based on thermochromic materials deponed on tapered optical fibres", aceptado como póster en *OPTOEL '03*, Universidad Carlos III, Leganés (Madrid), 14-16 julio 2003.
- N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, Ó. Esteban, A. González-Cano, "Aplicación de las fibras ópticas estrechadas a la medida de temperatura", aceptada como póster para la VII *Reunión Nacional de Óptica*, Santander, 8-12 septiembre 2003.

- F.J. Bueno, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, A. González-Cano, E. Bernabeu, “Sensores de índice de refracción basados en estructuras multicapas depositadas sobre fibras ópticas estrechadas”, aceptada como póster para la VII *Reunión Nacional de Óptica*, Santander, 8-12 septiembre 2003.
- F.J. Bueno, Ó. Esteban, N. Díaz-Herrera, M.C. Navarrete, E. Bernabeu, “Viabilidad del uso de fibras ópticas estrechadas con estructura multicapa como sensores de índice de refracción”, aceptada como póster para el XVIII Symposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio (*URSI*), A Coruña, 10-12 septiembre 2003.
- M.C. Navarrete, N. Díaz-Herrera, A. González-Cano, Ó. Esteban, “New generation of fiber-optic refractometers based on doubly-deposited tapered optical fibers”, aceptado como póster en *OPTOEL '05*, Universidad Miguel Hernández de Elche, Elche (Alicante), 13-15 julio 2005.