

E.T.S. de Ingeniería Industrial,  
Informática y de Telecomunicación

# Diseño de interferómetros de fibra óptica para detección de formación de hielo



Grado en Ingeniería  
en Tecnologías de Telecomunicación

Trabajo Final de Grado

Autor: Jesús Antonio Arozarena Arana

Tutores: Silvia Díaz Lucas

Abián Bentor Socorro Leránoz

UPNA - Pamplona, 06/06/2018

upna

Universidad Pública de Navarra  
Nafarroako Unibertsitate Publikoa

## Agradecimientos

Después de un intenso período de 6 años, hoy es el día que con este trabajo de fin de grado finalizo esta aventura y recojo sus frutos. Ha sido un período de aprendizaje intenso, no solo en el campo científico, pero también a nivel personal. Ha sido muy duro compaginar familia, trabajo y estudios y por eso agradezco de todo corazón a todas aquellas personas que me han ayudado y apoyado durante este proceso.

Primero de todo, y mi pilar fundamental en esta loca aventura, me gustaría agradecer a mi mujer Cristina, que me apoyo desde el primer momento cuando decidí inscribirme en el grado y de este modo cumplir mi sueño de estudiar lo que me gustaba. Sin tu gran ayuda, no hubiese podido realizar este sueño. Has tenido mucha paciencia y nunca te podre compensar lo suficiente para agradecértelo, llevando la mayor parte del peso de la familia y el hogar durante este periodo de tiempo.

A mis hijos Adrián e Iván, que también me han apoyado a su manera, y asumiendo que su “papa”, ese ratito tenía que estar estudiando y comportándose de manera ejemplar. Me habéis apoyado enormemente y siempre habéis estado ahí para ayudarme cuando lo necesitaba.

Además, me gustaría darles las gracias a mis tutores Silvia Diaz Lucas y Abián Bentor Socorro Leránoz, por su valiosa ayuda. Definitivamente me habéis brindado todas las herramientas y conocimientos necesarios para completar mi trabajo de fin de grado satisfactoriamente.

También me gustaría agradecer a mis padres por su ayuda, gran apoyo y su comprensión, siempre habéis estado ahí para ayudarnos en todo.

Finalmente, quiero agradecer a mi empresa BSH Electrodomésticos España S.A. por proporcionar el congelador necesario para llevar a cabo los experimentos.

*"El pensador  
sabe considerar las  
cosas más sencillas  
de lo que son".*

Friedrich Wilhelm Nietzsche.

## Resumen

El objetivo que seguimos en este Trabajo Fin de Grado es el estudio de un sensor de hielo. Usaremos estructuras ópticas que puedan variar sus propiedades con el agua congelada a su alrededor.

En este TFG trabajaremos desde el punto de vista del índice de refracción, algo novedoso en este campo, ya que existen diferencias entre la temperatura de medición o la formación de hielo. Para este propósito, este trabajo primero obtendrá el resultado de las estructuras interferométricas encargadas de detectar la formación de hielo, MCM, SMS y E-SMS, así como la configuración óptica. Luego, se mostrará una caracterización tanto de la detección de temperatura como de la formación de agua helada, para establecer las diferencias entre la detección de temperatura y la detección de congelación. Finalmente, se extraerán algunas conclusiones sobre el uso de esta plataforma de detección simple como detector de hielo.

Son numerosas las aplicaciones que podemos ofrecer con nuestro sensor detector de hielo. Entre ellas está la de detectar la formación de hielo en las alas de aviones o rotores de helicópteros, en las palas de aerogeneradores y en la cuba de refrigeradores.

Una vez detectada la formación de hielo en nuestro interferómetro, esa detección óptica podemos transformarla en una señal eléctrica que nos dé una alerta y de este modo actuar rápidamente.

Las perspectivas de desarrollo del área son muy interesantes y nosotros obtenemos interferómetros con estructuras MCM, SMS y E-SMS de fibras ópticas y su aplicación como sensor de temperatura y detección de hielo.

Con la estructura MCM obtenemos una evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación de aproximadamente 7 nm de desplazamiento durante el proceso de congelación.

Con la estructura SMS obtenemos una evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación de aproximadamente 10 nm de desplazamiento durante el proceso de congelación.

Con la estructura E-SMS obtenemos una evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación de aproximadamente 13 nm de desplazamiento durante el proceso de congelación.

Con nuestras estructuras MCM, SMS y E-SMS, se puede decir que se ha caracterizado diferentes interferómetros de fibra óptica para detectar la formación de hielo con tres estructuras diferentes. Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

## Palabras clave

Interferometría, sensores de fibra óptica, índice de refracción, congelación, hielo.

## Índice

<b>Capítulo 1. Motivación y antecedentes</b> .....	11
1.1 Introducción y estado del arte .....	11
1.2 Sensores de fibra óptica .....	12
1.3 Enfoque general y objetivos.....	13
1.4 Fundamentos teóricos.....	13
1.4.1 Índice de refracción .....	13
1.4.2 Ley de Snell .....	14
1.4.3 Fibra óptica .....	15
1.4.3.1 Monomodo .....	16
1.4.3.2 Multimodo .....	17
1.4.4 Interferometría.....	18
1.4.4.1 Interferometría de fibra óptica.....	20
1.4.5 Formación de hielo .....	21
<b>Capítulo 2. Objetivos</b> .....	25
<b>Capítulo 3. Materiales y metodología</b> .....	26
3.1 Fibras ópticas utilizadas y principales características. ....	26
3.1.1 SMF (Single Mode Fiber) .....	26
3.1.2 MMF .....	26
3.1.3 No Core Fiber 125 $\mu\text{m}$ .....	26
3.2 Fusión de fibras .....	27
3.3 Etching.....	28
3.4 Instrumental.....	29
3.4.1 Espectrómetros .....	29
3.4.1.1 NIR 512.....	29
3.4.1.2 OSA .....	30
3.4.2 Fuentes de luz.....	30
3.4.2.1 Spectral Products.....	30
3.4.2.2 ANDO .....	31
3.4.2.3 Sled.....	31
3.5 Arduino.....	32
3.6 Sondas de temperatura.....	34
3.6.1 PT100 .....	34

3.6.2 Termopar Tipo T .....	35
3.7 Frigoríficos.....	36
3.7.1 Frigo y congelador para las pruebas iniciales.....	37
3.7.2 Combi Siemens BSH.....	37
<b>Capítulo 4. Experimentos y resultados .....</b>	<b>39</b>
4.1 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica MCM .....	39
4.1.1 Introducción .....	39
4.1.2 Descripción de la estructura óptica.....	40
4.1.3 Configuración experimental .....	41
4.1.4 Resultados .....	42
4.2 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica SMS.....	46
4.2.1 Introducción .....	46
4.2.2 Descripción de la estructura óptica.....	47
4.2.3 Configuración experimental .....	48
4.2.4 Resultados .....	49
4.3 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica E-SMS.....	53
4.3.1 Introducción .....	53
4.3.2 Descripción de la estructura óptica.....	53
4.3.3 Configuración experimental .....	54
4.3.4 Resultados .....	55
<b>Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras .....</b>	<b>61</b>
5.1 Conclusiones.....	61
5.2 Líneas futuras .....	64
<b>Capítulo 6. Bibliografía y referencias .....</b>	<b>65</b>
<b>Capítulo 7. Anexos .....</b>	<b>68</b>
Anexo 1. Fibra coreless. ....	68
Anexo 2. Fuente Spectral Products. ....	69
Anexo 3. Fuente ANDO.....	70
Anexo 4. Fibra monomodo G.652.D.....	72
Anexo 5. Fibra multimodo 62,5 OM1.....	73
Anexo 6. Solicitud combi BSH.....	74
Anexo 7. Código Arduino para PT 100.....	75
Anexo 8. Código Arduino para Termopar T.....	76
Anexo final.....	77

Estructura SHS (SMF – Hollow-Core – SMF).....	77
Estructura MHM (MMF – Hollow-Core – MMF) .....	78
<b>Anexo Abstract OFS 2018</b> .....	79

## Índice de figuras

<b>Capítulo 1. Motivación y antecedentes</b> .....	11
Figura 1. Ley de Snell .....	14
Figura 2. Composición típica de una fibra óptica .....	15
Figura 3. Estructura típica de una fibra óptica monomodo.....	16
Figura 4. Estructura típica de una fibra óptica multimodo .....	17
Figura 5. Contraste entre fibras ópticas .....	17
Figura 6. Configuración interferómetro Fabry-Perot .....	19
Figura 7. Configuración interferómetro Mach-Zhender.....	19
Figura 8. Configuración interferómetro Fizeau.....	20
Figura 9. Configuración de un interferómetro Mach-Zhender basado en un sensor de guía de onda óptica.....	21
Figura 10. Sólido-líquido.....	22
Figura 11. Enlace covalente.....	23
 <b>Capítulo 2. Objetivos</b> .....	 25
 <b>Capítulo 3. Materiales y metodología</b> .....	 26
Figura 12. Configuración proceso de etching.....	28
Figura 13. Espectrómetro NIR-512.....	29
Figura 14. Espectrómetro OSA.....	30
Figura 15. Espectro luz fuente.....	31
Figura 16. Fuente ANDO.....	31
Figura 17. Fuente SLed.....	32
Figura 18. Placa de desarrollo Arduino.....	33
Figura 19. Parallax-DAQ.....	33
Figura 20. Configuración PT 100 y Arduino.....	35
Figura 21. Configuración Termopar T y Arduino y Arduino .....	36
Figura 22. Congelador y frigorífico.....	37
Figura 23. Evolución de la temperatura de un ciclo congelación-descongelación.....	38
Figura 24. Combi Siemens como cámara climática.....	38

<b>Capítulo 4. Experimentos y resultados</b> .....	39
Figura 25. Espectro de las primeras pruebas de la estructura MCM.....	39
Figura 26. Espectro de la estructura MCM.....	40
Figura 27. Estructura MCM (L = 30 mm, D = 125 $\mu$ m).....	40
Figura 28. Configuración experimental MCM para realizar la detección de hielo.....	41
Figura 29. Evolución de 3 ciclos de congelación-descongelación con la estructura MCM .....	42
Figura 30. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la $\lambda$ .....	43
Figura 31. Espectro original de la estructura MCM con segmento coreless de 30 mm.....	44
Figura 32. Desplazamiento de la $\lambda$ de la banda interferométrica analizada.....	44
Figura 33. Ciclo congelación-descongelación.....	45
Figura 34. Espectro original de la estructura SMS con segmento coreless de 58 mm....	46
Figura 35. Estructura SMS (L = 58 mm, D = 125 $\mu$ m).....	47
Figura 36. Pantalla soldadura.....	47
Figura 37. Configuración experimental SMS para realizar la detección de hielo.....	48
Figura 38. Sensibilidad SRI de los interferómetros basados en SMS. Las tendencias teóricas y experimentales combinan bastante bien. ....	49
Figura 39. Evolución de 1 ciclo congelación-descongelación con la estructura SMS.....	50
Figura 40. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la longitud de onda. Se pueden distinguir los estados de agua y hielo.....	50
Figura 41. Desplazamiento de la $\lambda$ de la banda interferométrica analizada.....	51
Figura 42. Evolución de la sensibilidad durante el proceso de congelación.....	52
Figura 43. Estructura E-SMS (L = 15 mm, D = 125 $\mu$ m, d = 30 $\mu$ m).....	53
Figura 44. Configuración experimental para realizar la detección de hielo.....	54
Figura 45. Espectros originales de la SMS con segmento coreless de 58 mm y la estructura de E-SMS.....	55
Figura 46. Sensibilidad SRI de los interferómetros basados en SMS. Las tendencias teóricas y experimentales combinan bastante bien.....	56
Figura 47. Evolución de las cinco interferometrías de nuestra estructura E-SMS.....	57
Figura 48. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la longitud de onda de la primera interferometría. Se pueden distinguir los estados de agua y hielo, así como las transiciones entre ellos.....	57
Figura 49. Desplazamiento de la $\lambda$ de la banda interferométrica analizada.....	58

Figura 50. Evolución de la sensibilidad durante los procesos de congelación-descongelación.....	59
<b>Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras .....</b>	<b>61</b>
<b>Capítulo 6. Bibliografía y referencias .....</b>	<b>65</b>
<b>Capítulo 7. Anexos.....</b>	<b>68</b>
Figura 51. Comparación de estructuras SHS con diferentes longitudes.....	78

### Índice de tablas

<b>Capítulo 1. Motivación y antecedentes .....</b>	<b>11</b>
Tabla 1. Índices de refracción típicos.....	15
Tabla 2. Características de una fibra óptica monomodo standard ITU-T G.6.....	18
<b>Capítulo 2. Objetivos .....</b>	<b>25</b>
<b>Capítulo 3. Materiales y metodología.....</b>	<b>26</b>
Tabla 3. Parámetros básicos de la fibra óptica.....	27
<b>Capítulo 4. Experimentos y resultados.....</b>	<b>39</b>
<b>Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras .....</b>	<b>61</b>
<b>Capítulo 6. Bibliografía y referencias .....</b>	<b>65</b>
<b>Capítulo 7. Anexos .....</b>	<b>68</b>

## Índice de acrónimos

TFG = Trabajo Fin de Grado.

OSA = Analizador de espectros ópticos.

ANDO = Fuente de luz blanca.

SLED = Fuente de luz blanca.

NIR 512 = Analizador de espectros ópticos.

SMF = Fibra monomodo estándar.

MMF = Fibra multimodo estándar.

HCF = Hollow Core Fiber.

Etching = proceso químico para reducir el diámetro de nuestra fibra.

Coreless = Fibra multimodo sin núcleo.

MCM = Estructura multimodo-coreless-multimodo.

SMS = Estructura monomodo-coreless-monomodo.

E-SMS = Estructura SMS con etching.

SRI = Índice de refracción circundante.

# Capítulo 1. Motivación y antecedentes

## 1.1 Introducción y estado del arte

En los últimos años, los sensores de fibra óptica han atraído una gran atención debido a sus ventajas, por ejemplo, detección bioquímica y monitorización de seguridad [1,2]. Numerosas ventajas respaldan este creciente interés, como el pequeño tamaño, la inmunidad a las interferencias electromagnéticas, la capacidad de detección remota, la alta sensibilidad y la respuesta predominantemente lineal ante cambios en sus propiedades [3].

La motivación para realizar este TFG es alertar a la formación de hielo en las alas de los aviones y de este modo aumentar la seguridad en el transporte aéreo. Además, hay muchas aplicaciones donde un detector de hielo es crucial para garantizar un correcto funcionamiento de las máquinas. Entre ellos, la formación de hielo en las alas de los aviones o rotores de helicópteros y en las palas de las turbinas eólicas [4]. Un antecedente que marca el estudio de este campo, puede ser el accidente aéreo del vuelo internacional 447 de Air France, entre Río de Janeiro y París en 2009, en el que el sensor de velocidad del avión se congeló y junto con una serie de fallos humanos, se cobró la cifra de 228 fallecidos [5].

En la actualidad, el sistema detector de hielo que domina el mercado de la aeronáutica es un prototipo de la compañía norteamericana BFGoodrich® (antigua Goodrich Corp.) y está montado en el fuselaje del avión. El dispositivo es una pieza cilíndrica de metal de unos pocos centímetros de longitud en la que incide el flujo de aire [6]. Esta pieza vibra a alta frecuencia. Sin embargo, cuando se llena de hielo, la frecuencia de vibración disminuye. Esa es la forma de alertar sobre la presencia de hielo. El problema es que es fiable para detectar la formación de hielo en la barra, pero no en las alas, por lo que es necesario encontrar otro método basado en un sensor de hielo que detecte la congelación en las alas.

Con respecto a la detección de formación de hielo en aerogeneradores eólicos, generalmente se instalan diferentes tipos de sensores en las turbinas eólicas y otras superficies para detectar cambios en la temperatura, presión o vibración de las palas por el giro de estas. Un buen ejemplo es la medición de aceleración por el "Sensor fos4Acc 2D (dyn, 1550nm)" [7]. Debido al principio de medición óptica y la insensibilidad asociada con la interferencia electromagnética y los rayos, es ideal para el análisis de vibración de las palas de los rotores que están en los parques de energía eólica. En combinación con el instrumento de medición fos4Test dyn [8], forman el núcleo del sistema para la detección de hielo en las palas de los molinos de los parques de energía eólica según el estándar alemán DIN 45662 [9].

En este trabajo fin de grado se aborda una aproximación óptica basada en fibra óptica. En este sentido, es interesante señalar que hay muchos sensores detectores de hielo, aunque la mayoría de ellos usan técnicas de detección basadas en variaciones de temperatura o presión fuera del propio sensor. A continuación, describimos brevemente algunos estudios que nos han parecido más interesantes en términos de detección de hielo, aunque no hemos encontrado nada específico sobre lo que ocurre cuando el agua que rodea la fibra óptica se congela.

En uno de ellos, fabrican un interferómetro de fibra óptica Fabry-Perot utilizando una fibra de tipo cristal fotónico de núcleo hueco (HCPCF), fusionada a una fibra monomodo (SMF). Este sensor responde a incrementos de temperatura controlados cuando se introduce en un líquido [10]. La estructura interferométrica está compuesta por varias cavidades Fabry-Perot

intrínsecas. En ellas la excitación de varios modos genera una banda interferométrica con un rango espectral de 0,1 nm y una atenuación cercana a 6 dB. Obtienen una sensibilidad y resolución de 27 pm / ° C y 0.7 °C, respectivamente.

En otra contribución, fabrican un interferómetro de fibra óptica para hacer una detección optofluídica acoplado la luz de una SMF a una HCPCF o excitando ciertos modos usando fibras de cristal fotónico (PCF), en la que se abre un pequeño micro-agujero en su superficie y tienen una sensibilidad de índice de refracción de alrededor de 2508 nm / RIU para NaCl [11].

En otra investigación, usan PCF que se llenan total y parcialmente con etanol y se demuestran sus aplicaciones como interferómetros modales para la detección de temperatura. A diferencia de las fibras de cristal fotónico de núcleo sólido (PCF) llenas de etanol, los PBF llenos de etanol son mucho más fáciles de excitar los modos de cubierta de orden superior, y la diferencia de índice de refracción efectiva entre los modos de interferencia puede ser 26.6 veces superior que la del PCF de núcleo sólido relleno de etanol. La PCF se fusiona a una fibra SMF y los resultados experimentales muestran que el relleno completo de etanol tiene una sensibilidad térmica de hasta -292 pm / ° C mientras que el parcialmente lleno con etanol se cambia a -120 pm / ° C [12].

Finalmente, la contribución más similar a nuestro estudio es una patente de la URV (Universidad Rovira i Virgili) que consiste en una guía de onda que trabaja a una longitud de onda de entre 3000 y 5000 nm [13], por tanto, en el infrarrojo medio. Su método de detección está basado en resonancias y absorción al vibrar. Es un sensor de superficie resistente a ambientes agresivos, para monitorizar la fase sólida del agua y la formación de escarcha. Este sensor puede detectar capas de hielo de espesores nanométricos ( $\approx 100$  nm) a microscópicos ( $\approx 30$   $\mu$ m o superiores).

Las contribuciones mencionadas anteriormente se pueden asociar con nuestras investigaciones, pero la que más se puede asemejar es la de la URV [13], que esta patentada [27]. Dicha contribución usa una guía de ondas y con una longitud de trabajo mucho mayor que la nuestra. Nosotros tenemos tres estructuras sensoras diferentes y podemos adaptar nuestro sensor a cada situación.

Las perspectivas de desarrollo del área son muy interesantes y hay muchas empresas interesadas en su desarrollo. Incluso hay un proyecto a nivel internacional JEDI-ACE (Japanese-European De-Icing Aircraft Collaborative Exploration), que es un programa de I+D entre Europa y Japón que estudia cómo evitar, alertar y eliminar el hielo que se acumula en las alas. Actualmente la URV (Universidad Rovira i Virgili), pertenece a este proyecto y están trabajando con guía de ondas, pero nosotros lo hacemos consiguiendo interferometrías con estructuras MCM, SMS y E-SMS de fibras ópticas y su aplicación como sensor de temperatura y detección de hielo.

## 1.2 Sensores de fibra óptica

En la actualidad podemos hacer una clasificación general de los sensores en dos tipos intrínsecos y extrínsecos.

- Los sensores intrínsecos son aquellos en los que la fibra es el elemento sensor.
- Los sensores extrínsecos son aquellos en los que la fibra se utiliza para transportar las señales desde un sensor remoto hasta un sistema electrónico que procesa las señales.

Las fibras ópticas pueden usarse como sensores para medir diferentes magnitudes: temperatura, torsión, presión, humedad, gases, campos eléctricos o magnéticos, vibraciones y otros valores. Además, debido a su pequeño tamaño y el hecho de que por ellas no circula corriente eléctrica, le dan ciertas ventajas respecto a los sensores eléctricos, como su bajo peso (y por tanto, portabilidad) e inmunidad a las interferencias electromagnéticas.

En muchos casos pueden trabajar en condiciones extremas de temperatura y humedad, mejorando de este modo las características de los sensores de electrónicos, y pueden trabajar en ambientes especiales desde aplicaciones médicas hasta entornos explosivos, como centrales nucleares o eléctricas, y otros espacios en los que se pueden concentrar alto índice de gases.

Son usados y demandados en múltiples sectores, ya que tienen un potencial enorme debido a sus características. Muchos de estos sensores de fibra óptica tienen bajo coste económico, por lo que los hace muy interesantes para la industria y múltiples servicios.

### 1.3 Enfoque general y objetivos

En este apartado para comprender adecuadamente nuestro trabajo fin de grado, se explicarán los fundamentos teóricos, el tipo de fibras empleado durante los experimentos, los dispositivos y los procesos químicos y manuales empleados para la elaboración de las diferentes pruebas consiguiendo interferometrías con estructuras MCM, SMS y E-SMS de fibras ópticas y su aplicación como sensor de temperatura y detección de hielo.

### 1.4 Fundamentos teóricos

#### 1.4.1 Índice de refracción

La refracción de la luz es un cambio de velocidad que sufre la luz por la flexión que sufre ésta, cuando pasa a un medio con una velocidad de propagación diferente. Concretamente, cuando la luz pasa de un medio de propagación rápido (menor índice de refracción) a otro más lento (mayor índice de refracción), cambia de dirección el rayo de luz hacia la perpendicular de la línea normal de la superficie de contacto entre los dos medios.

El índice de refracción (**n**) es igual al cociente entre la velocidad de la luz en el vacío (**c**), y la velocidad de la luz en el medio (**v**). Donde la velocidad de la luz en el vacío es aproximadamente  $3 \cdot 10^8$  m/s.

La fórmula del índice de refracción es:

$$n = \frac{c}{v}$$

Según la longitud de onda que tenga la luz, tendremos cierta dispersión, que nos dará pequeñas variaciones en el índice de refracción.

En nuestro Trabajo Fin de Grado, nos centramos en los valores de índice de refracción del aire, agua y hielo, siendo interesantes las diferentes variaciones de **n** en el cambio de estado durante la congelación del agua de estado líquido (agua) a estado sólido (hielo) y en la descongelación del agua al pasar de estado sólido (hielo) a estado líquido (agua).

A continuación, mostramos una tabla en la que podemos ver los diferentes índices de refracción de materiales con los que se va a trabajar a lo largo del proyecto:

Material	n
Vacío	1
Aire	1,0002926
Hielo	1,308
Agua	1,321

Tabla 1. Índices de refracción típicos [17-18].

#### 1.4.2 Ley de Snell

En óptica la ley de Snell es la relación entre el camino tomado por un rayo de luz al cruzar el límite o la superficie de separación entre dos sustancias en contacto y el índice de refracción de cada una de ellas. Esta ley fue descubierta en 1621 por el astrónomo y matemático holandés Willebrord Snell. La ley de Snell no fue publicada hasta que Christiaan Huygens lo mencionó en su tratado sobre la luz.

La ley de Snell se usa para calcular el ángulo de refracción que tiene la luz al pasar entre dos medios que propagan la luz con un índice de refracción diferente. Como la refracción es el cambio de dirección y velocidad que experimenta una onda al pasar de un medio a otro, este fenómeno solo se producirá si esta onda índice oblicuamente sobre la superficie de separación que hay entre los dos medios y si estos tienen diferentes índices de refracción.

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$$

Donde  $n_1$  y  $n_2$  son los índices de refracción, y  $\theta_1$ ,  $\theta_2$  son el ángulo de incidencia de la onda.

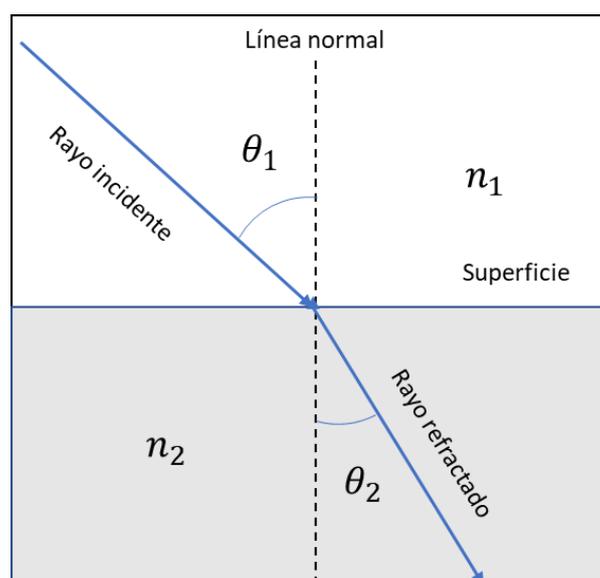


Figura 1. Ley de Snell.

En la figura 5,  $n_1$  y  $n_2$  representan los índices de refracción para los dos medios,  $\theta_1$  y  $\theta_2$  son los ángulos de incidencia y refracción que el rayo R forma con la línea normal (perpendicular) en el límite.

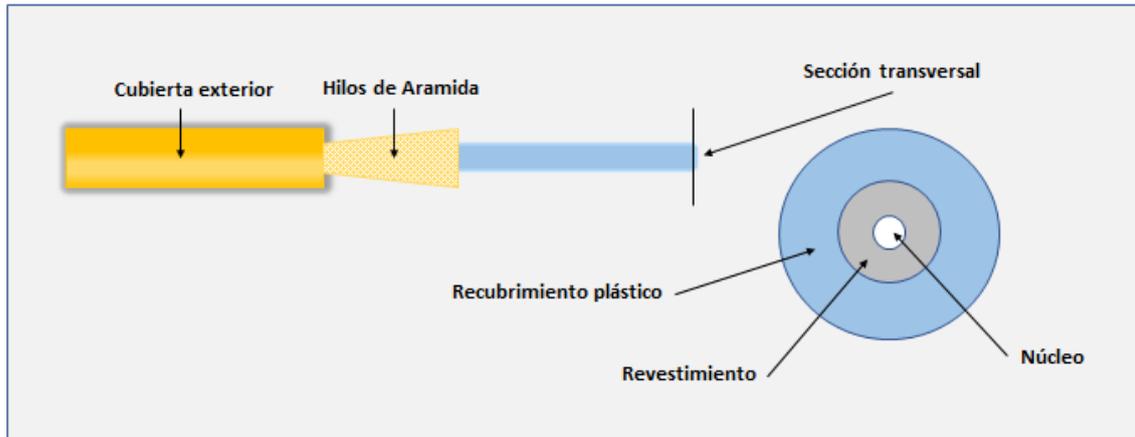


Figura 2. Composición típica de una fibra óptica.

Debido a que la relación  $n_1/n_2$  es una constante para cualquier longitud de onda de luz dada, la relación de los dos senos es también una constante para cualquier ángulo. Por lo tanto, el camino de un rayo de luz se inclina hacia la normal cuando el rayo entra en una sustancia con un índice de refracción más alto que aquel del que proviene.

#### 1.4.3 Fibra óptica

La fibra óptica es un medio de transmisión de haces de luz fabricada en sílice, materiales plásticos y otros materiales. Es una guía de ondas dieléctrica que opera a diferentes longitudes de onda.

Cada fibra consta de un núcleo central con un alto índice de refracción, y rodeando al núcleo nos encontramos con una cubierta que tiene un índice de refracción un poco inferior. Cuando la luz se desplaza del medio que tiene mayor índice de refracción hacia el que tiene un índice de refracción menor, se refleja la mayor parte de la luz y entonces transmite la luz a lo largo de toda la fibra óptica.

Actualmente, las fibras se utilizan ampliamente en redes de datos y telecomunicaciones, gracias a su baja atenuación, gran ancho de banda, bajo coste y por ser inmune a las interferencias electromagnéticas.

Las fibras ópticas tienen multitud de aplicaciones como: redes de telecomunicaciones, sensores de fibra óptica, iluminación y guía de onda en aplicaciones médicas o industriales.

En este trabajo fin de grado, la usaremos como un sensor para detectar los aumentos y decrementos de temperatura y la detección de formación de hielo.

En el interior de una fibra óptica (núcleo), el haz de luz se va reflejando contra las paredes y se propaga manteniendo toda la luz en su interior por la diferencia de índices de refracción entre núcleo y cubierta.

Su funcionamiento podemos explicarlo aplicando las leyes de la óptica principalmente, la ley de la refracción (principio de reflexión interna total) y la Ley de Snell.

### 1.4.3.1 Monomodo

En una fibra óptica monomodo solamente se propaga un único modo, el modo fundamental. Este único modo de propagación se consigue reduciendo el diámetro del núcleo hasta unos 8-10  $\mu\text{m}$ . Dicho modo recoge la poca luz que se puede acoplar en su interior y la transporta. A pesar del pequeño diámetro del núcleo, puede haber unos pocos rayos que se propaguen por reflexión total interna.

Dadas las características de las fibras ópticas monomodo, nos permiten alcanzar grandes distancias y mayores anchos de banda sin pérdidas de señal que las fibras multimodo.



Figura 3. Estructura típica de una fibra óptica monomodo [14].

La Recomendación UIT-T G.652 describe las características geométricas, mecánicas y de transmisión de fibras y cables ópticos monomodo cuya longitud de onda de dispersión nula está situada en torno a 1310 nm. En un principio, la fibra UIT-T G.652 fue diseñada para funcionar óptimamente en la región de longitud de onda de 1310 nm, pero puede asimismo utilizarse en la región de 1550 nm.

La fibra monomodo o estándar, es conocida por sus siglas en inglés SMF (Standard Single Mode Fiber), según la ITU-T G.652 tiene las siguientes características:

ITU-T G.652. FIBRA MONOMODO <i>STANDARD</i> .	
.Longitud onda corte	1,18 a 1,27 $\mu\text{m}$
.Diámetro del campo modal	9,3 (8 a 10) $\mu\text{m}$ (tolerancia 10%)
.Diámetro del revestimiento	125 $\mu\text{m}$ (tolerancia 3 $\mu\text{m}$ )
.Recubrimiento de silicona Coating	245 $\mu\text{m}$ (tolerancia 10 $\mu\text{m}$ ). Acrilato curado con UV.
.Error de circularidad del revestimiento	2%
.Error de concentricidad del campo modal	1 $\mu\text{m}$
.Atenuación	de 0,4 a 1 dB/km en 1300 nm
.Atenuación	de 0,25 a 0,5 dB/km en 1550 nm
.Dispersión cromática 1285-1330 nm	3,5 ps/km.nm
.Dispersión cromática 1270-1340 nm	6 ps/km.nm
.Dispersión cromática en 1550 nm	20 ps/km.nm

Tabla 2. Características de una fibra óptica monomodo standard ITU-T G.652 [15].

### 1.4.3.2 Multimodo

Las fibras ópticas multimodo, permiten la propagación de varios modos a la vez y permite que los haces de luz reboten en las paredes del revestimiento, por lo que hay más pérdidas y dispersión que en las fibras monomodo, por ello son usadas en redes de bajas prestaciones para distancias cortas y bajos anchos de banda, como uso en el hogar o redes en empresas

Al tener más modos simultáneos, tenemos una mayor cantidad de haces de luz viajando al mismo tiempo a través del núcleo. En comparación con la fibra monomodo, el diámetro del núcleo de la fibra multimodo mide entre  $50\ \mu\text{m}$  y  $62,5\ \mu\text{m}$ .



Figura 4. Estructura típica de una fibra óptica multimodo [16].

Según el perfil del índice de refracción, podemos tener fibra multimodo de salto de índice o fibra multimodo de índice gradual. En la fibra multimodo de salto de índice, el núcleo tiene un índice de refracción constante mientras que en la fibra multimodo de índice gradual este índice de refracción no es constante.

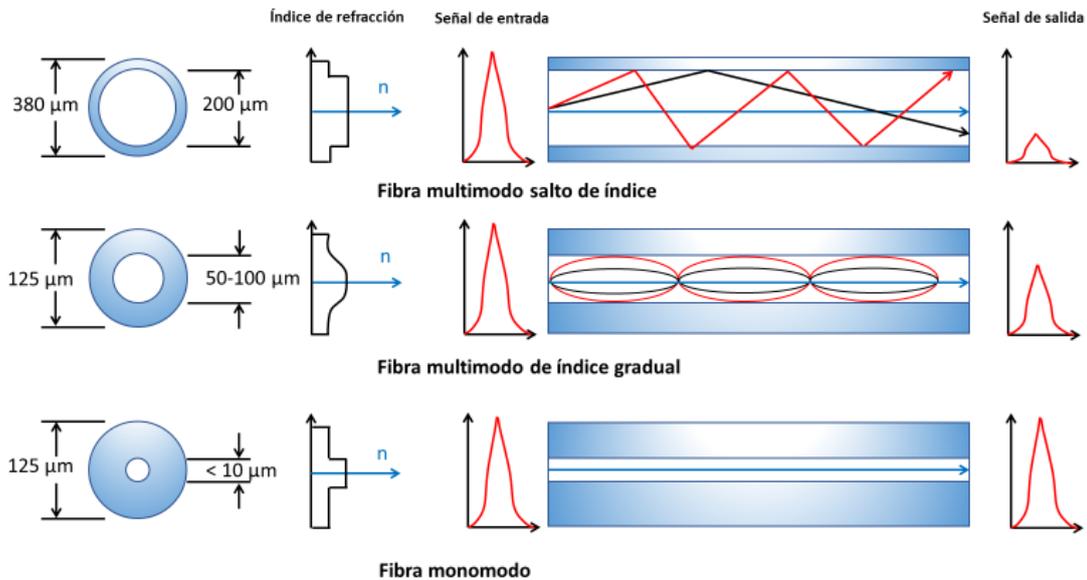


Figura 5. Contraste entre fibras ópticas [33].

#### 1.4.4 Interferometría

La interferometría se define como una técnica para el diagnóstico de señales mediante el análisis de los patrones generados por la superposición de dos o más ondas. En metrología óptica ésta técnica resulta de gran utilidad por las ventajas inherentes al uso de la luz como herramienta de medición, como son la posibilidad de recuperar remotamente características de los objetos bajo estudio de manera prácticamente instantánea con gran exactitud.

Si la interferencia la consideramos como un fenómeno ondulatorio, esta es un efecto resultante de la superposición de dos o más ondas. Físicamente se caracteriza por tener regiones de alta actividad ondulatoria alternadas con otras de muy baja o nula actividad. En el caso de la luz dentro del contexto clásico, una alta actividad se detecta como un valor alto de irradiancia, mientras que una baja actividad se refleja en valores bajos o nulos de irradiancia.

A nivel práctico nos interesa que estas regiones permanezcan relativamente estables durante el tiempo que dura los experimentos, formando de este modo un patrón de interferencia. De este modo usando las propiedades ondulatorias de la luz obtenemos muchas aplicaciones como demostró Albert Michelson.

En 1881, Albert Michelson creó el primer interferómetro y demostró el uso del principio de la interferencia de la luz como herramienta de medición. El interferómetro de Michelson produce unas franjas de interferencia mediante la división de un haz de luz monocromática, de modo que un rayo golpea un espejo fijo y el otro un espejo móvil. Cuando los haces reflejados son llevados de vuelta juntos hacia el detector, se produce un patrón de interferencia. También se usa para describir técnicas que utilizan ondas de luz para medir el desplazamiento de la longitud de onda dentro del rango de nanómetros, generar métodos para mediciones de distancias con precisión mejor que fracciones de micras y medir los índices de refracción de muchos materiales.

Tenemos varias maneras de generar interferometrías: Fabry-Perot, Mach-Zehnder, Fizeau entre otras.

El interferómetro Fabry-Perot [10] consta de dos placas planas separadas entre sí, en las que una transmite la luz y la otra la refleja. Hace uso de las múltiples reflexiones entre estas dos superficies reflectantes muy próximas entre sí. Parte de la luz se transmite cada vez que llega a la otra superficie, dando lugar a múltiples rayos desfasados que interfieren entre ellos.

Esta gran cantidad de rayos producen un interferómetro con una resolución muy alta. Debido a esta alta resolución, los interferómetros Fabry-Perot son usados como espectrómetros para medir el espectro de diferentes estructuras.

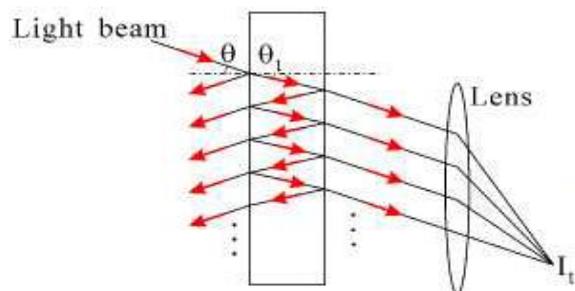


Figura 6. Configuración interferómetro Fabry-Perot [25].

El interferómetro Mach-Zhender [22] no es un interferómetro de doble recorrido, lo cual puede facilitar la interpretación de las franjas a costa de una reducción en sensibilidad comparado con un sistema Michelson.

Es utilizado para encontrar las variaciones de cambio de fase relativas en el que a partir de un haz divergente obtiene un haz paralelo desde una misma fuente de luz. Este haz se divide por un divisor y se proyecta sobre sendos espejos, los cuales reflejan el haz dividido sobre el detector. Mide los cambios de fase entre los dos haces de luz causados por fuente estudiada o un cambio de longitud en el camino que recorre.

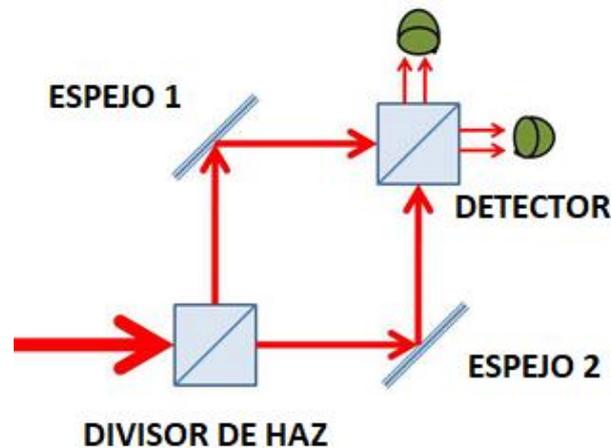


Figura 7. Configuración interferómetro Mach-Zhender [26].

El interferómetro de Fizeau [23] mide el haz de luz entre dos superficies pulidas de cuerpos transparentes igualmente pulidos que se acercan suficientemente. Ahí es donde se forma muchas veces una película de aire que se comporta como una placa de caras, en general, no paralelas. Si se produce incidencia normal y se generan franjas de igual espesor, estas se comportan como líneas de nivel aproximadamente.

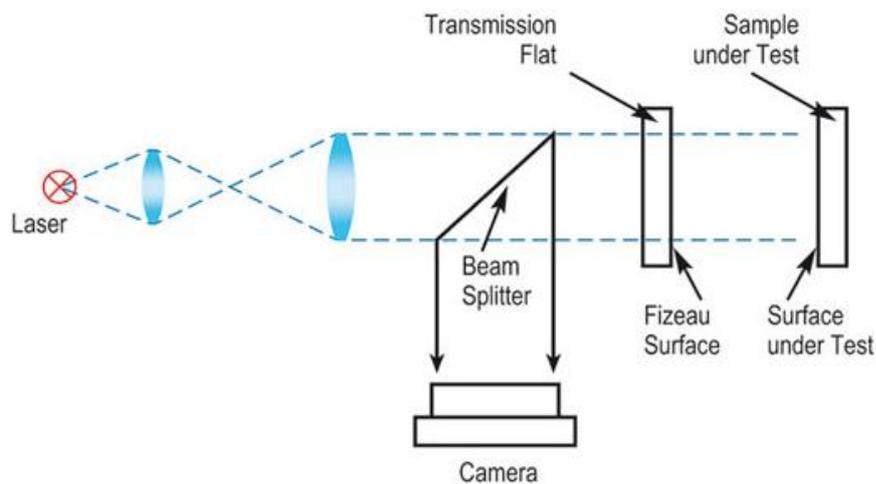


Figura 8. Configuración interferómetro Fizeau [28].

#### 1.4.4.1 Interferometría de fibra óptica

Un interferómetro de fibra óptica utiliza la interferencia de las ondas de luz que se han propagado a través de diferentes trayectos ópticos de una sola fibra o dos fibras diferentes, para medir con gran precisión las longitudes de onda del fenómeno en estudio a través del tiempo y que por la interferometría ocurrida ha variado la longitud de onda del haz de luz inicial [5].

Dado que los interferómetros dan mucha información temporal y espectral, su medida puede determinarse cuantitativamente por varios medios de detección de los cambios en la longitud de onda, fase, intensidad, frecuencia, ancho de banda, etc. Con estos indicadores de detección, pueden ofrecer un rendimiento notable en un amplio rango dinámico, con alta precisión y alta sensibilidad.

Como se ha visto en el apartado anterior diferentes métodos para obtener interferometrías, estos métodos podemos aplicarlos a las fibras ópticas.

El interferómetro Fabry-Perot en las últimas décadas, ha sido estudiado en aplicaciones de detección física, biológica y química debido a su buena estabilidad, estructura simple y compacta, y alta resolución. Está formado por dos espejos paralelos separados para formar una cavidad y reflejar parcialmente las señales ópticas de entrada [29].

El interferómetro Mach-Zhender es una guía de onda óptica que consiste en una fuente láser, una unidad de detección óptica y una estructura Mach-Zhender con una ventana de detección del campo evanescente, como se muestra en la figura 9 [30]. La luz monocromática y polarizada de la fuente de láser se acopla en la guía de onda de entrada y se divide por igual en el divisor de haz.

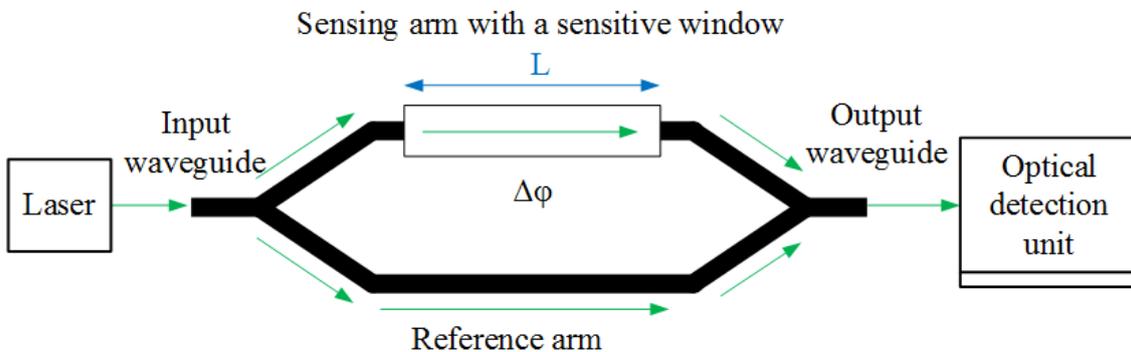


Figura 9. Configuración de un interferómetro Mach-Zhender basado en un sensor de guía de onda óptica [28].

Luego, los dos modos de guía se propagan por el brazo de detección y el brazo de referencia, y se juntan en el combinador de haz. Según la detección de campo evanescente, se produce una diferencia de fase  $\Delta\phi$  entre el brazo sensor y el brazo de referencia cuando el índice de refracción cambia, lo que produce una modulación de intensidad causada por la interferencia de los dos brazos en la salida de la guía de ondas.

El interferómetro Fizeau [31] está formado por dos planos ligeramente inclinados, teniendo una diferencia de trayectoria de los dos rayos reflejados, que cambia a lo largo de una línea arbitraria en el plano de observación, siempre que la luz incidente sea paralela. Obtenemos

un patrón de interferencia con franjas espaciadas a lo largo de la perpendicular de la línea formada por los dos planos.

La tendencia actual de los interferómetros de fibra óptica es miniaturizarlos para aplicaciones de microescala. Por lo tanto, los componentes ópticos tradicionales como divisores de haz, combinadores y lentes han sido reemplazados rápidamente por dispositivos de fibra de pequeño tamaño que permiten que los sensores operen en escalas aproximadas a las de la fibra.

Nosotros introducimos una fibra óptica sin núcleo (coreless) en la parte sensora, la cual nos causa el efecto de interferencia y obtenemos una onda resultante con sumas y restas de potencia espectrales.

En este TFG detectamos variaciones de índice de refracción al mismo tiempo que las bandas de transmisión y atenuación que aparecen en el espectro dan una resolución más alta debido a su ancho de banda reducido. Aprovechando estas propiedades, se abordará la detección de la congelación del agua y la disminución de la temperatura.

#### 1.4.5 Formación de hielo

La formación de hielo se produce al pasar el agua en estado líquido a estado sólido. Este fenómeno se produce cuando el agua llega a 0 °C y el agua cambia su estructura molecular. La principal diferencia que hay entre el agua líquida y el agua sólida es que tienen una estructura molecular diferente.

El agua al pasar del estado líquido al estado sólido disminuye su densidad a través del aumento de su volumen. En estado sólido la estructura molecular está más ordenada y las moléculas están unidas por puentes de hidrogeno, que crean espacios entre sí por lo que aumenta el volumen, pero disminuye la densidad.

Muchas de las propiedades de los sólidos se indican en la forma en que se usa el término sólido. Describe algo que mantiene su forma sólida e implica continuidad. Como se ve en la figura 10, hay una posición definida para cada partícula y esto implica la ausencia de espacio vacío.

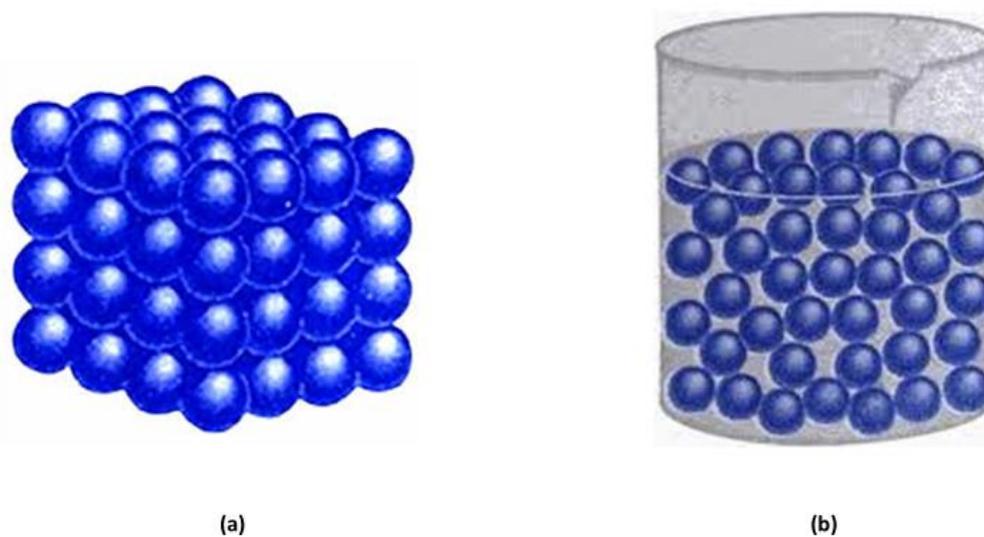


Figura 10. Las partículas se empaquetan estrechamente y en forma ordenada en un sólido (a). En un líquido (b) no se empaquetan tan estrechamente como en el sólido [32].

También, la estructura de los líquidos contiene huecos pequeños, de tamaños moleculares, que permiten fluir al líquido y conformarse a su recipiente.

Los líquidos tienen propiedades intermedias entre las de los gases y los sólidos. Al igual que los gases, estos fluyen y toman la forma de sus recipientes. Como los sólidos, no pueden expandirse y llenar sus recipientes y son muy difíciles de comprimir.

Se puede comprender mejor la diferencia de estructuras entre gases, líquidos y sólidos, comparando las densidades de las sustancias en las tres fases.

Como el agua es la única sustancia que se puede encontrar con facilidad en forma de sólido, líquido o gas, será bueno describir lo que sucede con ella al cambiar la temperatura. A bajas temperaturas, el agua es un sólido en el que las moléculas individuales serán aseguradas en una estructura rígida. Al elevar la temperatura, aumenta la energía cinética promedio de las moléculas debido a un incremento del movimiento de ellas respecto a sus posiciones en la red del sólido.

Para comprender el efecto del movimiento molecular necesitamos explicar la diferencia entre enlaces intramoleculares y fuerzas intermoleculares, como podemos ver en la figura 11 los enlaces covalentes entre los átomos de hidrógeno y oxígeno en una molécula de agua se llaman enlaces intramoleculares. Las fuerzas de atracción entre las moléculas vecinas de agua son fuerzas intermoleculares.

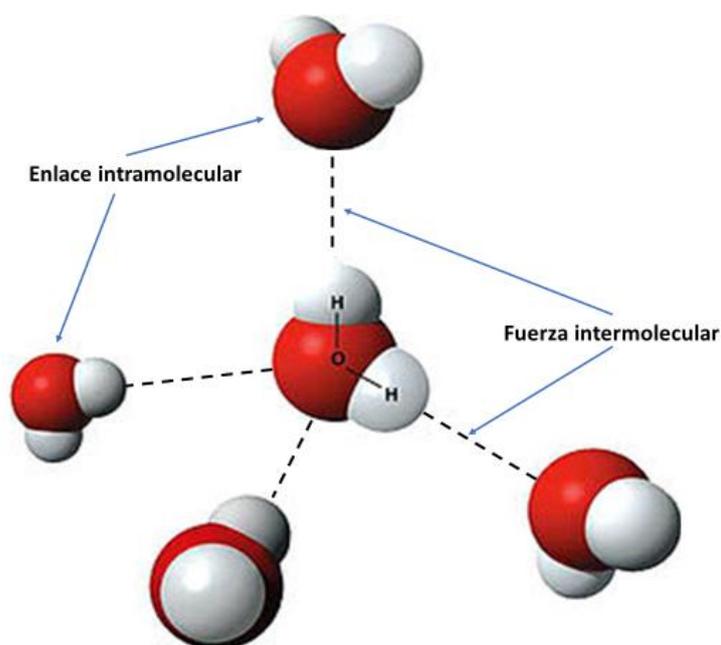


Figura 11. Los enlaces covalentes entre los átomos de hidrogeno y oxígeno en una molécula de agua se llaman enlaces intramoleculares. Las fuerzas de atracción entre moléculas vecinas de agua se llaman fuerzas intermoleculares [32].

Los enlaces intramoleculares que mantienen unidos a los átomos en las moléculas de agua son mucho más fuertes que las fuerzas intermoleculares entre las moléculas de agua. Se necesitan 463 kJ para romper los enlaces H-O en un mol de moléculas de agua, pero solo 50 kJ para vencer las fuerzas intermoleculares que mantienen unidas las moléculas de agua en estado sólido.

El mayor movimiento vence las fuerzas intermoleculares de atracción, entre las moléculas de agua. A medida que se calienta el agua solida (hielo), la energía cinética de sus moléculas, al final, es demasiado grande como para permitir que estén aseguradas en la estructura rígida del hielo. En este punto, el sólido se funde y forma un líquido en el cual las fuerzas intermoleculares ya se debilitaron lo suficiente como para que se puedan mover las moléculas por todo el volumen del líquido. A medida que la temperatura sigue aumentando, la energía cinética de esas moléculas se hace tan grande, y se mueven con tanta rapidez, que se vence la mayor parte de las fuerzas intermoleculares de atracción y el líquido hierve, formando un gas en el que cada partícula se mueve más o menos al azar en el espacio. El mayor movimiento no es suficiente, sin embargo, para vencer las resistencias de los enlaces covalentes. En consecuencia, el agua existe en forma de moléculas en el estado gaseoso, hasta temperaturas muy altas.

A bajas temperaturas, las moléculas tienen menos energía cinética para vencer las fuerzas de atracción, y por consiguiente se acercan más entre sí. A temperaturas mayores, poseen la energía suficiente como para estar más separadas. La distancia entre las moléculas es un factor que determina la intensidad de las fuerzas intermoleculares. Así, la cercanía a la que puedan estar las moléculas entre si es un factor importante en la determinación de la intensidad de atracción mutua. Por tanto, además de la temperatura, tienen importancia el tamaño y la forma de las moléculas en la fuerza de las atracciones intermoleculares.

Ya tenemos una forma de comprender por qué una sustancia forma un sólido, líquido o gas a temperatura ambiente. La diferencia entre las tres fases de la materia se basa en una competencia entre la magnitud de las fuerzas intermoleculares y la energía cinética del sistema.

Cuando la fuerza de atracción entre las partículas es relativamente débil, es probable que la sustancia sea un gas a temperatura ambiente. Cuando es fuerte, es probable que la sustancia sea sólida. Como era de esperar, una sustancia es líquida a temperatura ambiente cuando las fuerzas intermoleculares no son ni muy fuertes ni muy débiles.

A temperatura ambiente, el agua se dilata cuando la temperatura sube y se contrae cuando baja. Pero próximo al punto de congelación, a los 0 °C ocurre lo contrario.

Esta dilatación anómala del agua es debido a que la densidad máxima del agua se obtiene a 4 °C, es decir en estado líquido, y a 0 °C, en estado sólido, la densidad es menor. Al fundirse el hielo, unas pocas moléculas adquieren suficiente energía cinética que rompe sus enlaces de hidrógeno y se liberan de la red cristalina que comienza a desmoronarse y ocupan los huecos hexagonales que forman unos canales, por ello aumenta la masa por unidad de volumen.

Conforme crece la energía externa aumenta la densidad del agua líquida, porque se ocupan más espacios vacíos hasta llegar al máximo de 4 °C. Esta es la razón por la cual el hielo es menos denso que el agua y por lo tanto flota sobre ella.

Al mismo tiempo que el agua se calienta, se expande y por lo tanto disminuye su densidad. Estos dos procesos, el llenado de huecos hexagonales y expansión térmica actúan en sentidos contrarios. De 0 °C a 4 °C predomina el proceso de llenado de huecos y el agua se torna más densa. Sobre 4 °C predomina la expansión térmica con la consiguiente disminución de densidad.

Esta dilatación anómala del agua la hemos monitorizado en todas las pruebas y se ve como aumenta la longitud de onda levemente cuando la estructura se encuentra a 4 °C.

Este cambio en la estructura molecular entre ambos estados hace variar significativamente sus propiedades físicas, entre ellas el cambio de índice de refracción. Pasamos de un valor de índice de refracción del agua de 1.321 a 1.309 que tiene el hielo. Por ello nosotros lo monitorizamos y nos ayuda en nuestra investigación.

## Capítulo 2. Objetivos

El objetivo general de este TFG es desarrollar un sensor de fibra óptica para la detección de la formación de hielo. A partir de aquí, lo que hemos hecho ha sido abordarlo con diferentes estructuras ópticas para conseguir el mismo fin basadas en interferometrías.

El funcionamiento del sensor consiste en que una fibra óptica aporta luz infrarroja al sensor y la otra fibra óptica recibe la señal después de la interacción con el sistema agua-hielo. Analizando el espectro de esta señal el sensor discrimina si la luz ha interactuado con agua o con el hielo y esto lo observamos con el desplazamiento del espectro.

Hemos tratado de hacerlo lo más barato y sencillo posible, aunque luego el instrumental usado en los experimentos sea caro.

En este TFG partimos de la base de estructuras MCM y SMS, ya estudiadas y controladas por el grupo de Sensores de la UPNA. Hay investigaciones basadas en estas estructuras sobre detección de temperatura, pero eran sobre aumento de temperatura y no hay nada sobre cómo se comportan estas estructuras con valores negativos de temperatura y con la detección de la congelación del agua.

De este modo hemos dado un giro a nuestra propuesta inicial y nos hemos decantado por hacer un estudio del comportamiento de las estructuras sensoras MCM y SMS como interferómetros de detección de temperatura y congelación del agua.

Con la estructura SMS, haremos una variante y someteremos una estructura SMS de 15 mm de longitud a un proceso de etching, obteniendo una estructura E-SMS.

## Capítulo 3. Materiales y metodología

### 3.1 Fibras ópticas utilizadas y principales características.

En este apartado vamos a explicar las fibras ópticas utilizadas en nuestro Trabajo Fin de Grado, y sus principales características.

#### 3.1.1 SMF (Single Mode Fiber)

Usaremos una fibra estándar monomodo de la empresa TELNET Redes Inteligentes S.A. (Zaragoza). Es un cordón de 5 metros con conectores FC/SPC que tiene un diámetro de 125  $\mu\text{m}$ , y un núcleo de 10  $\mu\text{m}$ .

Esta especificación corresponde a fibras optimizadas para la transmisión en las longitudes de onda de 1310 nm a 1550 nm, incluida la región de 1383 nm y de acuerdo con la recomendación ITU-T G.652.D explicada en puntos anteriores.

El núcleo está compuesto por dióxido de silicio dopado con aditivos de boro y flúor para aumentar el valor del índice de refracción, rodeado por un recubrimiento de dióxido de silicio. El revestimiento está formado por dos capas de acrilato curado mediante UV.

Podemos ver sus características en el Anexo 4.

#### 3.1.2 MMF

Usaremos una fibra estándar monomodo de la empresa TELNET Redes Inteligentes S.A. (Zaragoza). Es un cordón de 5 metros con conectores FC/SPC que tiene un diámetro de 125  $\mu\text{m}$ , y un núcleo de 62,5  $\mu\text{m}$ .

Esta especificación corresponde a fibras multimodo 62,5/125 optimizadas para la transmisión láser a 850 nm y 1300 nm.

El núcleo está compuesto por dióxido de silicio dopado con aditivos de boro y flúor para aumentar el valor del índice de refracción, rodeado por un recubrimiento de dióxido de silicio. El revestimiento está formado por dos capas de acrilato curado mediante UV. Podemos ver sus características en el Anexo 5.

#### 3.1.3 No Core Fiber 125 $\mu\text{m}$

Como parte sensora de nuestras estructuras usaremos esta fibra óptica sin núcleo fusionada a las fibras estándar, de modo que generaremos un interferómetro como combinación del conjunto. De esta manera, y jugando con los parámetros de la estructura final, aumentaremos la sensibilidad a la temperatura y al índice de refracción, respecto a una fibra sin tocar.

Está fabricada por la compañía Taiwanesa POFC (Prime Optical Fiber Corporation), y se trata de una fibra óptica sin núcleo con un diámetro de 125  $\mu\text{m}$ .

Specification		
Product Code		NCF125
	Unit	
Cladding Diameter	um	125±1
Cladding Non-Circularity	%	≤ 2
Coating Diameter	um	245±10
Cladding / Coating Concentricity	um	≤ 6
Proof Test	kpsi	50
Length	m	Customized

Tabla 3. Parámetros básicos de la fibra óptica sin núcleo [ver Anexo 1].

### 3.2 Fusión de fibras

Este proceso es muy importante en nuestros experimentos, ya que una buena fusión de fibras nos dará un muy buen espectro y pocas pérdidas en la transmisión del haz de luz.

Los pasos para realizar el proceso de fusión de fibras son los siguientes:

- 1º Seleccionamos un cordón de fibra óptica MMF o SMF estándar con conectores FC en ambos extremos.
- 2º Cortamos por la mitad el cable y le quitamos con el stripper a ambas fibras unos 30 cm del recubrimiento plástico exterior naranja o amarillo, quedando al descubierto los hilos de aramida y la fibra óptica.
- 3º Cortamos los hilos de aramida y quitamos con mucho cuidado el recubrimiento sobre la parte exterior de la fibra óptica.
- 4º Limpiamos con etanol y un papel la superficie de la fibra para quitar impurezas.
- 5º Cortamos con la cortadora de FITEL-S325 la punta de nuestras fibras para que tenga un corte de 90 °.
- 6º Cortamos un trozo de fibra coreless y con el stripper le quitamos la parte exterior.
- 7º Limpiamos con etanol y un papel la superficie de la fibra para quitar impurezas.
- 8º Cortamos con la cortadora de fibra ambas puntas dándole una longitud de 3 cm y con un corte de 90 °.
- 9º Una vez ya tenemos todas nuestras fibras preparadas, nos disponemos a fusionarlas para crear nuestra estructura MCM o SMS.

Ambos tipos de soldaduras las realizamos en el modo AUTO dándonos unas pequeñas pérdidas, aunque prácticamente podemos ignorarlas. Hay una razón para esto y es que las distancias con las que estamos tratando no son tan críticas como el caso de enlaces ópticos más potentes. A pesar de ello sí que hay que tratar de que las fusiones sean lo más perfectas posibles porque si no esa pérdida de potencia se traduce en una pérdida de luz que luego no podemos disponer a la hora de detectar.

### 3.3 Etching

El etching es un proceso químico al que sometemos nuestra estructura de fibra óptica en la parte sensora para reducir su diámetro al grosor que mejor nos convenga. De esta manera, se consigue un potencial aumento de la sensibilidad de nuestra estructura óptica [19].

En este proceso químico sumergiremos nuestra fibra óptica en una disolución de HF (ácido fluorhídrico) concentrado al 40% en volumen con agua.

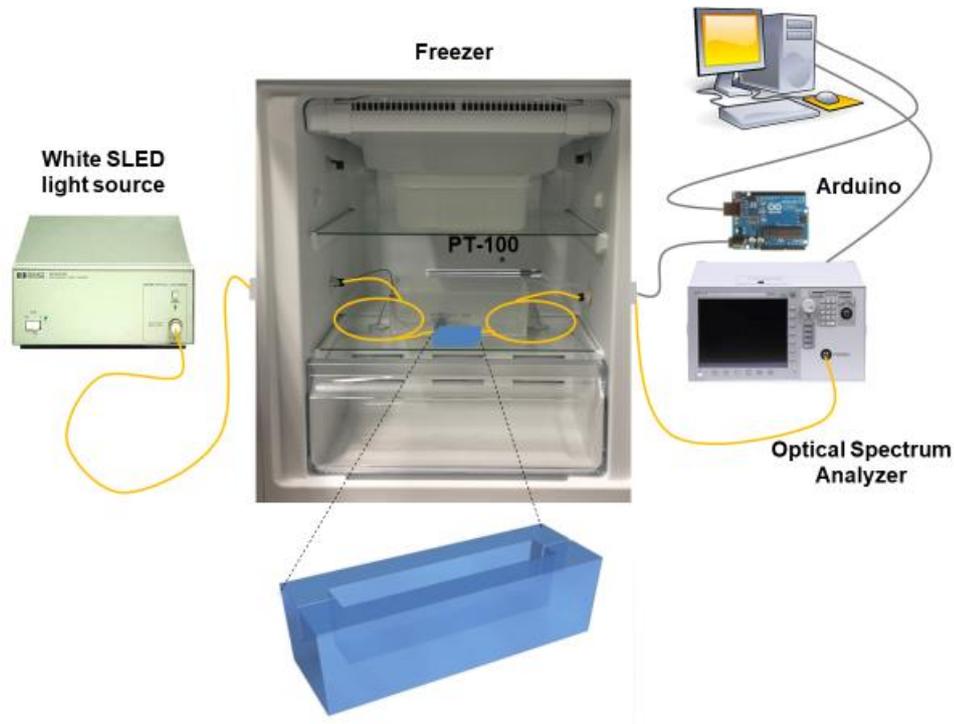


Figura 12. Configuración proceso de etching.

Los pasos para realizar el proceso de etching son los siguientes:

- 1º Tomar las medidas de seguridad necesarias para la manipulación de productos químicos peligrosos. Usaremos bata, gafas de seguridad y guantes.
- 2º Colocar como base un cartón con el grosor suficiente, y con un rectángulo cortado en su centro para poder hacer de base para nuestra estructura.
- 3º Dentro de ese rectángulo en el centro del cartón, colocamos la cubeta de plástico (10 mm x 10 mm x 30 mm) en la que meteremos en el siguiente paso el HF y la fibra en sus ranuras, de este modo la fibra estará cubierta por la disolución.
- 4º Colocar nuestra estructura en las ranuras de la cubeta y sobre la base de cartón, y observar el espectro. Lo fijamos bien y colocamos de tal modo que observemos el espectro bien.
- 5º Con una jeringuilla de laboratorio llena de HF al 40%, vamos llenando gota a gota la cubeta azul hasta el borde y teniendo cuidado de que no se desborde el ácido.

6º El proceso nos lleva unos 40 minutos, tras los cuales el proceso de etching nos ha reducido el diámetro de nuestra fibra hasta los 30  $\mu\text{m}$  que queremos.

7º Durante el proceso vemos cómo se va desplazando el espectro original hacia la izquierda y van apareciendo las interferencias. Nos aparecerán 5 interferencias en diferentes longitudes de onda.

8º Una vez que tenemos el espectro que queremos limpiamos nuestra estructura bien con agua purificada.

9º Colocar la estructura sensora sobre nuestra estructura de cristal para introducirla en el recipiente de plástico.

Ya tenemos nuestra estructura preparada para ser monitorizado el espectro en el proceso de congelación y descongelación.

### 3.4 Instrumental

#### 3.4.1 Espectrómetros

Los espectrómetros son unos instrumentos ópticos que se usan para medir la intensidad de la luz en un intervalo específico del espectro electromagnético. Los dos espectrómetros que usamos están dentro del rango entre 600 nm y 1700 nm, es decir del infrarrojo cercano.

Dependiendo de las estructuras usadas en los experimentos, usaremos uno u otro. Para nuestra estructura MCM vemos más apropiado usar el NIR-512, y para las estructuras SMS y E-SMS usaremos el OSA.

##### 3.4.1.1 NIR 512

Es un espectrómetro de la marca Oceans Optics de pequeño tamaño y con conexión Plug-and-Play. Preferentemente es usado en aplicaciones que requieran cierta sensibilidad en la región del infrarrojo cercano entre 850-1700 nm, como caracterización de longitud de onda o espectrometría NIR en general.

Con este espectrómetro obtenemos 512 muestras de resolución espectral. Lo conectamos directamente al puerto USB de cualquier PC.

En nuestros experimentos lo usamos para monitorizar las pruebas que hacemos con nuestras estructuras MCM, usando el software Spectra Suite, también de OceanOptics.



Figura 13. Espectrómetro NIR-512.

### 3.4.1.2 OSA

El analizador de espectros (OSA - Optical Spectrum Analyzer en inglés) de la compañía Agilent Technologies. Es un espectrómetro de mayor tamaño, pero con él obtenemos más sensibilidad y resolución en las medidas, ya que podemos adquirir 5000 muestras por escaneo.

Se mueve en la región del infrarrojo cercano entre 600-1700 nm y nosotros ajustaremos los parámetros necesarios para monitorizar las pruebas que hacemos con nuestras estructuras SMS y E-SMS, usando el software Matlab con nuestros algoritmos creado para la adquisición de datos.

Con el OSA al tener una resolución mejor que el NIR-512, tendremos un espectro más definido.

Conectaremos el OSA a nuestro PC por USB y lo alimentaremos con su cable.



Figura 14. Analizador de espectros óptico de Agilent Technologies.

## 3.4.2 Fuentes de luz

### 3.4.2.1 Spectral Products

Esta fuente de luz está basada en Tungsteno-Halógeno (TH). Es una fuente de luz general para aplicaciones espectroscópicas de rango visible y NIR. Las lámparas de tungsteno halógeno están cerca de las fuentes de luz del cuerpo negro con envolturas de sílice fundida alrededor de los filamentos de tungsteno y una pequeña cantidad de un gas halógeno activo como el bromo. La fuente de luz TH proporciona una salida espectral muy estable y suave, por lo que se puede aplicar a mediciones espectroscópicas (transmitancia / reflectancia / absorción) y mediciones de color.

La serie de tungsteno-halógeno de alta potencia ASBN-W son conjuntos completos de fuentes de luz con lámparas halógenas de tungsteno de 100W que emiten en la región de longitud de onda de 300 a 2600 nanómetros (nm).

Esta fuente la usaremos con nuestras estructuras MCM. La fuente de luz halógena de tungsteno es una fuente de radiación de cuerpo negro muy conocida por lo que el espectro también es muy similar a los de la radiación del cuerpo negro.

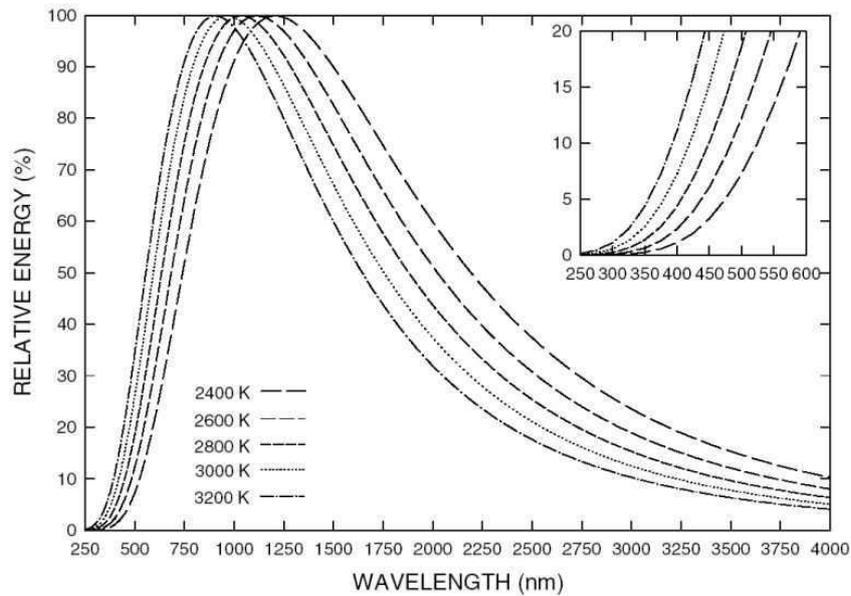


Figura 15. Espectro de luz de la fuente Spectral Products [Anexo 2].

### 3.4.2.2 ANDO

El modelo AQ4303B es una fuente de luz blanca más adecuada para la medición de las características de la longitud de onda de fibras y dispositivos ópticos. Esta banda ancha, tiene una fuente de luz altamente estable, que emplea una lámpara halógena de alta potencia.

Entre sus características esta que tiene una salida de banda ancha y alta estabilidad y cubre una banda de 400 a 1800nm.

Usamos esta fuente ya que nos ahorramos un conector en nuestra setup para la estructura MCM, por lo que de este modo tenemos menos perdidas.



Figura 16. Fuente ANDO [Anexo 3].

### 3.4.2.3 Sled

Esta fuente es el modelo Agilent 83437A y la usamos exclusivamente en combinación con el Optical Spectrum Analyzer de la compañía Agilent Technologies.

Nos proporciona luz necesaria para nuestra estructura monomodo. Su salida monomodo se origina desde el borde del LED y la densidad de potencia de la salida del espectro es considerablemente mayor que el de los LED que emiten luz blanca como las fuentes de lámparas de tungsteno.

Varias longitudes de onda de salida están disponibles y cubre una banda de 500 a 1650nm.



Figura 17. Fuente Sled.

### 3.5 Arduino

Arduino es una plataforma electrónica de código abierto basada en hardware y software fácil de usar. Las placas Arduino pueden leer valores de entrada (luz en un sensor, un dedo en un botón, el valor de una resistencia de una sonda o el voltaje de un termopar) y convertirlo en una salida, activar un motor, encender un LED y publicar algo en línea. Puede decirle a la placa qué hacer, enviando un conjunto de instrucciones al microcontrolador de nuestra placa. Para hacerlo, utiliza el lenguaje de programación Arduino y el software Arduino (IDE), basado en el procesamiento.

Con los años, Arduino ha sido la base de miles de proyectos, desde objetos cotidianos hasta complejos instrumentos científicos. Una comunidad mundial de fabricantes (estudiantes, aficionados, artistas, programadores y profesionales) se ha reunido en torno a esta plataforma de código abierto. Sus contribuciones se han añadido a una increíble cantidad de repositorios que puede ser de gran ayuda para principiantes y expertos por igual.

Arduino nació en el Ivrea Interaction Design Institute como una herramienta fácil para crear prototipos sencillos, dirigida a estudiantes sin experiencia en electrónica y programación.

Tan pronto como llegó a una comunidad más amplia, la placa Arduino comenzó a cambiar para adaptarse a las nuevas necesidades y desafíos, diferenciando su oferta de simples placas de 8 bits para productos con aplicaciones de IoT (Internet of Things), dispositivos llevables o "wearables", impresión 3D y entornos integrados. Todas las placas Arduino son de código abierto, lo que permite a los usuarios construirlos de forma independiente y eventualmente adaptarlos a sus necesidades particulares. El software también es de código abierto y está creciendo a través de las contribuciones de los usuarios en todo el mundo.



Figura 18. Placa de desarrollo Arduino.

Nosotros usaremos nuestra placa Arduino, para obtener los valores de la resistencia de la sonda de temperatura PT-100, y los valores de voltaje de nuestro termopar tipo T, para obtener la temperatura con más precisión.

Nos crearemos dos circuitos electrónicos diferentes para cada tipo de sonda, y programamos dos programas para cada circuito.

Para adquirir los datos obtenidos por nuestro Arduino, usaremos la aplicación Parallax-DAQ, que nos permitirá interactuar con una plantilla de Excel. Los comandos se envían desde el Arduino a una hoja Excel en tiempo real e ira añadiendo datos según hemos hecho nuestro script para la adquisición de la temperatura.

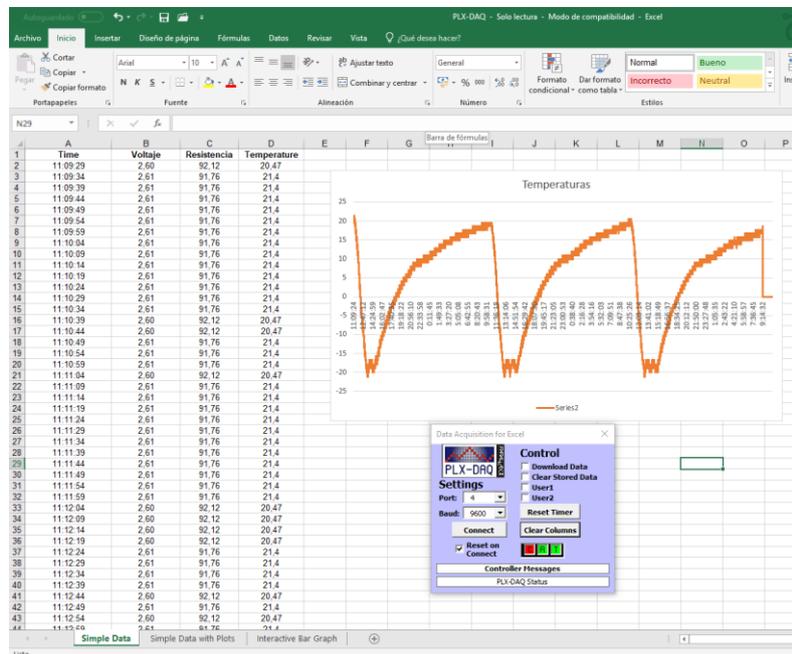


Figura 19. Parallax-DAQ.

## 3.6 Sondas de temperatura

### 3.6.1 PT100

La PT100 es un tipo particular de RTD (Dispositivo Termo Resistivo) muy usada habitualmente. Consiste en un alambre de platino que a 0 °C tiene 100 Ω y si aumenta la temperatura aumenta su resistencia eléctrica.

El incremento de la resistencia de la PT100 es bastante lineal con la temperatura. No obstante, mediante tablas es posible encontrar la temperatura exacta a la que corresponde esa resistencia.

Normalmente las Pt100 industriales se consiguen encapsuladas en la misma forma que los termopares, es decir dentro de un tubo de acero inoxidable u otro material (vaina), en un extremo está el elemento sensible (alambre de platino) y en el otro está el terminal eléctrico de los cables protegido dentro de una caja redonda de aluminio (cabezal).

Usamos el modo de conexión de 3 hilos que es el más común y soluciona el problema del error generado por los cables. El tercer hilo se usa para compensar los efectos de corriente no deseados cuando la distancia del cable es considerable.

La PT100 funciona mediante la variación de su resistencia eléctrica, según la temperatura que detecte en cada momento a lo largo de toda su longitud.

La variación de la resistencia la podemos expresar como:

$$R = R_0 * (1 + \alpha * \Delta T)$$

donde:

$R_0$  es la resistencia a la temperatura de referencia  $T_0$ .

$\alpha$  es el coeficiente de temperatura del conductor especificado a 0 °C.

$\Delta T$  es la variación de temperatura respecto a  $T_0$

La PT100 es un poco más cara que los termopares (excepto el termopar tipo T que también utilizaremos), pero mejores para bajas temperaturas (-100 °C a 200 °C). Nuestra PT100 nos entrega una precisión de un grado.

La conversión del valor de la resistencia a temperatura lo haremos con Arduino, y mediante un circuito divisor de tensión.

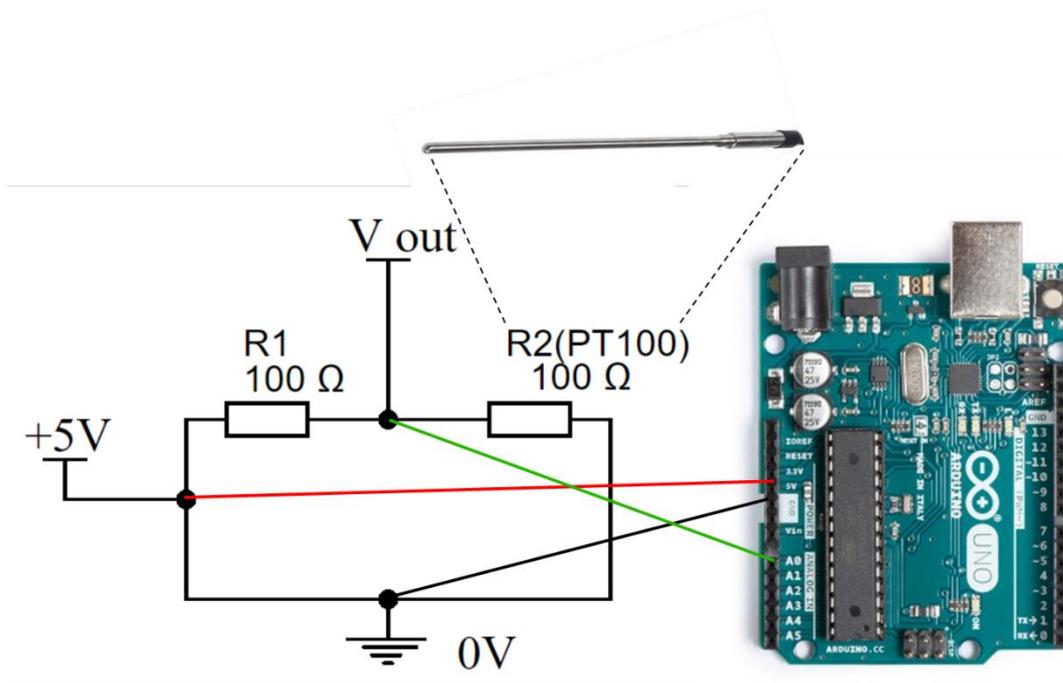


Figura 20. Configuración PT 100 y Arduino.

Nuestro circuito lo alimentamos mediante la salida de +5V de la placa Arduino, así como la tierra del circuito la sacamos del pin GND del mismo. La  $V_{out}$  del circuito nos da un voltaje, y mediante el código [Anexo 7] creado para Arduino, nos transformara cada valor de ese voltaje en temperatura real.

### 3.6.2 Termopar Tipo T

Un termopar es un sensor para medir temperatura que consiste en dos metales diferentes que se unen por un extremo. Cuando la unión de los dos metales se calienta o enfría se produce un voltaje que relacionamos con la temperatura.

El termopar de Tipo T está formado por la unión de un cable de cobre con otro de constantan (aleación de cobre y níquel), y alrededor de esa unión tiene una capa de estaño. El otro extremo lo conectaremos en nuestro circuito electrónico cuya salida hacia Arduino nos transformara los voltajes en temperatura.

Estos termopares Tipo T son ideales para intervalos de temperatura entre  $-250^{\circ}\text{C}$  y  $350^{\circ}\text{C}$ . Aguantan bien en atmósferas húmedas. Tiene una sensibilidad en torno a  $39\ \mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$ .

Observamos en la figura 21 que nuestro circuito lo alimentamos mediante la salida de +5V de la placa Arduino, así como la tierra del circuito la sacamos del pin GND del mismo. La  $V_{out}$  del circuito nos da un voltaje, y mediante el código [Anexo 8] creado para Arduino, nos transformara cada valor de ese voltaje en temperatura real.

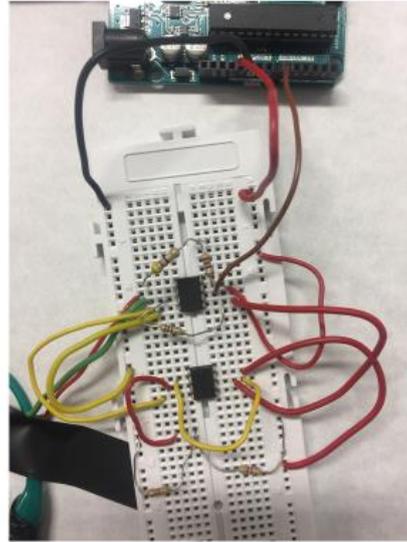
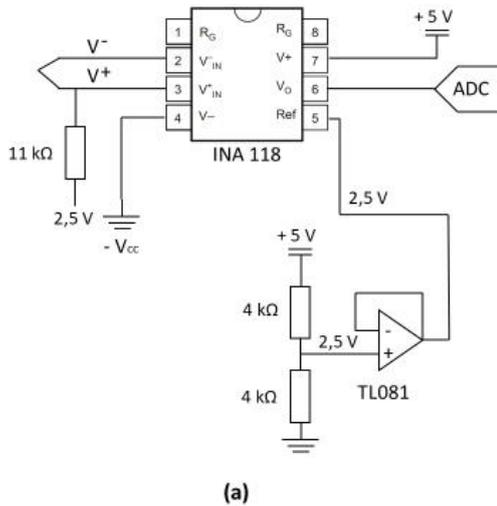


Figura 21. Configuración Termopar T y Arduino. (a) Esquema electrónico de la configuración. (b) Montaje experimental.

Mediante el software Parallax, adquirimos los datos que nos va sacando Arduino, a una hoja Excel en tiempo real.

### 3.7 Frigoríficos

Para realizar nuestros experimentos hemos utilizado diferentes frigoríficos y congeladores. Inicialmente usábamos un frigorífico y un congelador que tenemos en el laboratorio. Para nuestras pruebas iniciales nos venían bien para asegurarnos que nuestros experimentos podían funcionar.

Una vez que ya obteníamos datos fiables, ya no nos valía con este frigo y congelador, ya que necesitamos conseguir unas condiciones estables de temperatura, humedad y presión. Por lo que necesitamos simular las condiciones de una cámara climática que baje de la temperatura de congelación.

En nuestro laboratorio no disponemos de ella, así que intentamos generar algo parecido introduciendo nuestra estructura en el congelador de un frigorífico de nuestro laboratorio de sensores. Pero al sacar y meter la estructura, y no poder comenzar desde unas condiciones iniciales óptimas de temperatura y humedad, no son completamente fiables los datos obtenidos, así que solicitamos a mi empresa BSH, el préstamo de un frigorífico para la realización de las pruebas, modificándolo nosotros para obtener las condiciones de una cámara climática óptima, para poder operar en condiciones perfectas de detección para nuestro sensor detector de hielo y temperatura.

La empresa ha accedido a la cesión de un frigorífico para la realización del trabajo fin de grado. Su uso deberá ser exclusivamente para con fines de investigación y BSHE-E no será responsable de los daños que se deriven de una utilización del aparato no conforme con las instrucciones de uso o un uso incorrecto del mismo. Lo mismo será de aplicación para los daños que se hayan producido o no fueran evitados por el hecho de un uso no controlado del aparato.

La idea principal del funcionamiento de un frigorífico es la de extraer el calor de su interior hacia el exterior. Es decir, enfriamos la parte interna (cuba), extrayendo el calor de su interior. De esta manera podemos mantener el interior del frigorífico o congelador a una temperatura determinada.

### 3.7.1 Frigo y congelador para las pruebas iniciales

Este frigorífico es de la marca Edesa y lo usamos para las pruebas iniciales de nuestra estructura MCM, mientras que el congelador es de la marca Fagor y lo usamos para las pruebas iniciales de nuestras estructuras SMS y E-SMS.

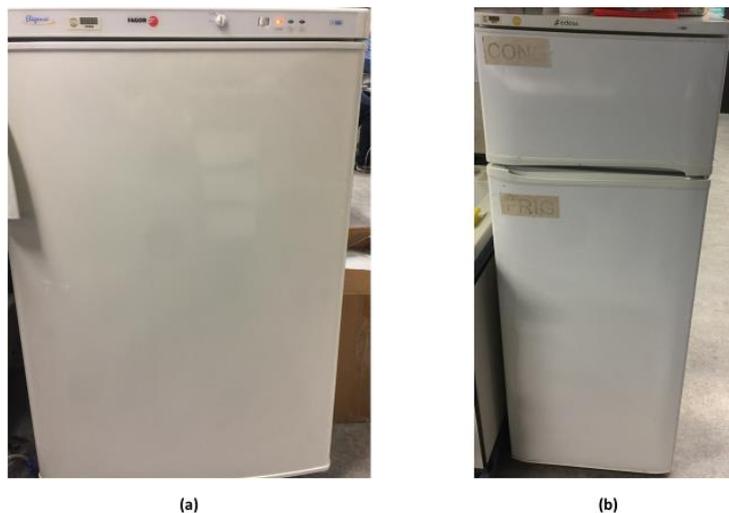


Figura 22. (a) Congelador y (b) frigorífico para las pruebas iniciales en el laboratorio.

Ambos aparatos nos hacen una muy buena función en la realización de las pruebas previas para hacernos una idea de cómo se van a comportar nuestros diferentes interferómetros.

### 3.7.2 Combi Siemens BSH

Para realizar nuestros experimentos, nuestro congelador estaba convenientemente preparado con un par de agujeros taladrados en ambas paredes del frigorífico, para pasar todos los cables necesarios fuera del congelador, que nos emula nuestra cámara climática.

Mis compañeros de prototipos de BSH Esquiroz, taladraron 3 agujeros en cada pared del combi, con mucho cuidado y del tamaño apropiado para poder introducir tubos pasamuros para introducir a través de ellos las fibras ópticas con sus conectores y sondas de temperatura.

A continuación, sellaron bien la zona y de este modo ya tenemos el combi modificado para generar nuestra cámara climática.

Utilizamos la función "super-congelación" para reducir la temperatura del frigorífico hasta  $+2^{\circ}\text{C}$ . Podemos alcanzar los  $-22^{\circ}\text{C}$ . En unas 2 horas alcanzamos la temperatura inferior de congelación y tarda unas 20 horas en aumentar la temperatura hasta la inicial.

En la figura 23 podemos observar la pendiente de enfriamiento y de descongelación que obtenemos con nuestra cámara climática. Para ello hemos usado nuestra sonda de temperatura PT-100, Arduino y el software Parallax-DAQ. Podemos observar en la parte inferior de la gráfica dos ondulaciones, que son debidas a que cuando el congelador llega a la temperatura mínima marcada, el compresor deja de trabajar y cuando aumenta la temperatura por encima del valor estipulado, vuelve a funcionar.

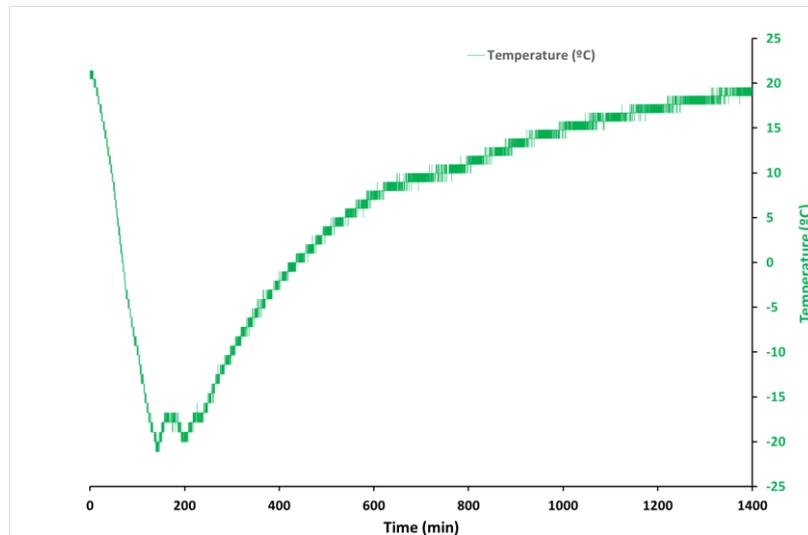


Figura 23. Evolución de la temperatura de un ciclo congelación-descongelación, monitorizado con PT100, Arduino y Parallax-DAQ.

Esta combi es de la marca Siemens y lo usamos para las pruebas finales de nuestras estructuras MCM, SMS y E-SMS.



Figura 24. Combi Siemens como cámara climática.

## Capítulo 4. Experimentos y resultados

### 4.1 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica MCM

#### 4.1.1 Introducción

Una vez decididos en qué tipo de estructura usar para la detección de la formación de hielo, comenzamos a experimentar y familiarizarnos con nuestra primera estructura.

Preparamos unas cuantas estructuras MCM, con fibras ópticas MMF estándar a ambos lados y en el centro fusionamos nuestra parte sensora, que será un segmento de fibra óptica coreless de 3 cm de longitud.

Inicialmente hacemos prueba con tres estructuras y podemos observar en la figura 25 que se produce una interferometría sobre los 1500 nm de longitud de onda, pero debido a que no hemos cortado los 3 trozos de fibra sin núcleo exactamente igual, vemos como se desplaza nuestra interferometría y no se da exactamente en el mismo punto.

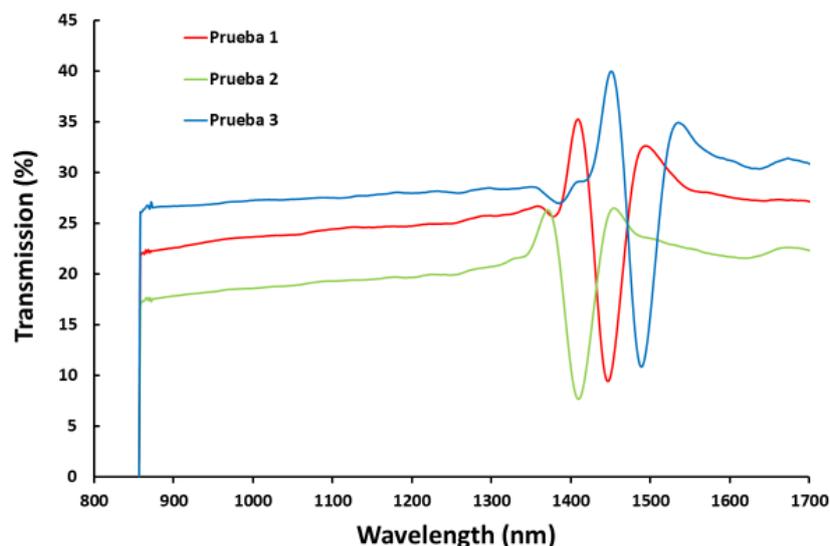


Figura 25. Espectro de las primeras pruebas de la estructura MCM.

Observamos en la figura 25 que tenemos diferentes espectros y en alguna de esas estructuras el porcentaje de transmisión disminuye bastante debido a que no hemos fusionado de un modo adecuado las fibras. Por lo tanto, aseguramos que la longitud debe de ser exactamente 30 mm y la soldadura debe de ser buena. Sino cumplimos estos requisitos nuestra estructura no será fiable.

Podemos observar como la transmisión ronda entre el 9% y el 13%, y la longitud de onda está en el intervalo de 1400 nm y 1500 nm. Sabemos que el porcentaje de transmisión debe de ser más elevado, y la longitud de onda en la que se da la interferometría de nuestra estructura MCM se encuentra por encima de 1500 nm. De este modo continuamos perfeccionando la técnica y nos vamos acercando a los resultados esperados.

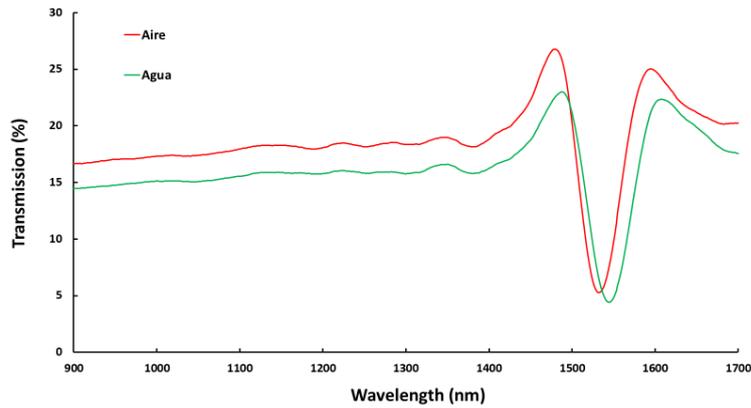


Figura 26. Espectro de la estructura MCM.

En la figura 26 observamos cómo es el espectro de la estructura MCM de 3 cm, en el que vemos que la transmisión ha aumentado y la longitud de onda se encuentra por encima de los 1500 nm. Observamos como varía la longitud de onda de nuestro espectro inicial sin agua que se encuentra en 1532.75 nm, y si introducimos nuestra estructura en agua y su SRI aumenta a 1.321, vemos como se desplaza hacia el rojo.

Luego, se mostrará una caracterización tanto de la detección de temperatura como de la formación de hielo, con el fin de descubrir las diferencias entre la detección de temperatura y la detección de congelación.

Finalmente, se extraerán algunas conclusiones sobre el uso de esta estructura de detección simple como detector de hielo.

#### 4.1.2 Descripción de la estructura óptica

El sensor óptico diseñado para la detección de hielo es una estructura multimodo - Coreless - multimodo. En ambos extremos usamos fibras multimodo estándar MMF, y en el centro de la estructura ponemos nuestro interferómetro que será una fibra coreless de 30 mm y se muestra en la figura 27.

Lo primero de todo, preparamos nuestras fibras, las fusionamos y obtenemos nuestra estructura:

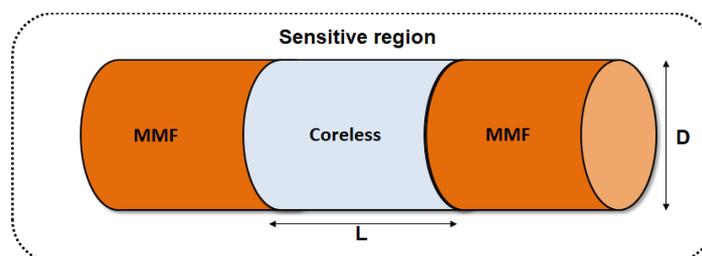


Figura 27. Estructura MCM ( $L = 30 \text{ mm}$ ,  $D = 125 \mu\text{m}$ )

La sensibilidad inherente a las variaciones del índice de refracción de este dispositivo es de 150 nm / RIU [24].

Esto le da a nuestro sensor capacidad para detectar variaciones de índice de refracción al mismo tiempo que las bandas de transmisión y atenuación que aparecen en el espectro dan una resolución más alta debido a su ancho de banda reducido. Aprovechando estas propiedades, se abordará la detección de la congelación del agua y la disminución de la temperatura.

Una vez que el sensor ha sido preparado, se fija a un marco de vidrio, y este se fija dentro de un recipiente de plástico para tener las fibras bien rectas y para evitar la deformación y torsión de los cables. El recipiente de plástico está ligeramente relleno de agua purificada hasta justo cubrir el sensor, de modo que el sensor simplemente se sumerge dentro de él.

#### 4.1.3 Configuración experimental

Una vez que ya tenemos nuestra estructura sensora MCM, preparamos nuestra configuración, previa al experimento.

Para organizar nuestro montaje, nuestro congelador esta convenientemente preparado con un par de agujeros taladrados en ambas paredes del frigorífico, para pasar todos los cables necesarios fuera del congelador, el cual nos simula nuestra cámara climática.

Conectamos una fuente ANDO de luz blanca (AQ4303B) a un lado del sensor y un analizador de espectros ópticos (Oceans Optics NIR 512) al otro. Además, también hemos introducido una sonda Pt100 dentro del agua para medir la variación electrónica de la temperatura durante el transcurso de los experimentos.

El valor del resistor Pt100 lo controlamos usando una configuración basada en Arduino, lo que ayudó a traducir los valores de la resistencia en valores de temperatura por medio de un software. Por lo tanto, el congelador generó las condiciones óptimas para simular una cámara climática de enfriamiento, al mismo tiempo que podría tener lugar una monitorización simultánea tanto de la temperatura como del desplazamiento de la longitud de onda.

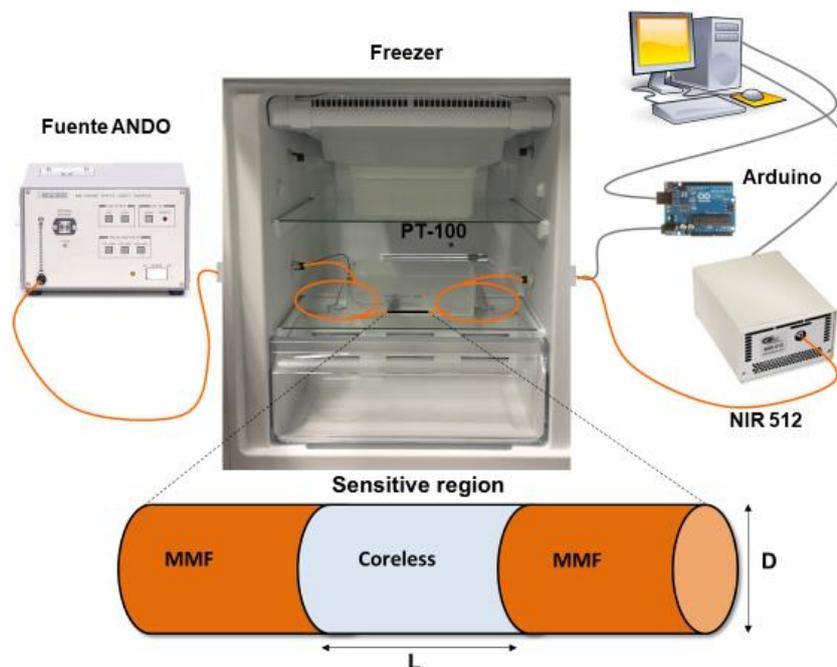


Figura 28. Configuración experimental MCM para realizar la detección de hielo.

#### 4.1.4 Resultados

Primero, una vez preparado nuestro montaje, el siguiente paso es monitorear la formación de hielo dentro del congelador. El objetivo es observar cómo cambian las bandas de atenuación generadas en función de la disminución de la temperatura del agua y comprobar qué sucede cuando el agua se congela, mediante la detección del SRI debido al cambio de estado de líquido a sólido. Hipotéticamente, habrá un cambio en el índice de refracción a valores más bajos, lo que se debería monitorear como un desplazamiento hacia el azul en la longitud de onda.

Para analizar estos resultados, nos centraremos en la banda de atenuación del espectro aproximadamente sobre 1518 nm y supervisaremos su evolución a lo largo del tiempo. Podemos ver su evolución en un ciclo de 3 días en la figura 29.

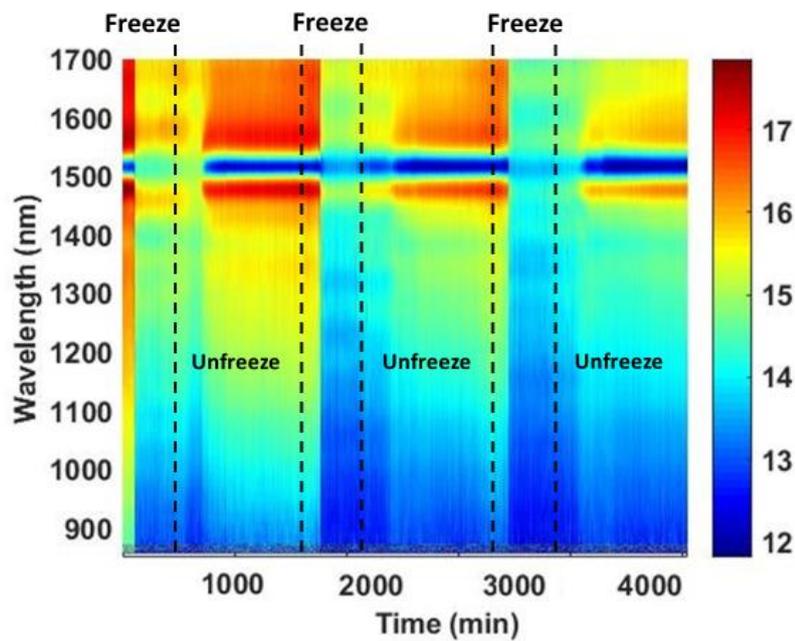


Figura 29. Evolución de 3 ciclos de congelación-descongelación con la estructura MCM.

En la figura 29 se observa claramente los momentos exactos de congelación y como durante el proceso de descongelación con el frigo apagado, aunque el proceso de descongelación es más lento, se produce un cambio significativo en el espectro.

Los resultados se trazan en la figura 30. Aquí, seleccionamos el primer ciclo de congelación-descongelación que se controlan dentro de la cámara climática. Cada ciclo completo toma un día entero. La curva verde corresponde a la temperatura medida con el Pt100 inmerso en agua durante el experimento.

Como el congelador es capaz de realizar un proceso progresivo, se puede observar que la congelación tarda más o menos una hora y media en disminuir de 21 °C a -21°C. Después de eso, el congelador está congelado durante dos horas.

Luego, se desconecta de la red eléctrica, y el proceso de descongelación se lleva a cabo durante 18 horas, lo que es una forma de verificar la calidad de la cámara interna cuando se preserva la temperatura.

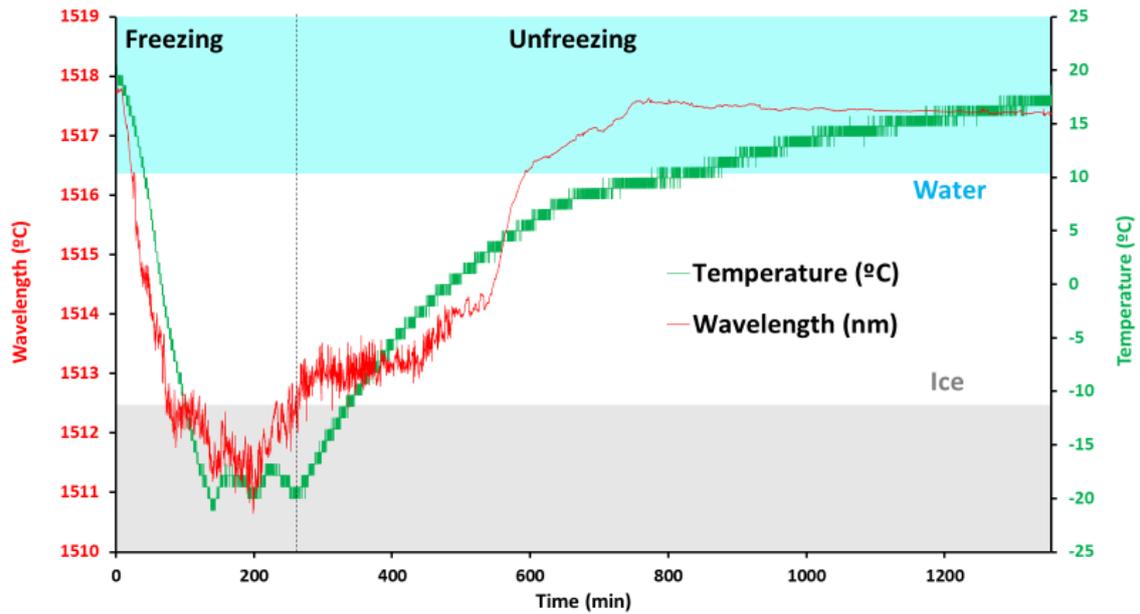


Figura 30. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la longitud de onda. Se pueden distinguir los estados de agua y hielo.

Superpuesto a esta medida eléctrica de la temperatura, la evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación mencionada anteriormente se muestra en rojo. Se registra un total de aproximadamente 7 nm de desplazamiento total ( $163 \text{ pm} / ^\circ\text{C}$ ) y se pueden distinguir varias etapas.

Durante el proceso de congelación, la señal óptica sigue la temperatura decreciente hasta alcanzar  $-5^\circ\text{C}$  por medio de la sensibilidad a la temperatura, con una disminución de unos 6 nm. A partir de este punto, se registra una disminución mínima, de aproximadamente 1.5 nm, mientras la temperatura continúa disminuyendo progresivamente a  $-21^\circ\text{C}$ .

La razón de este comportamiento es que llega a un punto donde toda el agua se ha congelado y el SRI fuera de la fibra es 1.308, de acuerdo con [18]. Por lo tanto, la sensibilidad del dispositivo a SRI es mayor que la sensibilidad a la temperatura y es por eso por lo que ocurre esta disminución rápida.

De hecho, se puede observar que la respuesta óptica está bastante estabilizada incluso cuando el congelador se ha desconectado de la red eléctrica y la temperatura aumenta al rango de  $0^\circ\text{C} - 5^\circ\text{C}$ . En esta segunda etapa, cuando el hielo comienza a fusionarse progresivamente, el SRI aumenta de 1.308 a la del agua líquida y es por eso que se observa un desplazamiento al rojo de 4 nm de la banda de atenuación.

Finalmente, una vez que toda el agua está en estado líquido, la sensibilidad a la temperatura actúa nuevamente, desplazando en rojo la longitud de onda central de la banda interferométrica 4 nm más hasta alcanzar la temperatura original ( $+ 21^\circ\text{C}$ ). El mismo comportamiento se puede observar para todos los ciclos.

El razonamiento previo se refleja espectralmente en la figura 30. Consideramos la banda de atenuación localizada en el espectro de MCM obtenido en la figura 31.

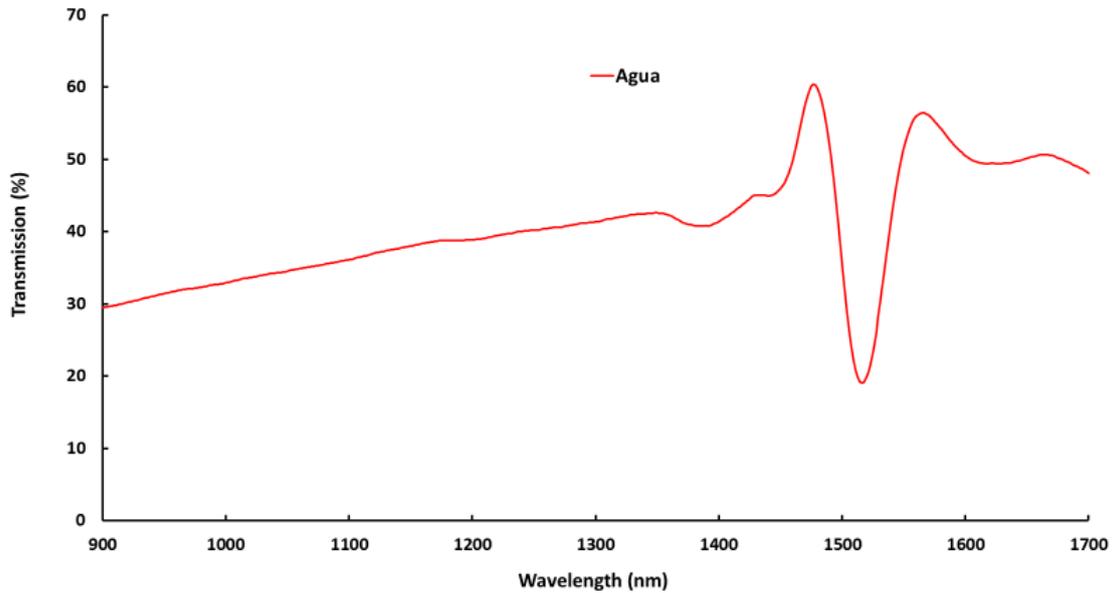


Figura 31. Espectro original de la estructura MCM con segmento coreless de 30 mm.

Esta banda está centrada a 1517,44 nm (figura 32). Siguiendo la evolución de esta longitud de onda central en función del tiempo por cada incremento de 5°C, es posible analizar lo que sucede en puntos específicos del proceso y luego inducir la sensibilidad del dispositivo presentado. En este sentido, la figura 30 representa la evolución del desplazamiento de la longitud de onda en función del proceso de congelación y descongelación.

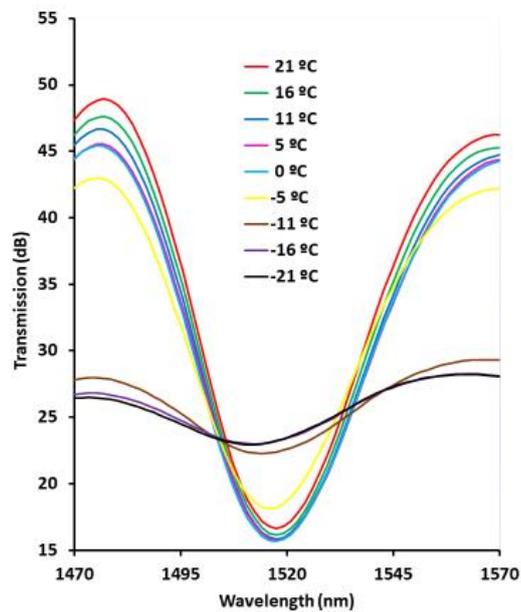


Figura 32. Desplazamiento de la longitud de onda de la banda interferométrica analizada

Las diferentes etapas analizadas previamente se pueden observar en las tres áreas del gráfico a lo largo del desplazamiento total de la longitud de onda de aproximadamente 8 nm.

En la etapa de congelación, se observa cómo entre 21 °C y 5 °C, la longitud de onda se ve disminuida con una sensibilidad promedio de 140 pm / °C (21 °C - 5 °C), ya que el agua todavía no se ha congelado. Entre 0 °C y -11 °C, solo cuando la mayor parte del agua se congela, el índice de refracción disminuye repentinamente a 1.308 RIU y la banda de atenuación cambia a azul con una sensibilidad promedio de 282 pm / °C (0 °C - -11 °C). Entre -11 °C y -21 °C, la longitud de onda de interferometría sigue bajando, pero a una sensibilidad promedio menor, de 129 pm / °C (-11 °C - 21 °C), ya que el agua ya se ha congelado.

En la etapa de descongelación, se observa cómo entre -21 °C y -5 °C, la longitud de onda sube de forma bastante estable con una sensibilidad promedio de 107 pm / °C (-21 °C - -5 °C), ya que el agua todavía no ha comenzado a descongelarse. Entre -5 °C y 5 °C, solo cuando la mayor parte del agua se descongela, el índice de refracción aumenta progresivamente a 1.321 RIU y la banda de atenuación cambia a rojo con una sensibilidad promedio de 249 pm / °C (-5 °C - 5 °C). Entre 5 °C y 21 °C, la longitud de onda permanece bastante estable con una sensibilidad promedio de 116 pm / °C (5 °C - 21 °C), ya que el agua ya se ha descongelado.

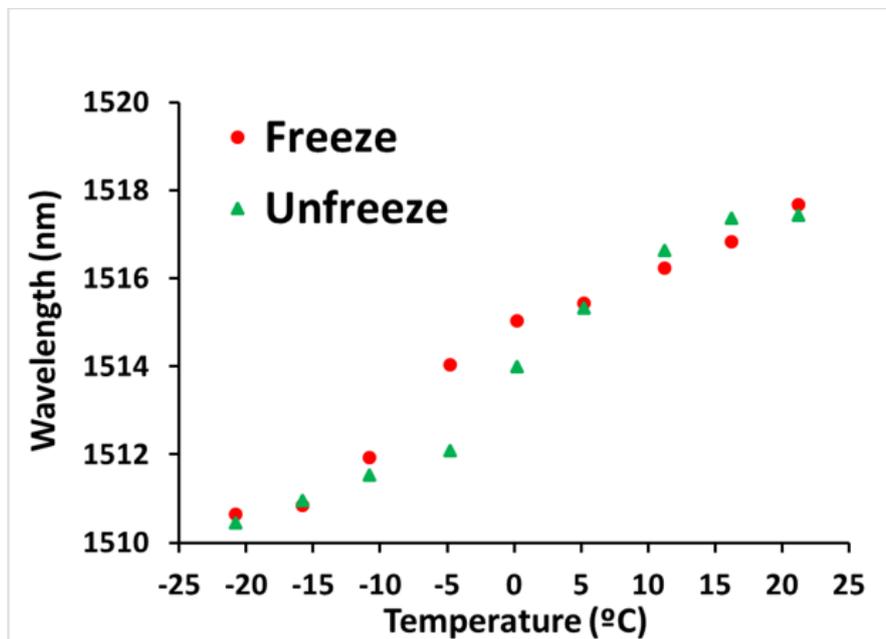


Figura 33. Ciclo congelación-descongelación.

Además, al congelarse vemos como la respuesta del sensor a la temperatura es estable y de forma progresiva. Justo cuando se produce la congelación y la descongelación, el índice de refracción cambia repentinamente en ambos procesos.

Considerando todo lo anterior, se puede decir que se ha caracterizado un interferómetro MCM de fibra óptica para detectar la formación de hielo, y también nos sirve como sensor de temperatura, ya que si exceptuamos de los intervalos donde se produce el cambio de estado de líquido a sólido y viceversa, donde hay un cambio repentino del índice de refracción, en el resto de los intervalos evolucionan de modo estable a la par de la temperatura.

Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica que cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

## 4.2 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica SMS

### 4.2.1 Introducción

Una vez estudiada la estructura MCM vamos a usar para la detección de la formación de hielo una estructura SMS. El comportamiento de ambas es muy similar y como la estructura SMS está muy bien controlada en el laboratorio queremos ver qué sucede con ella cuando la ponemos a detectar la congelación del agua.

Preparamos unas cuantas estructuras SMS, con fibras ópticas SMF estándar a ambos lados y en el centro fusionamos nuestra parte sensora, que será un segmento de fibra óptica coreless de 58 mm de longitud.

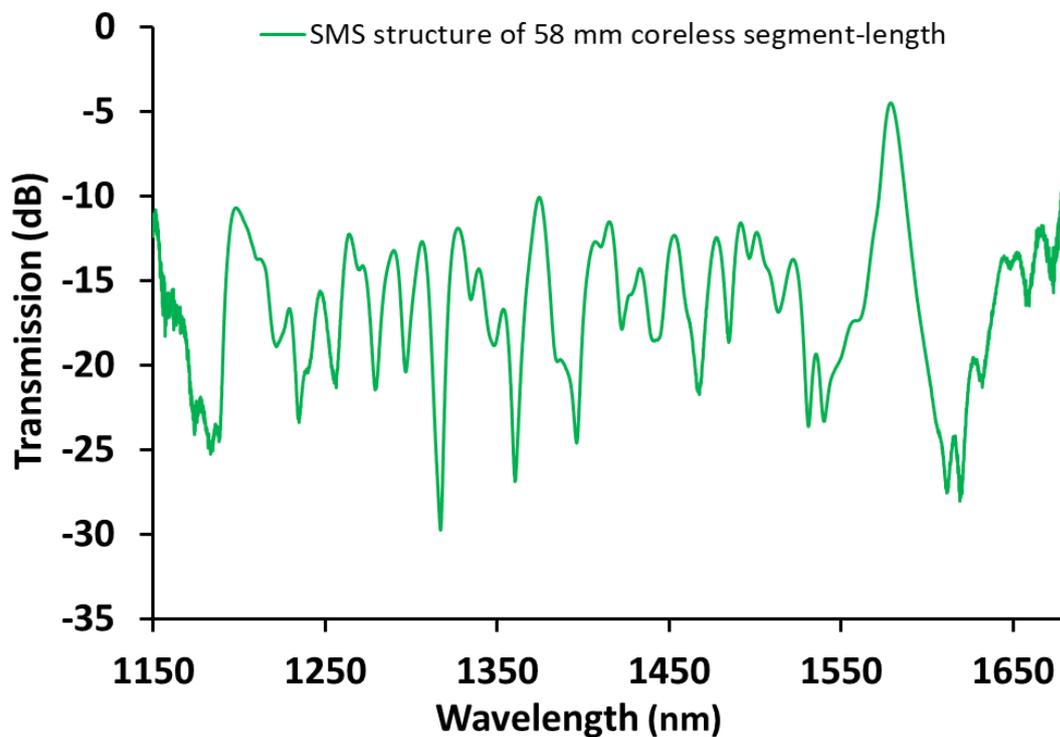


Figura 34. Espectro original de la estructura SMS con segmento coreless de 58 mm.

En la figura 34 observamos cómo es el espectro de la estructura SMS de 58 mm. Esta estructura SMS abordará la detección de hielo desde el punto de vista del índice de refracción. Para este propósito, se utilizará una estructura interferométrica, que consiste en una estructura monomodo - coreless - monomodo.

Luego, se mostrará una caracterización tanto de la detección de temperatura como de la formación de hielo, con el fin de descubrir las diferencias entre la detección de temperatura y la detección de congelación.

Finalmente, se extraerán algunas conclusiones sobre el uso de esta estructura de detección simple como detector de hielo.

#### 4.2.2 Descripción de la estructura óptica

El sensor óptico diseñado para la detección de hielo es una estructura simple monomodo - multimodo - monomodo y se muestra en la figura 35.

En ambos extremos usamos fibras monomodo SMF, y en el centro de la estructura ponemos una fibra de 58 mm de tipo Coreless, cortada a 90 ° todos los extremos.

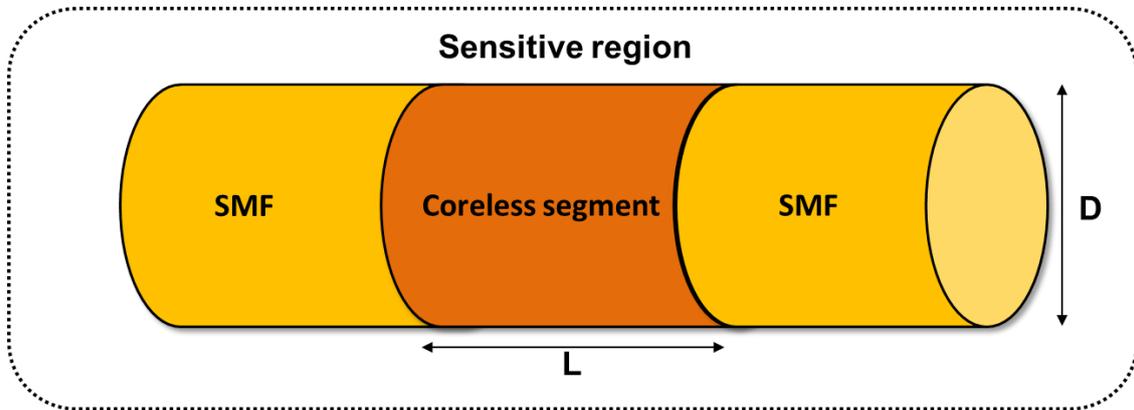


Figura 35. Estructura SMS ( $L = 58 \text{ mm}$ ,  $D = 125 \mu\text{m}$ ).

Las dos soldaduras las realizamos en el modo SM AUTO como vemos en la figura 36. En el proceso de fusión de fibras, nos da 0.02 dB y 0.04 dB de pérdidas respectivamente, aunque prácticamente podemos ignorarlas ya que a simple vista como vemos en la figura 36 la fusión de las fibras no colapsa.



Figura 36. Pantalla soldadura.

En pocas palabras, es un interferómetro básico que consta de un segmento de fibra coreless de una longitud de 58 mm, empalmado entre dos fibras monomodo, para formar una guía de onda con un diámetro total de 125  $\mu\text{m}$ .

La sensibilidad inherente a las variaciones del índice de refracción de este dispositivo es de 162 nm / RIU [23]. Esto le da a nuestro sensor una capacidad para detectar variaciones de índice de refracción al mismo tiempo que las bandas de transmisión y atenuación que aparecen en el espectro dan una resolución alta debido a su ancho de banda reducido.

Aprovechando estas propiedades, se abordará la detección de la congelación del agua y la disminución de la temperatura.

Una vez que el sensor ha sido preparado, se fija a un marco de vidrio, también se fija dentro de un recipiente de plástico para tener las fibras rectas y para evitar la deformación y torsión de los cables. El recipiente de plástico está ligeramente lleno de agua purificada, de modo que el sensor simplemente se sumerge dentro de él.

#### 4.2.3 Configuración experimental

Conectamos una fuente SLED de luz blanca (Agilent 83437A) a un lado del sensor y se un analizador de espectro óptico (Agilent 86140A OSA) al otro. Además, también se introdujo una sonda Pt100 dentro del agua para medir la variación electrónica de la temperatura a lo largo de la duración de los experimentos.

Usamos el OSA en vez del NIR 512, ya que con el OSA tenemos 5000 muestras, mientras que con el NIR tenemos 512. De este modo apreciamos mejor en la gráfica el espectro obtenido mediante algoritmo de Matlab y evitamos el ruido en el espectro como podemos apreciar con el software de monitorización de espectros, usado en los PC del laboratorio Spectra Suite.

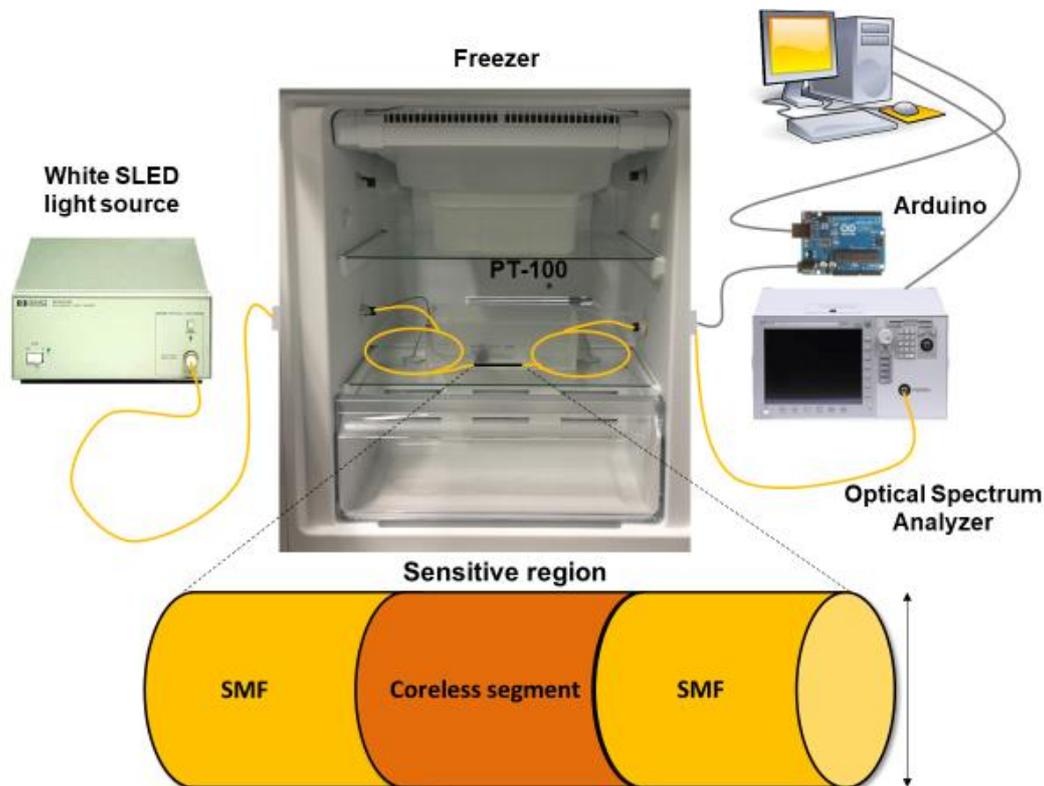


Figura 37. Configuración experimental SMS para realizar la detección de hielo.

Luego como el tiempo de recogida son unos 5 segundos, pero como hay más datos tendremos un retardo conforme las muestras van acumulándose a lo largo de la toma de datos del experimento, ya que cada vez las muestras obtenidas ocupan más memoria. Este problema lo solucionamos, aplicando un algoritmo de Matlab que nos hace una estimación exponencial de los tiempos, conforme aumenta el número de muestras obtenidas por el OSA.

El valor del resistor Pt100 se controló usando una configuración basada en Arduino, lo que ayudó a traducir los valores de la resistencia en valores de temperatura por medio de un software. Por lo tanto, el congelador generó las condiciones óptimas para simular una cámara

climática de enfriamiento, al mismo tiempo que podría tener lugar una monitorización simultánea tanto de la temperatura como del desplazamiento de la longitud de onda.

#### 4.2.4 Resultados

En primer lugar, en el grupo de sensores ya se llevó a cabo un análisis teórico con FIMMWAVE® y una caracterización experimental en función del aumento del índice de refracción circundante (SRI). Para este propósito, se estudió una estructura de SMS original de 58 mm de longitud de segmento sin núcleo.

La figura 34 muestra el espectro para la estructura. En el caso de la estructura original de SMS, la banda de autoimágenes localizada a 1570 nm se usó para la detección de SRI, esta banda de atenuación que aparece en la SMS se usa para caracterizar el comportamiento de la nueva estructura.

Se prepararon varias soluciones de glicerol en agua, para cubrir porcentajes de 0% - 60% v / v, lo que significa un rango de SRI de 1.321 a 1.408 RIU. La estructura de fibra óptica se sumergió en estas soluciones y las respuestas espectrales se recogieron para analizar su comportamiento.

Los resultados para SMS de 125 micras de diámetro se analizan en la figura 38. Como se puede observar, los resultados numéricos y experimentales son similares en el rango de índice de refracción analizado. En el caso del SMS de 125 micras de diámetro, la sensibilidad global estimada es de 162 nm / RIU.

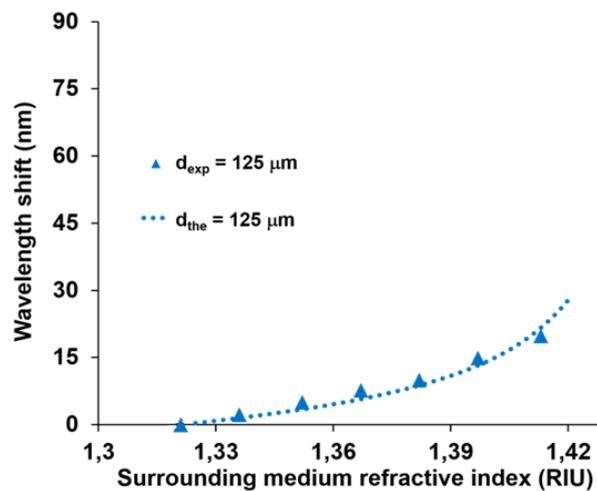


Figura 38. Sensibilidad SRI de los interferómetros basados en SMS. Las tendencias teóricas y experimentales combinan bastante bien.

Una vez que se analiza la sensibilidad al SRI, el siguiente paso es controlar la formación de hielo dentro del congelador. El objetivo es observar cómo cambia la banda de transmisión generada en función de la disminución de la temperatura del agua y comprobar qué sucede cuando el agua se congela, mediante la detección del SRI debido al cambio de estado de líquido a sólido.

Hipotéticamente, habrá un cambio en el índice de refracción a valores más bajos, lo que se debería monitorear como un desplazamiento hacia el azul en la longitud de onda. Para

analizar estos resultados, nos centraremos en la parte superior del espectro y supervisaremos su evolución a lo largo del tiempo.

En la figura 39 se observa claramente los momentos exactos de congelación y descongelación de nuestra estructura SMS, es decir, cuando pasa de estado líquido a estado sólido y viceversa. Se observa cómo durante el proceso de descongelación con el frigo apagado, y aunque el proceso de descongelación es más lento, se produce un cambio significativo en el espectro.

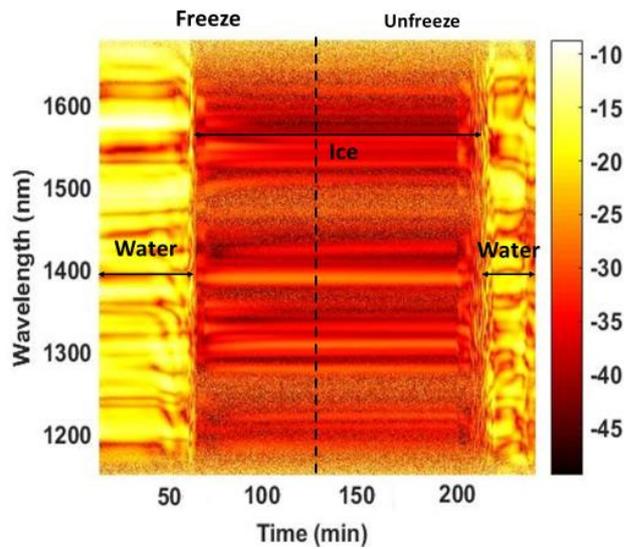


Figura 39. Evolución de 1 ciclo de congelación-descongelación con la estructura SMS.

Los resultados se trazan en la figura 40. Aquí, un ciclo de congelación se controla dentro de un congelador que tenemos en el laboratorio, a la espera de recibir la cámara climática. La curva verde corresponde a la temperatura medida con el Pt100 inmerso en agua durante el experimento.

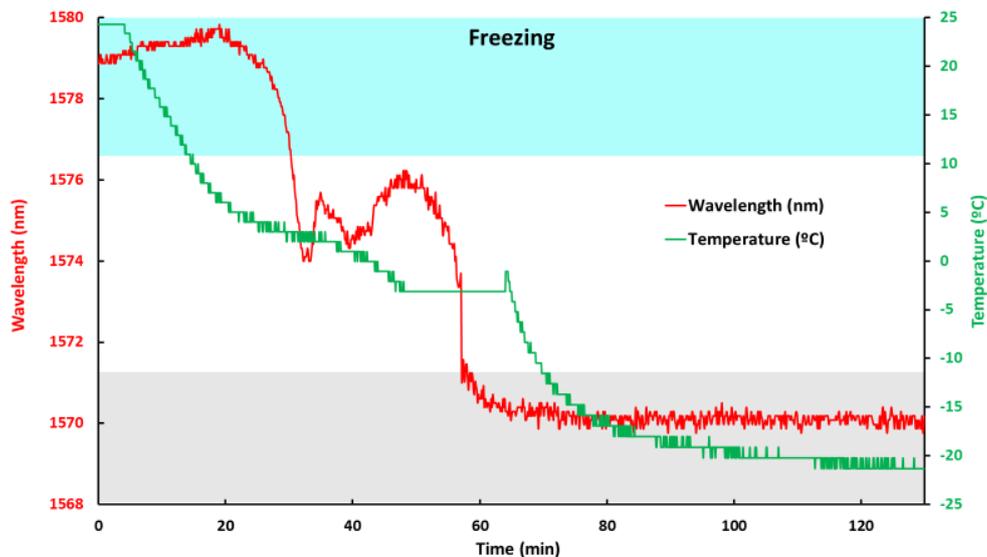


Figura 40. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la longitud de onda. Se pueden distinguir los estados de agua y hielo.

Como el congelador se encuentra ya a temperatura de  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$  es capaz de realizar un proceso rápido y progresivo, se puede observar que la congelación tarda más o menos una hora en disminuir de  $24\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Después de eso, el congelador se mantiene a bajas temperaturas durante una hora. Luego, sacamos nuestra estructura al exterior, y el proceso de descongelación se lleva a cabo durante 3 horas. Como tenemos que sacar fuera del congelador nuestra estructura, los movimientos al sacarla y colocarla sobre la superficie plana, nos descoloca las medidas, así que optamos por representar en la figura 40 el proceso de congelación únicamente.

Superpuesto a esta medida eléctrica, la evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación mencionada anteriormente se muestra en rojo. Se registra un total de  $9.5\text{ nm}$  de variación y se pueden distinguir varias etapas.

Durante el proceso de congelación, la señal óptica sigue la temperatura decreciente hasta alcanzar  $3\text{ }^{\circ}\text{C}$  por medio de la sensibilidad a la temperatura. En este punto y hasta  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , se registra un leve aumento, de  $1574\text{ nm}$  a  $1576\text{ nm}$ , que nos indica que el proceso de congelación o cambio de estado de líquido a sólido a comenzado, A partir de  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$  se registra una disminución repentina, de  $1576\text{ nm}$  a  $1570\text{ nm}$  mientras la temperatura continúa disminuyendo progresivamente a  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La razón de este comportamiento es que llega a un punto donde toda el agua se ha congelado y el SRI fuera de la fibra es  $1.308$ , de acuerdo con [18]. Por lo tanto, la sensibilidad del dispositivo a SRI es mayor que la sensibilidad a la temperatura y es por eso que ocurre esta disminución rápida.

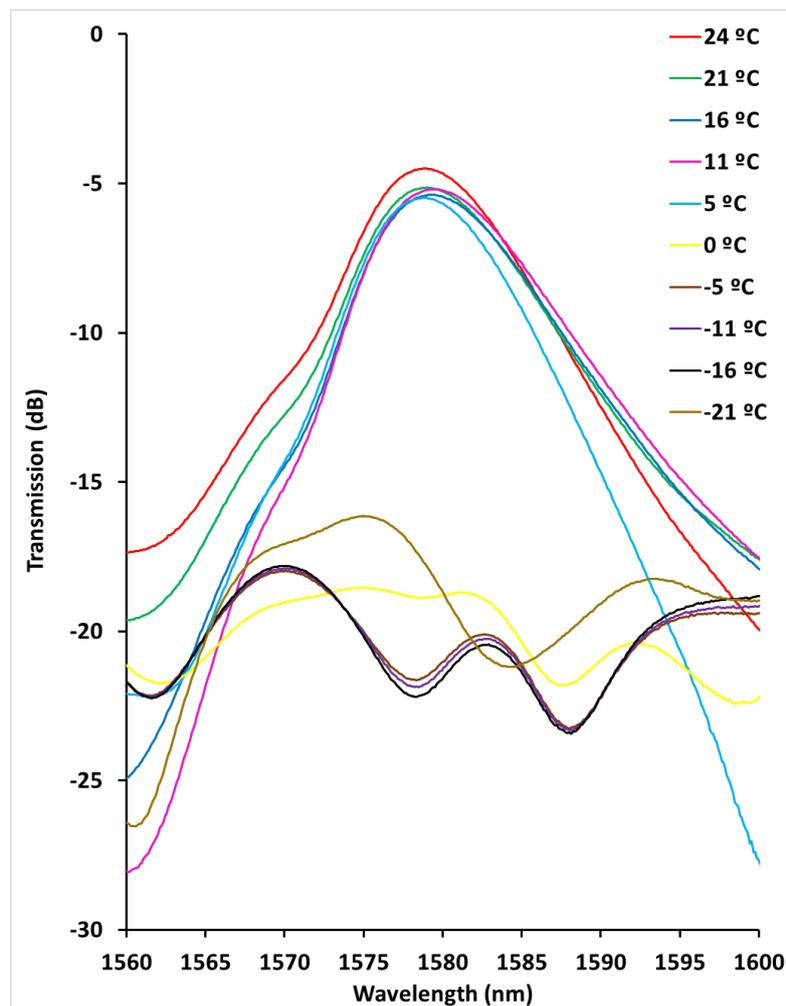


Figura 41. Desplazamiento de la longitud de onda de la banda interferométrica analizada.

El razonamiento previo se refleja espectralmente en la figura 41. La banda de atenuación del espectro de SMS que se muestra se centra en 1579,4 nm. Siguiendo la evolución de este desplazamiento de longitud de onda central en función del tiempo por cada incremento de 5 °C, es posible analizar lo que ocurre en puntos específicos del proceso y luego deducir la sensibilidad del dispositivo presentado. En este sentido, la figura 42 representa la evolución del desplazamiento de la longitud de onda en función del proceso de congelación.

Las diferentes etapas analizadas previamente se pueden observar en las tres áreas del gráfico a lo largo del desplazamiento total de la longitud de onda de 9,5 nm. Entre 21 °C y 5 °C, la longitud de onda permanece bastante estable, ya que el agua aún no está congelada y el SRI es 1.321 RIU todo el tiempo. Con una sensibilidad promedio de 27 pm / °C se registra dentro del rango de 21 °C - 5 °C.

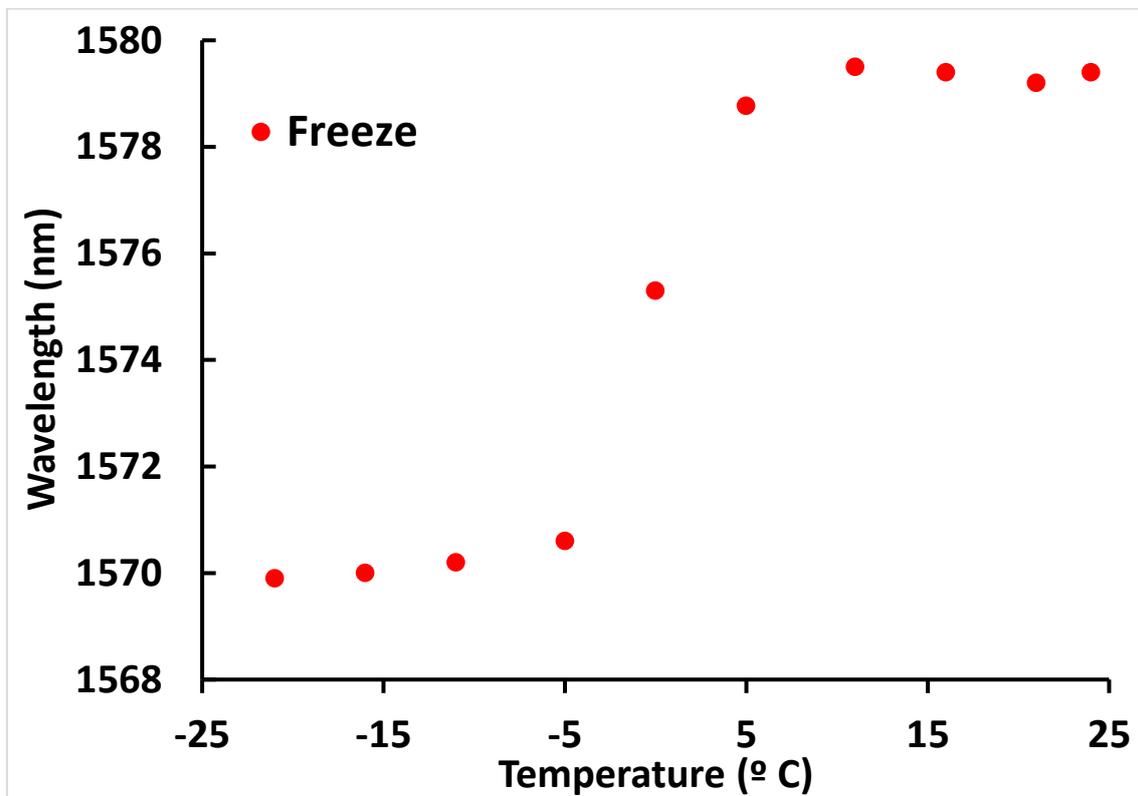


Figura 42. Evolución de la sensibilidad durante el proceso de congelación.

Por otro lado, una sensibilidad promedio de 44 pm / °C se registra dentro del rango de -5 °C - -21 °C. En el medio, lleva tiempo que el agua se congele o fusione. En el caso de congelación, solo cuando la mayor parte del agua se congela, el índice de refracción disminuye repentinamente a 1.308 RIU y la banda de atenuación cambia a azul con una sensibilidad promedio de 817 pm / °C (5 °C - -5 °C).

En esta estructura no analizamos el ciclo de descongelación, ya que debido a la longitud del segmento de fibra coreless de 58 mm, no hemos conseguido un proceso estable de descongelación, ya que se producen muchas torsiones a lo largo del segmento y no somos capaces de monitorizar el experimento de un modo fiable.

Considerando todo, se puede decir que se ha caracterizado un interferómetro de fibra óptica SMS para detectar la formación de hielo más sensible a la variación de temperatura y cambio del índice de refracción respecto a la anterior estructura MCM. Sin embargo, debido a la torsión sufrida por la fibra en el proceso de descongelación, no monitorizamos de modo estable ambos ciclos de congelación y descongelación.

Viendo como se ha comportado nuestra estructura usando fibra monomodo en ambos extremos nos conduce a abrir nuevas líneas de investigación en la detección de la formación de hielo por medio de sensores de fibra óptica con SMF.

### 4.3 Sensor de congelación con una estructura de fibra óptica E-SMS

#### 4.3.1 Introducción

Esta estructura E-SMS abordará la detección de hielo desde el punto de vista del índice de refracción. Para este propósito, se utilizará una estructura interferométrica, que consiste en una estructura monomodo - multimodo – monomodo la cual ha sido sometida a un proceso de Etching (E-SMS).

Luego, se mostrará una caracterización tanto de la detección de temperatura como de la formación de hielo, con el fin de descubrir las diferencias entre la detección de temperatura y la detección de congelación.

Finalmente, se extraerán algunas conclusiones sobre el uso de esta estructura de detección simple como detector de hielo.

#### 4.3.2 Descripción de la estructura óptica

El sensor óptico diseñado para la detección de hielo es una estructura monomodo - multimodo - monomodo a la cual le hemos aplicado un proceso de etching (E-SMS) y se muestra en la figura 43.

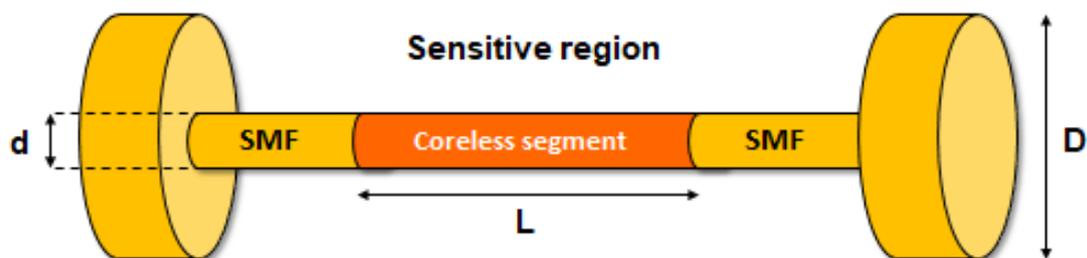


Figura 43. Estructura E-SMS ( $L = 15 \text{ mm}$ ,  $D = 125 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $d = 30 \text{ }\mu\text{m}$ ).

En pocas palabras, es un interferómetro básico que consta de un segmento de fibra coreless con una longitud de 15 mm, empalmado entre dos fibras monomodo, para formar una guía de onda con un diámetro total de 125  $\mu\text{m}$ .

La sensibilidad inherente a las variaciones del índice de refracción de este dispositivo sin etching es de 183 nm / RIU [20]. Sin embargo, este valor puede incluso mejorarse con una reducción del diámetro con ácido fluorhídrico de 125  $\mu\text{m}$  a 30  $\mu\text{m}$  [23].

Esto le da a nuestro sensor una mayor capacidad para detectar variaciones de índice de refracción al mismo tiempo que las bandas de transmisión y atenuación que aparecen en el espectro dan una resolución más alta debido a su ancho de banda reducido. Aprovechando estas propiedades, se abordará la detección de la congelación del agua y la disminución de la temperatura.

Una vez que el sensor está preparado, se fija a un marco de vidrio, y este en un recipiente de plástico para tener las fibras bien rectas y para evitar la deformación y torsión de los cables. El recipiente de plástico está ligeramente relleno de agua purificada hasta justo cubrir el sensor, de modo que el sensor simplemente se sumerge dentro de él.

#### 4.3.3 Configuración experimental

Para organizar nuestro montaje, nuestro congelador está convenientemente preparado con un par de agujeros taladrados en ambas paredes del frigorífico, para pasar todos los cables necesarios fuera del congelador, que nos simula nuestra cámara climática.

Conectamos una fuente SLED de luz blanca (Agilent 83437A) a un lado del sensor y un analizador de espectros ópticos (Agilent 86140A OSA) al otro. Además, también hemos introducido una sonda Pt100 dentro del agua para medir la variación electrónica de la temperatura durante el transcurso de los experimentos.

El valor del resistor Pt100 lo controlamos usando una configuración basada en Arduino, lo que ayudó a traducir los valores de la resistencia en valores de temperatura por medio de un software. Por lo tanto, el congelador generó las condiciones óptimas para simular una cámara climática de enfriamiento, al mismo tiempo que podría tener lugar una monitorización simultánea tanto de la temperatura como del desplazamiento de la longitud de onda.

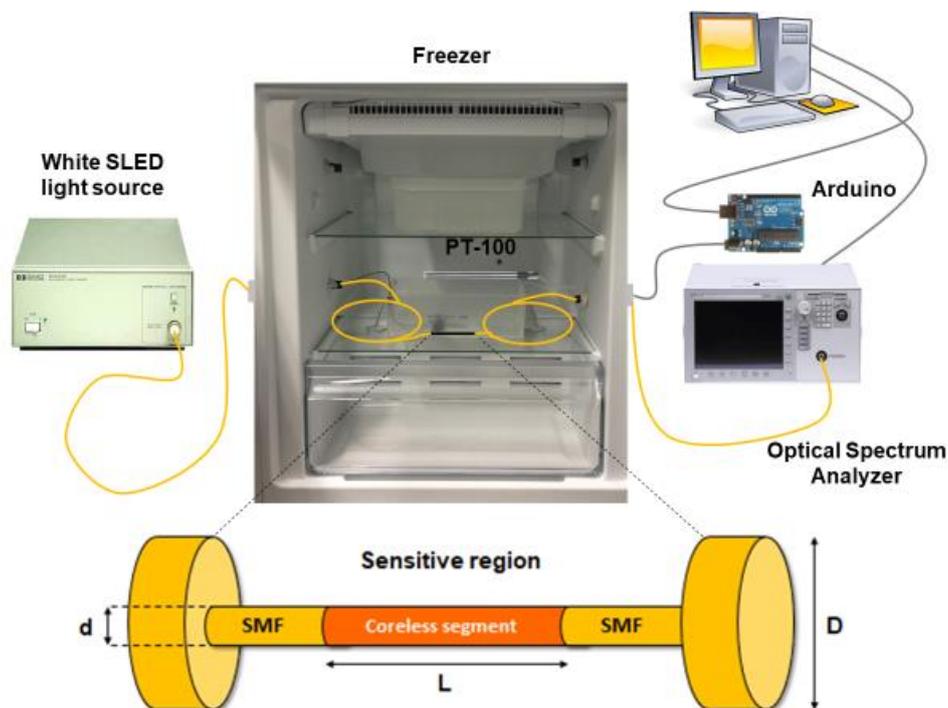


Figura 44. Configuración experimental para realizar la detección de hielo.

#### 4.3.4 Resultados

En primer lugar, en el grupo de sensores ya se llevó a cabo un análisis teórico con FIMMWAVE® y una caracterización experimental en función del aumento del índice de refracción circundante (SRI). Para este propósito, se comparó una estructura de SMS original de 58 mm de longitud de segmento sin núcleo y las estructuras de E-SMS propuestas.

La figura 45 muestra los espectros para ambas estructuras. En el caso de la estructura original de SMS, la banda de autoimágenes localizada a 1550 nm se usó para la detección de SRI, mientras que cualquiera de las bandas de atenuación que aparecen en los E-SMS podría usarse para caracterizar el comportamiento de la nueva estructura.

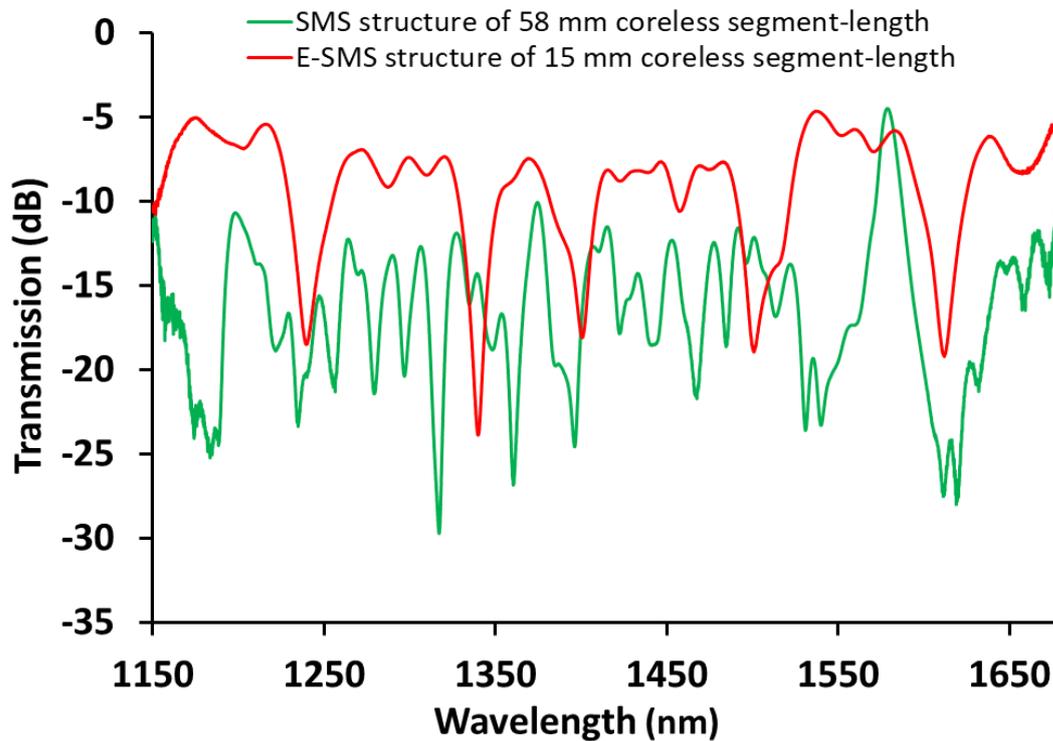


Figura 45. Espectros originales de la SMS con segmento coreless de 58 mm y la estructura de E-SMS propuesta.

Se prepararon varias soluciones de glicerol en agua, para cubrir porcentajes de 0% - 60% v / v, lo que significa un rango de SRI de 1.321 a 1.408 RIU. Las estructuras de fibra óptica se sumergieron en estas soluciones y las respuestas espectrales se recogieron para analizar su comportamiento.

Con fines de comparación, los resultados para E-SMS de 125 y 30 micras de diámetro se analizan en la figura 46. Como se puede observar, los resultados numéricos y experimentales son similares en el rango de índice de refracción analizado.

En el caso del SMS de 125 micras de diámetro, la sensibilidad global estimada es de 183 nm / RIU, mientras que la sensibilidad para el E-SMS de 30 micras de diámetro es de 776 nm / RIU. Esto implica una mejora de 4.24 veces con respecto al SMS de 125 micras de diámetro.

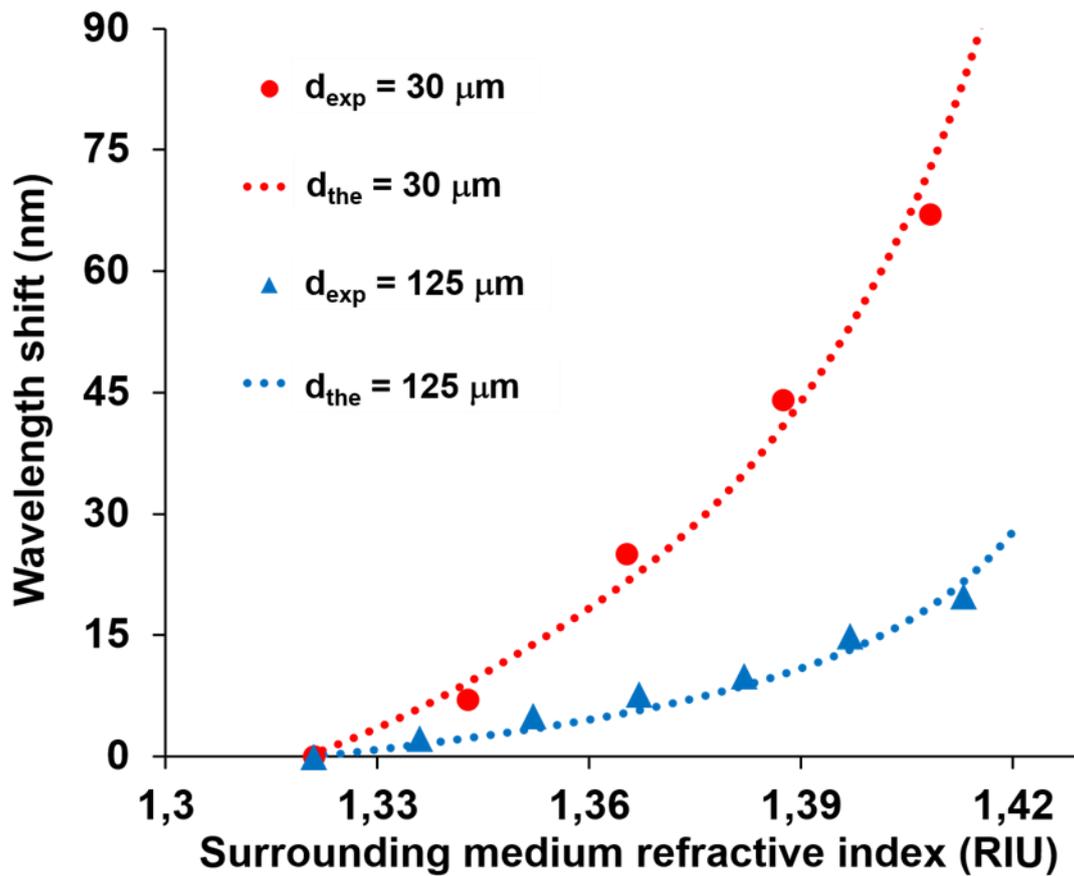


Figura 46. Sensibilidad SRI de los interferómetros basados en SMS. Las tendencias teóricas y experimentales combinan bastante bien.

Una vez analizada la sensibilidad al SRI, el siguiente paso es controlar la formación de hielo dentro del congelador. El objetivo es observar cómo cambian las bandas de atenuación generadas en función de la disminución de la temperatura del agua y comprobar qué sucede cuando el agua se congela, mediante la detección del SRI debido al cambio de estado de líquido a sólido.

Hipotéticamente, habrá un cambio en el índice de refracción hacia valores más bajos, lo que monitorizamos como un desplazamiento hacia el azul en la longitud de onda. Para analizar estos resultados, de las cinco interferometrías que obtenemos con nuestra estructura E-SMS nos centraremos en la parte inferior del espectro y supervisaremos su evolución a lo largo del tiempo.

En la figura 47, podemos observar con evolucionan de modo paralelo las cinco interferometrías obtenidas con nuestra estructura E-SMS, pudiendo servirnos cualquiera de ellas para la detección de congelación del agua. Se observa cómo nos aparece cinco interferometrías a lo largo del espectro que evolucionan a lo largo de los tres procesos de congelación-descongelación, concretamente 1239, 1340, 1397, 1499 y 1612 nm.

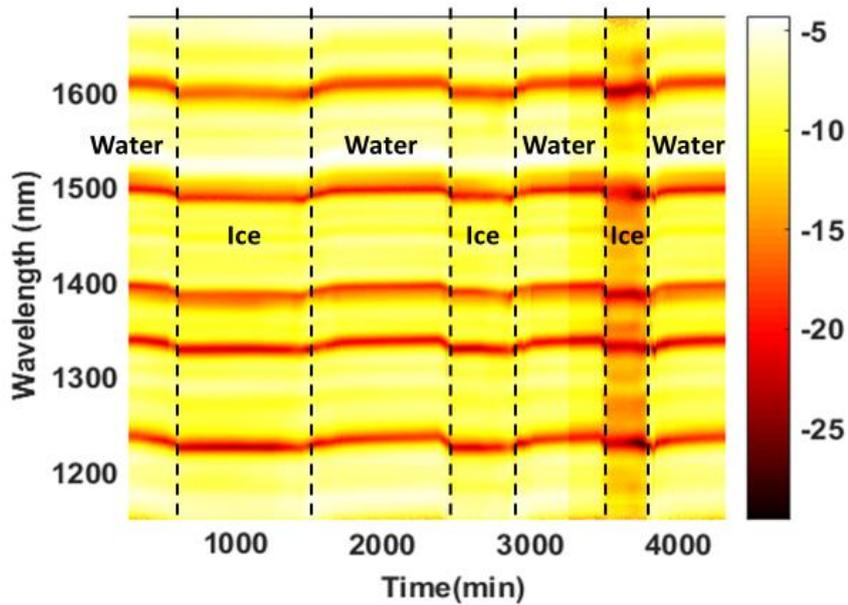


Figura 47. Evolución de las cinco interferometrías de nuestra estructura E-SMS.

Los resultados se trazan en la figura 48. Aquí, vemos dos ciclos de congelación-descongelación controlados dentro de nuestra cámara climática. Cada ciclo completo tarda en completarse un día entero. La curva verde corresponde a la temperatura medida con nuestra sonda Pt100 inmersa en agua durante todo el experimento.

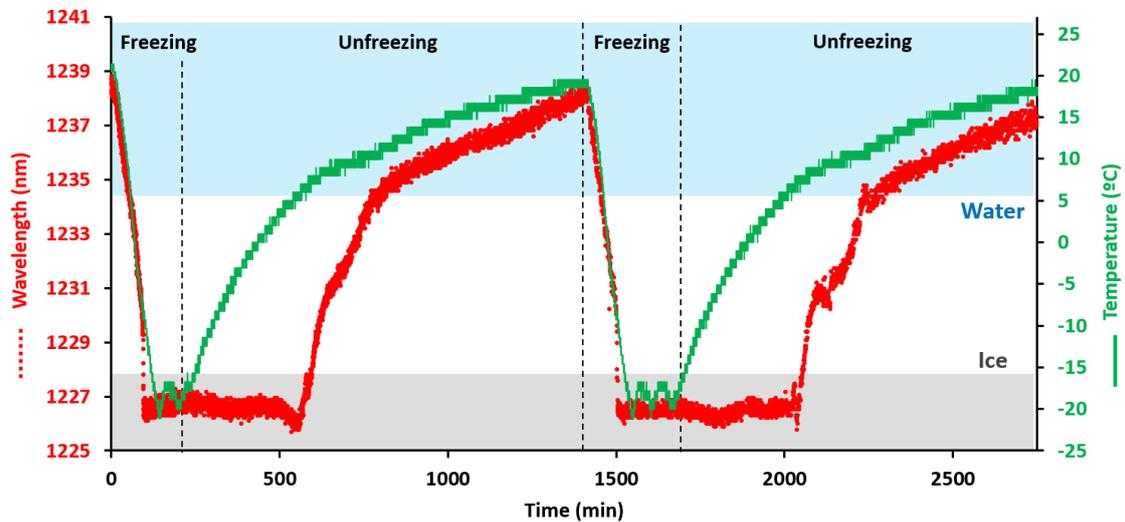


Figura 48. Comparación de la evolución de la temperatura frente a la longitud de onda del primer pico del espectro obtenido. Se pueden distinguir los estados de agua y hielo, así como las transiciones entre ellos

Como nuestro congelador es capaz de realizar un proceso progresivo de disminución y aumento de temperatura, se puede observar que el proceso de congelación tarda más o menos una hora y media en disminuir de 21 °C a -21 °C. Después de eso, dejamos que se mantenga en esa temperatura de -21 °C durante una hora. Luego, se desconecta de la red eléctrica, y comienza el proceso de descongelación durante aproximadamente 12 horas, lo cual es una

forma de verificar la calidad de nuestra cámara climática ya que preserva la temperatura bastante bien.

Superpuesta a esta medida eléctrica de temperatura, la evolución de la longitud de onda de la banda de atenuación mencionada anteriormente se muestra en rojo. Se registra un total de 12.75 nm de variación y se pueden distinguir varias etapas.

Durante el primer proceso de congelación, la señal óptica sigue la temperatura decreciente hasta alcanzar  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$  por medio de la sensibilidad a la temperatura. En este punto, se registra una disminución repentina, de 1231 a 1226.5 nm, mientras la temperatura continúa disminuyendo progresivamente a  $-21\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La razón de este comportamiento es que llega a un punto donde toda el agua se ha congelado y el SRI fuera de la fibra es 1.308, de acuerdo con [18]. Por lo tanto, la sensibilidad del dispositivo a SRI es mayor que la sensibilidad a la temperatura y es por eso por lo que ocurre esta disminución tan rápida.

De hecho, se puede observar que la respuesta óptica está bastante estabilizada incluso cuando el congelador ha sido desconectado de la red eléctrica y la temperatura aumenta al rango de  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  -  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . En esta segunda etapa, cuando el hielo comienza a fusionarse progresivamente, el SRI aumenta de 1.308 a la del agua líquida y es por eso por lo que se observa un desplazamiento al rojo de 8 nm de la banda de atenuación.

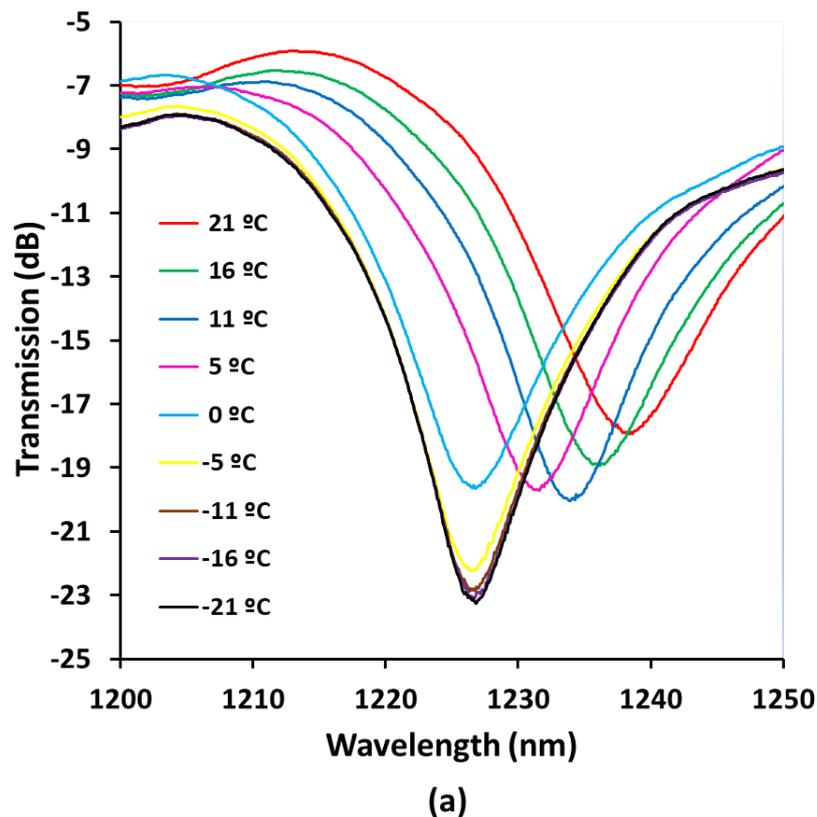


Figura 49. Desplazamiento de la longitud de onda de la banda interferométrica analizada

Finalmente, una vez que toda el agua está en estado líquido, la sensibilidad a la temperatura actúa nuevamente, desplazando en rojo la longitud de onda central de la banda interferométrica 4 nm más hasta alcanzar la temperatura original ( $+21\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). El mismo comportamiento se puede observar para ambos ciclos.

El razonamiento previo se refleja espectralmente en la figura 49. La primera banda de atenuación del espectro de E-SMS que se muestra se centra en 1239 nm. Siguiendo la evolución de este desplazamiento de longitud de onda central en función del tiempo por cada incremento de 5 °C, es posible analizar lo que ocurre en puntos específicos del proceso y luego deducir la sensibilidad del dispositivo presentado. En este sentido, la figura 50 representa la evolución del desplazamiento de la longitud de onda en función del proceso de congelación y descongelación.

Las diferentes etapas analizadas previamente se pueden observar en las tres áreas del gráfico a lo largo del desplazamiento total de la longitud de onda de 12,75 nm. Entre -21 °C y -11 °C, la longitud de onda permanece bastante estable, ya que el agua está congelada y el SRI es 1.308 RIU todo el tiempo.

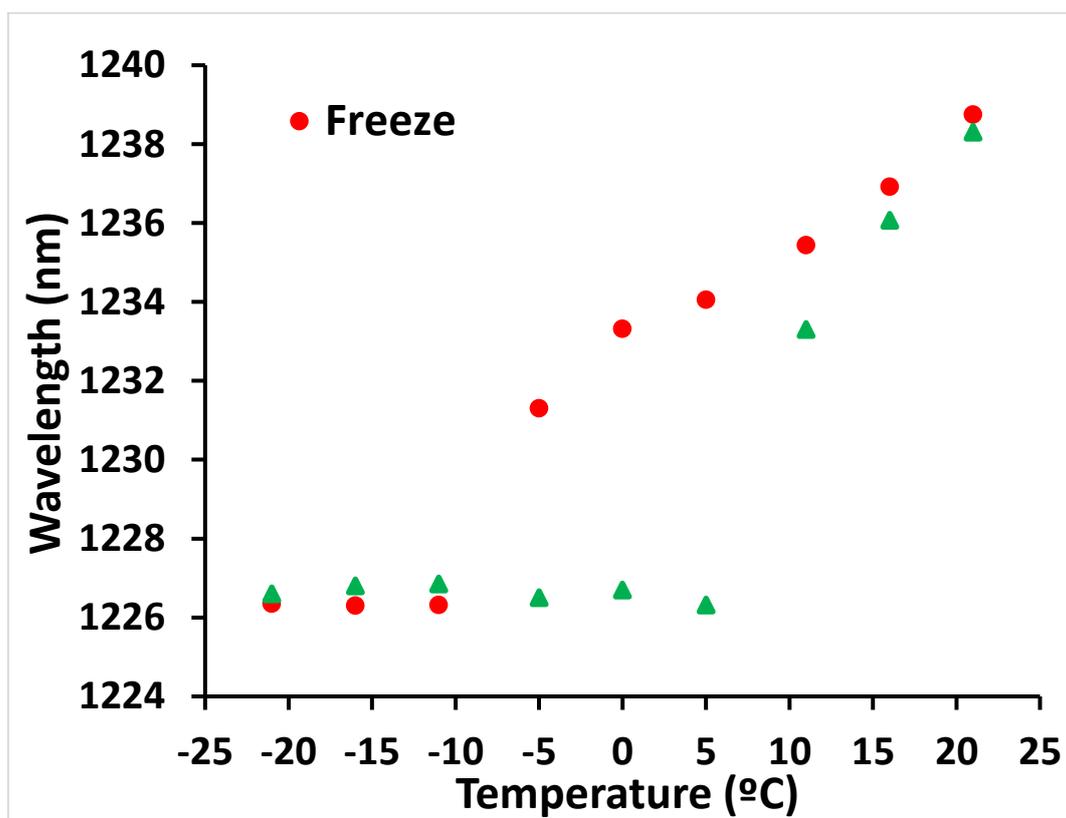


Figura 50. Evolución de la sensibilidad durante los procesos de congelación-descongelación.

Por otro lado, una sensibilidad promedio de 438 pm / °C se registra dentro del rango de 16 °C - 21 °C. En el medio, lleva tiempo que el agua se congele o fusione. En el caso de congelación, solo cuando la mayor parte del agua se congela, el índice de refracción disminuye repentinamente a 1.308 RIU y la banda de atenuación cambia a azul con una sensibilidad promedio de 636 pm / °C (0 °C - intervalo de -10 °C). En el caso de descongelación, sólo cuando la mayor parte del agua está suficientemente fusionada el índice de refracción progresivamente aumenta a 1.321 RIU y la banda de atenuación se desplaza hacia el rojo- (5 °C - 16 °C) con una sensibilidad de 1 nm / °C.

Además, al congelarse, dado que se induce el proceso de enfriamiento, la respuesta del sensor es más progresiva, aunque es posible detectar el momento en que toda el agua se transforma en hielo.

Después de desconectar, el proceso de descongelación es más natural, y la respuesta del sensor al detectar el cambio de estado sólido a líquido es más drástica porque reacciona solo cuando las condiciones físicas naturales son adecuadas.

Considerando todo lo anterior, se puede decir que se ha caracterizado un interferómetro de fibra óptica para detectar la formación de hielo. Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

Experimentos como el que se muestra aquí conducen a abrir nuevas líneas de investigación en la detección de la formación de hielo por medio de sensores de fibra óptica simples y fáciles de manejar.

## Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras

### 5.1 Conclusiones

Nuestras estructuras de fibra propuestas ofrecen gran sensibilidad, robustez, fabricación con un bajo costo y tienen un proceso de fabricación simple.

Considerando los experimentos anteriores con nuestras estructuras MCM, SMS y E-SMS, se puede decir que se ha caracterizado diferentes interferómetros de fibra óptica para detectar la formación de hielo con tres estructuras diferentes. Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

Como el sensor es muy sensible a los cambios en estas propiedades del agua, es capaz de detectar instantáneamente la formación de hielo sobre su superficie. Y además, como el índice de refracción varía mucho también con la temperatura, se puede monitorizar la temperatura del agua desde  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta  $+24\text{ }^{\circ}\text{C}$ . El sensor es muy versátil y el hecho de estar diseñado para ser conectado con fibra lo hace muy interesante para aplicaciones aeronáuticas, donde el peso tiene que ser mínimo y, como las fibras ópticas son mucho más ligeras que los cables eléctricos, son más deseables para ser integradas en un avión.

1. Los espectros de cada una de nuestras estructuras MCM, SMS y E-SMS son muy diferentes.

En la estructura MCM se observa cómo nos aparece una interferencia aproximadamente sobre una longitud de onda de 1550 nm. Es una interferencia de puntos mínimos, ya que aparece su caracterización hacia abajo. Aparece en esa franja debido a la longitud del segmento sensor coreless de 30 mm. Si aumentamos la longitud del segmento, nuestra interferencia se desplazaría hacia el azul, mientras que si reducimos la longitud este desplazamiento sería hacia el rojo.

En la estructura SMS se observa cómo nos aparece una interferencia aproximadamente sobre una longitud de onda de 1578 nm. Aparece en esa franja debido a la longitud del segmento sensor coreless de 58 mm. Si aumentamos la longitud del segmento, nuestra interferencia se desplazaría hacia el azul, mientras que si reducimos la longitud este desplazamiento sería hacia el rojo. A la estructura SMS podemos realizar el proceso de etching y reducir el diámetro de su núcleo, observando como aumenta la sensibilidad de las estructuras.

En la estructura E-SMS de 15 mm de longitud se observa cómo nos aparece en la figura 43 cinco interferometrías a lo largo del espectro, concretamente 1239, 1340, 1397, 1499 y 1612 nm. Es una interferencia de puntos mínimos, ya que aparece su caracterización hacia abajo. Al realizar el proceso de etching y reducir el núcleo hasta 30 micras de diámetro obtenemos estas cinco interferometrías como vemos en la figura 48.

Por lo tanto, podemos asegurar que si variamos la longitud y el diámetro de la parte sensora de nuestras estructuras hemos obtenido diferentes resultados, lo que nos lleva a múltiples posibilidades de experimentación.

2. La mayor sensibilidad al índice de refracción la obtenemos con la estructura E-SMS. En el caso del SMS de 125 micras de diámetro, la sensibilidad global estimada es de 183 nm / RIU, mientras que la sensibilidad para el E-SMS de 30 micras de diámetro es de 776 nm / RIU. Esto implica una mejora de 4.24 veces con respecto al SMS de 125 micras de diámetro.

En la estructura SMS de 58 mm, la sensibilidad global estimada es de 162 nm / RIU, siendo bastante inferior a la E-SMS.

En la estructura MCM, la sensibilidad global estimada es de 150 nm / RIU, siendo bastante inferior a la E-SMS.

La estructura con la que mejores resultados obtenemos es la E-SMS, mejora en mucho respecto a las otras dos. Hay una mejoría respecto de usar en nuestras estructuras fibra multimodo a monomodo. Y finalmente con el proceso de reducción de diámetro sobre la SMS, conseguimos la mejor la sensibilidad global de nuestras estructuras estudiadas.

Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica que cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

3. Respecto a la sensibilidad a la temperatura que tenemos con nuestras estructuras, hay que distinguir la sensibilidad temperatura de sensibilidad a la formación de hielo.

Nuestro proyecto se centra en encontrar estructuras que detecten la formación de hielo, pero al mismo tiempo hemos observado como sirven también para monitorizar la disminución de la temperatura llegando a temperaturas de hasta  $-24^{\circ}\text{C}$ . Ambas detecciones están relacionadas y en las diferentes estructuras abordadas en este TFG observamos diferentes sensibilidades medias a la temperatura.

En la estructura MCM tenemos una sensibilidad a la temperatura de 163 pm /  $^{\circ}\text{C}$ , en la estructura SMS una sensibilidad a la temperatura de 204 pm /  $^{\circ}\text{C}$  y finalmente en la estructura E-SMS una sensibilidad a la temperatura de 279 pm /  $^{\circ}\text{C}$ . Por lo tanto, observamos de nuevo como la sensibilidad a la temperatura aumenta con la SMS respecto a la MCM, y al mismo tiempo como con la E-SMS aumenta en sensibilidad respecto a la SMS.

4. Respecto a la sensibilidad de nuestras estructuras al hielo y hemos conseguido monitorizar el momento exacto de la congelación, ya que en todas nuestras estructuras se produce instantáneamente un gran salto en el índice de refracción hacia el azul.

Este brusco cambio instantáneo lo monitorizamos con el espectro que vemos como se desplaza hacia el azul y además si la cantidad de agua que rodea nuestra estructura es superior a la estipulada, perdemos gran potencia en nuestra interferencia, debido a que al congelarse el agua y tener mucha cantidad de hielo nuestra estructura a su alrededor, este hielo se va convirtiendo en hielo blanco y no deja pasar prácticamente la luz hacia el exterior, por ello es como si hiciésemos una deposición de material y vamos perdiendo potencia en nuestro sensor.

Este fenómeno tampoco es malo para nosotros, ya que nos permite decir con total seguridad, que nuestra estructura ha detectado la formación de hielo.

Traducimos el movimiento de longitud de onda en estimación del paso de hielo a agua y viceversa por la sensibilidad que ocurre en cada etapa de ambos procesos de congelación y descongelación.

En el proceso de congelación inicialmente vemos en las tres estructuras estudiadas, como se va desplazando hacia el azul nuestra longitud de onda con una sensibilidad estable hasta aproximadamente los 5 ° C, en este punto es cuando comienza a aumentar la sensibilidad y se produce un cambio muy brusco en el índice de refracción, ya que a 0 ° C se produce la congelación del agua y nuestras estructuras lo detectan de manera muy fiable. Aproximadamente sobre los - 5 ° C de nuevo se estabiliza el proceso de congelación y continua hasta los - 21 ° C.

En el proceso de descongelación ocurre el proceso de modo similar, pero mucho más lento, ya que la descongelación es de modo natural y dura muchas más horas. Nos permite detectar claramente cuando vuelve a monitorizarse perfectamente la interferometría, indicándonos cuando ha ocurrido el proceso de descongelación. Después de desconectar, el proceso de descongelación es más natural, y la respuesta del sensor al detectar el cambio de estado sólido a líquido es más drástica porque reacciona solo cuando las condiciones físicas naturales son adecuadas.

Los mayores problemas que debemos de hacer frente y resolver son: la cantidad de agua depositada sobre la estructura interferométrica de fibra óptica, ya que debido a las propiedades que tiene el hielo en su proceso de formación van variando mucho, y según la cantidad de hielo depositada sobre la fibra, nos hace desaparecer el pico de la interferometría, aunque tiene su lado positivo; detecta la congelación, ya que la capa de hielo sobre la fibra impide que el haz de luz pueda salir hacia el exterior, y se ve reflejado hacia el interior de la fibra.

Para solucionar este problema, añadimos en los recipientes donde colocamos nuestras estructuras, 25 ml de agua purificada, la justa para cubrir nuestra estructura sensora. De este modo hemos obtenido espectros estables.

Otra problemática, es que necesitamos generar unas condiciones óptimas de humedad, temperatura y presión, es decir, simular una cámara climática que baje de la temperatura de congelación. En nuestro laboratorio no disponemos de ella, así que intentamos generar algo parecido introduciendo nuestra estructura en el congelador de un frigorífico de nuestro laboratorio de sensores. Pero al sacar y meter la estructura, y no poder comenzar desde unas condiciones iniciales óptimas de temperatura y humedad, no son completamente fiables los datos obtenidos, así que solicitamos a mi empresa BSH, el préstamo de un frigorífico para la realización de las pruebas, modificándolo nosotros para obtener las condiciones de una cámara climática óptima.

Más problemas podemos tener por la torsión de los cables, la cual nos da un espectro erróneo. El problema ha sido solucionado pegando nuestros sensores a las estructuras lo más recto posibles con Loctite y que no haga curvas, de este modo, no sufrirá torsión durante el proceso de congelación y quedarán fijos sobre la base de la estructura.

Finalmente, considerando todo lo anterior, se puede decir que se ha caracterizado un interferómetro de fibra óptica para detectar la formación de hielo. Las curvas electrónicas y ópticas corroboran que hay un punto donde el índice de refracción fuera de la estructura de fibra óptica cambia repentinamente y ese es el elemento clave para detectar la formación de hielo.

## 5.2 Líneas futuras

Experimentos como el que se muestra aquí conducen a abrir nuevas líneas de investigación en la detección de la formación de hielo por medio de sensores de fibra óptica simples y fáciles de manejar.

Una posible línea futura interesante es añadir un sistema electrónico que nos dé una señal de alarma cuando la fibra óptica recibe la señal después de la interacción con el sistema agua-hielo. Analizando el espectro de esta señal el sensor discrimina si la luz ha interactuado con agua o con el hielo., de este modo una vez que se ha detectado que ha habido formación de hielo el sensor puede activar, de forma automática, se produce un proceso de calentamiento de la superficie congelada para producir el deshielo. De esta manera se puede activar el sistema de deshielo automáticamente sin tener que estar al tanto en cada momento.

Se puede mejorar la adquisición de los datos con instrumental más sofisticado y de este modo aumentar la sensibilidad y la resolución. Si podemos conseguir una fusionadora de mayor precisión podemos usar más tipos de estructuras sensoras, así mejoramos la reflexión del haz de luz al pasar de un modo a otro y volver al mismo modo, por lo que podemos tener muchas pérdidas y que no nos llegue la luz.

Otra línea futura interesante de investigación puede ser tratar con estructuras ópticas con su parte sensora con fibras ópticas Hollow Core o Tubular Core (ver Anexo Final), que puedan contener agua en su interior y que potencialmente puedan variar sus propiedades con el agua congelada dentro. Una vez controladas estas estructuras se puede investigar un recubrimiento que cambie sus propiedades al detectar que se ha producido la congelación.

## Capítulo 6. Bibliografía y referencias

- [1] Y. Zheng, T. Lang, T. Shen, C. Shen, "Simple immunoglobulin G sensor based on thin core single-mode fiber", *Optical Fiber Technology*, Volume 41, 2018, pp. 104-108.
- [2] Chen, Y.; Lin, Y.B.; Li, C.; Li, Q.Q. Fiber bragg grating strain sensor applied in security monitoring of road tunnel structure. In *Advances in Mechanical and Electronic Engineering*; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2012; pp. 323–328.
- [3] Y. Geng, X. Li, X. Tan, Y. Deng, Y. Yu, High-sensitivity mach-zehnderinterferometric temperature fiber sensor based on a waist-enlarged fusionbitaper, *IEEE Sensors J.* 11 (November (11)) (2011) 2891–2894.
- [4] Liquid-Infused Nanostructured Surfaces with Extreme Anti-Ice and Anti-Frost Performance Philseok Kim, Tak-Sing Wong, Jack Alvarenga, Michael J. Kreder, Wilmer E. Adorno-Martinez, and Joanna Aizenberg *ACS Nano* 2012 6 (8), 6569-6577.
- [5] Information web. <http://www.airfrance447.com/>
- [6] Jackson, D., Liao, J., and Severson, J., "An Assessment of Goodrich Ice Detector Performance in Various Icing Conditions," *SAE Technical Paper* 2003-01-2115, 2003, <https://doi.org/10.4271/2003-01-2115>
- [7] Fiber optic vibration sensor. [http://vserver04.fos4x.de/wpcontent/uploads/2017/06/0565\\_1-2-1\\_4-20\\_fos4Acc\\_2D.pdf](http://vserver04.fos4x.de/wpcontent/uploads/2017/06/0565_1-2-1_4-20_fos4Acc_2D.pdf)
- [8] Fiber optic measurement unit for distributed measurements. [https://www.fos4x.de/wp-content/uploads/2017/06/0051\\_1-3-0\\_4-20\\_fos4Test\\_dyn4.pdf](https://www.fos4x.de/wp-content/uploads/2017/06/0051_1-3-0_4-20_fos4Test_dyn4.pdf)
- [9] Vibration measuring instrumentation - Fundamental requirements and verification. <https://www.din.de/en/wdc-beuth:din21:2880513>
- [10] Y. Lopez-Dieguez, J.M. Estudillo-Ayala, D. Jauregui-Vazquez, J.M. Sierra-Hernandez, L.A. Herrera-Piada, J.M. Cruz-Duarte, J.C. Hernandez-Garcia, R. Rojas-Laguna, Multi-mode all Fiber Interferometer based on Fabry-Perot Multi-cavity and its Temperature Response, In *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*, Volume 147, 2017, Pages 232-239, ISSN 0030-4026.
- [11] T. Yuan, X. Yang, Z. Liu, J. Yang, S. Li, D. Kong, X. Qi, W. Yu, Q. Long, and L. Yuan, "Optofluidic in-fiber interferometer based on hollow optical fiber with two cores," *Opt. Express* 25, 18205-18215 (2017).
- [12] Bo Dong, Member, IEEE, Member, OSA, Zhanyu Shen, Changyuan Yu, and Yixin Wang. Modal Excitations in Fully and Partially Ethanol-Filled Photonic Bandgap Fibers and Their Applications as Fiber Sensors. *JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY*, VOL. 34, NO. 16, AUGUST 15, 2016 3853-3858.

- [13] Martínez, J., Ródenas, A., Stake, A., Traveria, M., Aguiló, M., Solis, J., Osellame, R., Tanaka, T., Berton, B., Kimura, S., Rehfeld, N., Díaz, F. Harsh-Environment-Resistant OH-Vibrations-Sensitive Mid-Infrared Water-Ice Photonic Sensor (2017) *Advanced Materials Technologies*, 2 (8),art.no.1700085,  
<https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2s2.085038250740&doi=10.1002%2fadmt.201700085&partnerID=40&md5=cf286e5afda82381239926553734d213>
- [14] [https://cdn.shopify.com/s/files/1/0855/3802/files/Monomodo\\_f2714233-b314-473b-919e-afa25c88239a.jpg?v=1497525416](https://cdn.shopify.com/s/files/1/0855/3802/files/Monomodo_f2714233-b314-473b-919e-afa25c88239a.jpg?v=1497525416)
- [15] Characteristics of a single-mode optical fibre and cable.  
<http://handle.itu.int/11.1002/1000/13076>
- [16] [https://cdn.shopify.com/s/files/1/0855/3802/files/multimodo\\_e4e40840-0b33-40ba-9775-2ba329db1904.jpg?v=1497525442](https://cdn.shopify.com/s/files/1/0855/3802/files/multimodo_e4e40840-0b33-40ba-9775-2ba329db1904.jpg?v=1497525442)
- [17] Índices de refracción. [http://www.vaxasoftware.com/doc\\_edu/fis/inrefraccion.pdf](http://www.vaxasoftware.com/doc_edu/fis/inrefraccion.pdf)
- [18] S. Warren, "Optical constants of ice from the ultraviolet to the microwave," *Appl. Opt.* 23, 1206-1225 (1984).
- [19] Yamile Cardona-Maya, Ignacio Del Villar, Abian B. Socorro, Jesus M. Corres, Ignacio R. Matias, and Juan F. Botero-Cadavid, "Wavelength and Phase Detection Based SMS Fiber Sensors Optimized With Etching and Nanodeposition," *J. Lightwave Technol.* 35, 3743-3749 (2017).
- [20] Yamile Cardona-Maya, Abian B. Socorro, Ignacio Del Villar, José Luis Cruz, Jesus M. Corres, Juan F. Botero-Cadavid, Label-free wavelength and phase detection-based SMS fiber immunosensors optimized with cladding etching, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Volume 265, 2018, Pages 10-19, ISSN 0925-4005.
- [21] Yurke, B., McCall, S.L., Klauder, J.R. SU (2) and SU (1,1) interferometers (1986) *Physical Review A*, 33 (6), pp. 4033-4054.
- [22] Bozenko (Bob) F. Oreb, David I. Farrant, Christopher J. Walsh, Greg Forbes, and Philip S. Fairman, "Calibration of a 300-mm-aperture phase-shifting Fizeau interferometer," *Appl. Opt.* 39, 5161-5171 (2000).
- [23] I. Del Villar, A.B. Socorro, J.M. Corres, F.J. Arregui, I.R. Matias, "Refractometric sensors based on multimode interference in a thin-film coated single-mode-multimode structure with reflection configuration," *Appl. Opt.*, Vol. 53 (18) (2014), pp. 3913–3919.
- [24] <http://stacks.iop.org/0957-0233/17/i=5/a=S32> Compact three segmented multimode fibre modal interferometer for high sensitivity refractive-index measurement Y Jung, Soan Kim, D Lee and K Oh, 2006, 1129, *Measurement Science and Technology*, 17 – 5 - 0957-0233.
- [25] Shyh-Tsong Lin, Sheng-Lih Yeh, and Zhi-Feng Lin, "Angular probe based on using Fabry-Perot etalon and scanning technique," *Opt. Express* 18, 1794-1800 (2010).
- [26] Chaosflaws (<https://physics.stackexchange.com/users/38613/chaosflaws>), Outcome of Mach-Zehnder interferometer experiment, URL (version: 2017-08-06): <https://physics.stackexchange.com/q/274379>.

[27] Martínez García, Javier, Diaz González, Francesc, Ródenas Seguí, Aíran, Traveria Bondi, Miquel. Sensor óptico, sistema, y procedimiento para detectar la presencia de hielo en superficies. Patente de invención. resumen de patente/invención. número de solicitud: p201330658.

[28] Trioptics. Set up of a Fizeau interferometer. [Figura]. Recuperado de <https://www.trioptics.com/knowledge-base/wavefront-and-surface-measurement/>

[29] D. Wu, T. Zhu, G. Wang, J. Fu, X. Lin, and G. Gou, "Intrinsic fiber-optic Fabry&#x2013;Perot interferometer based on arc discharge and single-mode fiber," Appl. Opt. 52, 2670-2675 (2013).

[30] Yuan, Dengpeng, Dong, Ying, Liu, Yujin, Li, Tianjian, Mach-Zehnder Interferometer Biochemical Sensor Based on Silicon-on-Insulator Rib Waveguide with Large Cross Section , Sensors, 2015, 15, 9 ,1424-8220.

[31] B. Faust and L. Klynning, "Low-cost wavemeter with a solid Fizeau interferometer and fiber-optic input," Appl. Opt. 30, 5254-5259 (1991).

[32] Spencer, James N., Bodner, George M., Rickard, Lymanl. Química, estructura y dinámica, CECSA, México, 2000.

[33] [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Tipos\\_fibra.jpg#filelinks](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Tipos_fibra.jpg#filelinks)

## Capítulo 7. Anexos

### Anexo 1. Fibra coreless.

# BendSafe® No Core Fiber

**Product Code: NCF61.5 / NCF80 / NCF125**

#### Features

High-precision pure silica fiber, with out a doped core, can be used as a spacer in optical passive component manufacturing processes. Its dual polymer coating can be easily stripped.



#### Basic Parameters of Fiber Optic

Specification				
Product Code		NCF61.5	NCF80	NCF125
	Unit			
Cladding Diameter	um	61.5±1	80±1	125±1
Cladding Non-Circularity	%	≤ 2	≤ 2	≤ 2
Coating Diameter	um	160±10	165±10	245±10
Cladding / Coating Concentricity	um	≤ 6	≤ 6	≤ 6
Proof Test	kpsi	50	50	50
Length	m	Customized	Customized	Customized

**POFC**

**Success Prime Corporation**

No.11, Ke Jung Rd., Science Park, Chu-Nan 35053, Taiwan R.O.C.  
Tel : 886-37-586999 Fax: 886-37-586899 e-mail: sales@pofc.com  
<http://WWW.pofc.com>

ME11S02143

Fiber Optics

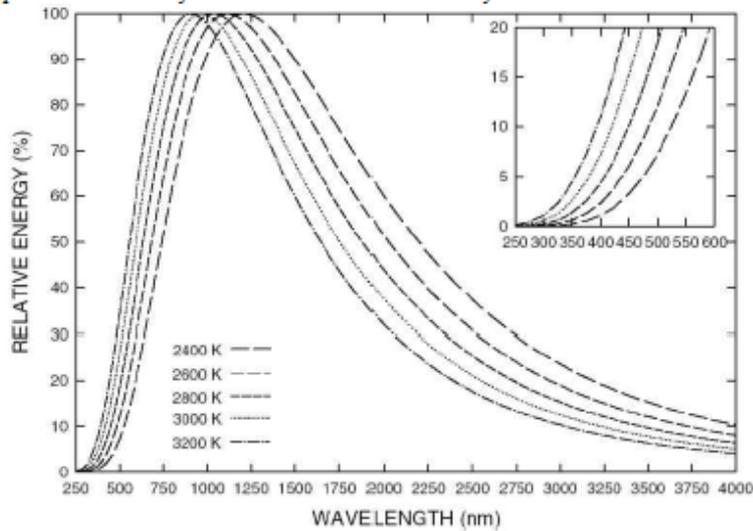


111 Highland Drive - Putnam, CT 06260  
Phone 860-928-5834 - Fax 860-928-2676

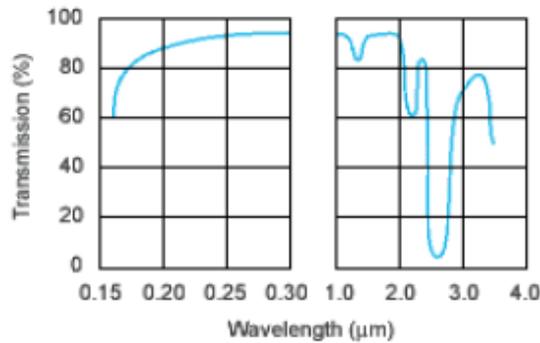
[www.spectralproducts.com](http://www.spectralproducts.com)

## Spectrum

The Tungsten-halogen light source is a well known near black body radiation source. Its spectrum is also very similar with those of black body radiation.



The envelope of tungsten-halogen lamps is made of quartz. Quartz transmittance, therefore needs to be considered.





## Light Source AQ4303B



### General

The AQ4303B is a white light source best suited for loss-wavelength characteristics measurement of optical fibers and devices.

This wide-band, highly stable light source, which employs a high power halogen lamp, provides CW light and 270Hz square wave modulated light by the chopper incorporated.

The AQ4303B also incorporates an optical filter that can be readily inserted by switch operation to remove higher-order components.

### Applications

The AQ4303B in conjunction with the AQ6310B, AQ6311 or AQ6320 OSA, is effective in measuring loss-wavelength characteristics of optical fibers and devices

### Features

- **Wide-band, highly stable output**  
The AQ4303B covers a band of 400 to 1800nm and provides highly stable optical outputs with a deviation of  $\pm 0.05\text{dB}$ .
- **270Hz chopped light**  
The AQ4303B provides 270Hz square wave modulated light by a chopper for low-level measurement.
- **Removal of higher-order optical components**  
The built-in optical filter can be inserted by simple switch operation to prevent higher-order optical components from entering the band selected.
- **GP-IB remote control**  
The AQ4303B is provided as a standard with GP-IB measuring system setup.

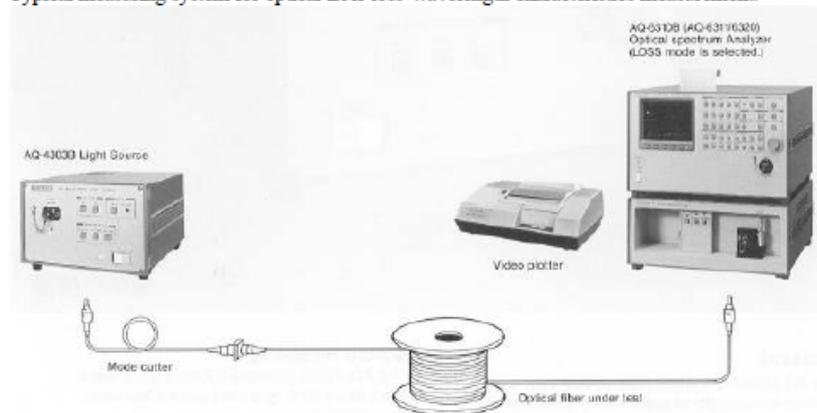
## Specifications

<b>Wavelength range</b>	400 to 1800nm
<b>Output stability</b>	±0.05dB (at 20°C, for 1 hour)
<b>Output waveform</b>	CW or 270Hz chopped light
<b>Output level</b>	-45dB or more (50/125µm GI fiber, wavelength of 850nm and 1300nm, bandwidth of 10nm, CW)
<b>GPIB interface</b>	Supplied as standard
<b>Power requirements</b>	AC 100V, 50/60Hz; approx. 130VA
<b>Dimensions and mass</b>	Approx. 133(H) × 212(W) × 250(D) mm, approx. 5kg
<b>Accessories</b>	Instruction manual; 1 copy

*Note: The standard optical connector is of FC type.  
Inquire for information on other optical connectors.*

## Measuring System

Typical measuring system for optical fiber loss-wavelength characteristics measurement.



### ANDO ELECTRIC CO.,LTD.

19-7, KAMATA 4-chome, Ota-ku, Tokyo, 144 japan Phone: (03)3733-1151 Fax (03)3739-7310

### ANDO CORPORATION

HEADQUARTERS: 2021 N. Capital Avenue, San Jose, CA 95132, U.S.A. Phone: (408)941-0100 Fax: (408)941-0103  
EAST OFFICE: 7617 Standish Place, Rockville, MD 20855, U.S.A. Phone: (301)294-3365 Fax: (301)294-3359

### ANDO EUROPE B.V.

HEADQUARTERS: "Vijverdam", Dalsteindreef 57, 1112XC Diemen, The Netherlands Phone: 020-6981441 Fax: 020-6998938  
NIEDERLASSUNG DEUTSCHLAND: Dachauer StraBe 340.1, OG, D-80993 Muehen, Germany Phone: 089-1438150 Fax: 089-14381555

### ANDO ELECTRIC SINGAPORE PTE.LTD.

19 Kim Keat Road #05-03, Jumbo Industrial Building, Singapore 328804 Phone: 251-1391 Fax: 251-1987

### ANDO ELECTRIC INCORPORATION

5F-2, No 81, Nan-ta Road, Hsin-chu City, Taiwan Phone: (35)614131 Fax: (35)614130

## Fibra monomodo G.652.D

### Características generales

Esta especificación corresponde a fibras optimizadas para la transmisión en las longitudes de onda de 1310 nm a 1550 nm, incluida la región de 1383 nm y de acuerdo a la recomendación ITU-T G.652.D.

El núcleo está compuesto por dióxido de silicio dopado, rodeado por un recubrimiento de dióxido de silicio. El revestimiento está formado por dos capas de acrilato curado mediante UV.

### Características ópticas y geométricas

Parámetros ópticos		Fibra no cableada	Parámetros geométricos	
Atenuación a 1310 nm		$\leq 0,34$ dB/Km	Diámetro de campo modal 1310 nm	$9,20 \pm 0,40$ $\mu$ m
Atenuación a 1383 nm		$\leq 0,34$ dB/Km	Diámetro de campo modal 1550 nm	$10,40 \pm 0,50$ $\mu$ m
Atenuación a 1550 nm		$\leq 0,20$ dB/Km	Diámetro cladding	$125,0 \pm 0,50$ $\mu$ m
Atenuación a 1625 nm		$\leq 0,23$ dB/Km	Diámetro coating (coloreado)	$245 \pm 10$ $\mu$ m
Atenuación en 1285-1625 nm		$\leq 0,40$ dB/Km	No circularidad coating	$\leq 5$ %
Punto de dispersión cero		1300-1324 nm	Error concentricidad core/cladding	$\leq 0,5$ $\mu$ m
Pendiente de dispersión cero		$\leq 0,092$ ps/nm <sup>2</sup> .Km	Error concentricidad coating/cladding	$\leq 12$ $\mu$ m
Dispersión cromática en 1285-1330 nm		$\leq 3,5$ ps/nm.Km		
Dispersión cromática en 1550 nm		$\leq 17,0$ ps/nm.Km		
Dispersión cromática en 1625 nm		$\leq 22,0$ ps/nm.Km		
PMD fibra individual		$\leq 0,10$ ps/ $\sqrt$ Km		
PMDq (Q=0,01%, N=20)		$\leq 0,06$ ps/ $\sqrt$ Km		
Parámetros ópticos		Fibra cableada		
Longitud de onda de corte		$\leq 1260$ nm		

### Características mecánicas y ambientales

Características mecánicas		Características ambientales	
Proofstest level	$\geq 1,0$ % (100 kpsi, 0,69 GPa)	Atenuación inducida a 1310, 1550 y 1625 nm	
Radio de curvatura mínimo	30 mm	-60°C ~ +85°C ciclo de temperatura	$\leq 0,05$ dB/Km
Radio de curvatura de la fibra	$\geq 4$ m	-10°C ~ +85°C/ hasta 98% HR. Ciclo temperatura y humedad	$\leq 0,05$ dB/Km
Atenuación inducida por macrocurvatura:		+85°C +/- 2° C, 85% HR. Calor húmedo	$\leq 0,05$ dB/Km
1 vuelta sobre 32 mm a 1550 nm	$\leq 0,05$ dB	+85°C +/- 2° C. Calor seco	$\leq 0,05$ dB/Km
100 vueltas sobre 50 mm a 1310 nm	$\leq 0,05$ dB	+23°C +/- 2° C. Inmersión en agua	$\leq 0,05$ dB/Km
100 vueltas sobre 50 mm a 1550 nm	$\leq 0,05$ dB		
100 vueltas sobre 60 mm a 1625 nm	$\leq 0,05$ dB		
Fuerza de pelado (F) (valor máximo)	$1,3$ N $\leq$ F $\leq$ 8,9 N		
Fuerza de pelado (F) (valor medio)	$1$ N $\leq$ F $\leq$ 5 N		
Tensión de rotura	$\geq 3,8$ GPa		
Fatiga dinámica (nd)	20 (valor típico)		
Fatiga estática (ns)	20 (valor típico)		

### Valores típicos

Índice de refracción de grupo efectivo	
1310 / 1383 nm	1,466
1550 nm	1,467
1625 nm	1,470

## Fibra multimodo 62,5 OM1

### Características generales

Fibras multimodo 62,5/125 optimizadas para la transmisión laser a 850 nm y 1300 nm.

El núcleo está compuesto por dióxido de silicio dopado, rodeado por un recubrimiento de dióxido de silicio. El revestimiento está formado por dos capas de acrilato curado mediante UV.

### Características ópticas y geométricas

Parámetros ópticos		Parámetros geométricos	
Atenuación a 850 nm	≤ 3 dB/Km	Diametro de núcleo	62,5 ± 2,5 μm
Atenuación a 1300 nm	≤ 0,70 dB/Km	No circularidad núcleo	≤ 6 %
Ancho de banda modal mínimo a 850 nm	> 200 MHz.Km	Error concentricidad núcleo/cladding	≤ 1,5 μm
Ancho de banda modal mínimo a 1300 nm	> 500 MHz.Km	Diametro cladding	125,0 ± 2,00 μm
Apertura numérica	0,275 ± 0,015	No circularidad cladding	≤ 1 %
		Concentricidad coating/cladding	≤ 12,5 μm
		No circularidad coating	≤ 6 %
		Diametro coating (coloreado)	245 ± 10 μm

### Características mecánicas y ambientales

Características mecánicas		Características ambientales	
Proof test level	1,0 % (100 kpsi, 0,7 GPa)	Atenuación inducida a 850 y 1310 nm:	
Pérdidas por macrocurvatura : 100 vueltas, 75 mm diametro	≤ 0,5 dB (850 y 1300 nm)	-60°C ~+65°C ciclo de temperatura	≤ 0,10 dB/Km
Fuerza de pelado (F) (valor máximo)	1,3 N ≤ F ≤ 8,9 N	-10°C ~+65°C/ hasta 85% HR.	≤ 0,20 dB/Km
Fuerza de pelado (F) (valor típico medio)	1,7 N	Ciclo temperatura y humedad	
Fatiga dinámica (Nd)	≥ 27	+20°C durante 30 días. Inmersión en agua	≤ 0,20 dB/Km
		+85°C +/- 2° C, 85% HR, 30 días. Calor húmedo	≤ 0,20 dB/Km

### Valores típicos

Índice de refracción de grupo efectivo	
850 nm	1,496
1300 nm	1,491

**B/S/H/**

BSH ELECTRODOMÉSTICOS ESPAÑA, S.A.

BSH Electrodomésticos España, S.A. Camino de Mendi, s/n, 31191 Esquíroz (Navarra), España

S. referencia / Mensaje de: 01/02/2018  
N. Dpto. / Referencia: FRFE/DE

Teléfono:  
Fax:

E-Mail:  
Esquíroz (Navarra), 08/02/2018

**Cesión frigorífico para realización trabajo fin de grado**

Estimados Sra. Díaz Lucas / Sr. Socorro Lenároz,

En referencia a su petición de fecha 1 de febrero de 2018, de cesión de un frigorífico para la realización del trabajo fin de grado de D. Jesús Antonio Arozarena, me dirijo a Ustedes para comunicarles la decisión de BSHE-E de acceder a la misma.

La utilización de dicho frigorífico deberá ser exclusivamente con fines de investigación y BSHE-E no será responsable de los daños que se deriven de una utilización del Aparato no conforme con las instrucciones de uso o un uso incorrecto del mismo. Lo mismo es de aplicación para los daños que se hayan producido o no fueron evitados por el hecho de que el funcionamiento del Aparato no hubiera estado controlado adecuadamente.

Saludos Cordiales

BSH Electrodomésticos España, S.A.



José Manuel Rapún



Fdo: Julia Díaz

BSH Electrodomésticos España, S.A.  
Camino de Mendi, s/n, 31191 Esquíroz (Navarra), España  
Tel. +34 948 42-5400 - Fax +34 948 42-5562, www.bsh-group.com  
Inscrita en el Registro Mercantil de Zaragoza, Tomo 4128, Libro 0, Folio 1, Hoja Z-58891, Inscripción 2 - CIF A-28-893550  
Domicilio Social: Parque Empresarial PLA-ZA, Ronda del Canal Imperial de Aragón, 18-20, Zaragoza - ESPAÑA

## Anexo 7. Código Arduino para PT 100

```
pt100$
//*****Steps to follow*****
//Before starting, please read the following instructions
//1. Locate your R2 resistance first, between the Arduino 5V pin and R1
//2. Cable Arduino's A0 terminal between R1 and R2
//3. Close your circuit with a cable between the end of R2 and Arduino's ground (GND)
//4. Verify you type R1 similar or on the order of R2. Otherwise your estimation will be incorrect
//5. Comment or uncomment the code in order to obtain the values for either RTD or NTC resistors
//6. Verify your COM port so that Arduino receives/sends the information correctly
//7. Upload the code to the board and open the serial monitor to see the values you obtain.
int analogPin = 0;
int raw = 0;
int Vin = 5;
float Vout = 0;
float R1 = 100; //Be careful to choose R1 similar or on the order of R2. Otherwise your estimation will be incorrect
float R2 = 0;
float buffer = 0;
float TempRTD = 0;
//float TempNTC = 0;
float offset = 0;
void setup()
{
  Serial.begin(9600);
}
void loop()
{
  raw = analogRead(A0);
  if (raw)
  {
    buffer = raw * Vin;
    Vout = (buffer) / 1024.0;
    buffer = (Vin / Vout) - 1;
    R2 = R1 * buffer;
//Temperature calculation
TempRTD = (273 + (R2 - 100) / (100 * 0.00385)) - 273 - offset; //From resistance to temperature by simply applying
//a typical RTD formula and then passing to Å°C. There's a correction offset depending on the room temperature

//Monitoring data
Serial.print("DATA,TIME,");
Serial.print(Vout);
Serial.print(",");
Serial.print(R2);
Serial.print(",");
Serial.println(-TempRTD);
//Serial.println(TempNTC);
//Serial.println(",");
delay(5000);
}
```

## Anexo 8. Código Arduino para Termopar T

Termopar\_T\$

```
/* Lectura de temperatura con un Termopar tipo T */
// rutina promediacion
unsigned long sumaADC = 0;
unsigned long start;
unsigned int contador;

// Declaración de constantes

const int sensorPin = A0; // Pin conectado al TMP36
float voltaje; //variable para calcular la tensión
float temperatura; //variable para almacenar la temperatura;

void setup()
{
  // Empezamos la comunicación con el puerto serie para mostrar los valores en el serial monitor
  Serial.begin(9600);
  start = millis();
  contador = 0;
}
void loop(){
  // // Leemos el valor de tensión en el pin donde está conectado el Termopar tipo T
  sumaADC += analogRead(A0); // modifica A0 para que coincida con el pin Analogico que estes usando
  contador++;

  if (millis()-start > 5000UL){ // 1000 milisegundos = 1seg

    float promedio = (float) (sumaADC/contador)* 5.0/1024.0;
    sumaADC = 0;
    contador = 0;
    start = millis(); // preparo para proxima presentación

    // Mostramos el valor del voltaje en pantalla
    // Convertimos el valor de tensión en temperatura en grados Celsius. Para ello usamos la formula
    // restando al voltaje el offset de 1.88 V(0.94+0.94) que tiene el sensor e incrementando la temperatura
    // en 1°C por cada 37.6 mV T = (V-0.5)*100 , siendo V el voltaje leído
    //Monitoring data
    Serial.print("DATA,TIME,");
    //Serial.print(", Volts: ");
    Serial.print(promedio);
    Serial.print(",");
    //Serial.print(", Temperatura en C: ");
    float temperatura = (promedio - 1.806) *37.6;
    Serial.println(temperatura);
  }
}
```

## Anexo final

El objetivo inicial que teníamos con este Trabajo Fin de Grado era el estudio de un sensor de hielo. Queríamos utilizar estructuras ópticas que podrían contener agua en su interior y que potencialmente puedan variar sus propiedades con el agua congelada dentro.

Para ello usábamos como parte sensora de nuestras estructuras fibras de diferentes tamaños del tipo Hollow Core, creando estructuras SHS y MHM, pero debido a la dificultad en la fusión de las fibras con la fusionadora en manual y que no podíamos variar los parámetros de la fusión, nuestras uniones colapsaban y no obteníamos un buen espectro para poder continuar de un modo fiable nuestras investigaciones.

Los mayores problemas con los que nos encontramos con este tipo de estructuras ópticas son como introducir el agua dentro de la fibra óptica, y que esta no se evapore en el momento de la soldadura de fibras con la fusionadora. Dependiendo de la dificultad usaremos HCF o TC.

### Estructura SHS (SMF – Hollow-Core – SMF)

La primera estructura que comenzamos a investigar era una SHS, que consiste en la unión de una monomodo – Hollow - Core – monomodo. Como parte sensora probamos con diferentes longitudes, siempre menores o igual a 50 mm (5, 10, 20, 30, 40 Y 50 mm), y diferentes diámetros FOM del núcleo (125, 200 Y 450  $\mu\text{m}$ ).

El proceso para construir estas estructuras es muy tedioso. A la fibra de 125  $\mu\text{m}$  se quita la capa muy mal, probamos en piraña (disolución de ácido sulfúrico con), acetona, quemándola (puede dañar la fibra), con decapante y finalmente con mucha paciencia y a mano con una cuchilla de cete sobre una superficie plana pasándola suavemente y escuchando el ruidito al desgarrar la capa exterior protectora de la fibra y a continuación con papel impregnado el etanol pasarle suavemente para que no se parta unas cuantas veces hasta conseguir eliminar la capa exterior.

Una vez fabricadas las estructuras, monitorizamos los espectros y observamos que cuanto menor es la longitud de la HCF disminuye la absorción y mejora el espectro. El inconveniente es que al soldar las fibras vemos que colapsan y no vamos a poder introducir dentro una gota de agua, ya que se puede evaporar al soldar. Tenemos que conseguir un instrumental más preciso para realizar la soldadura. Ya que de este modo podemos modificar la potencia y tiempo del arco, y de este modo no colapse la soldadura.

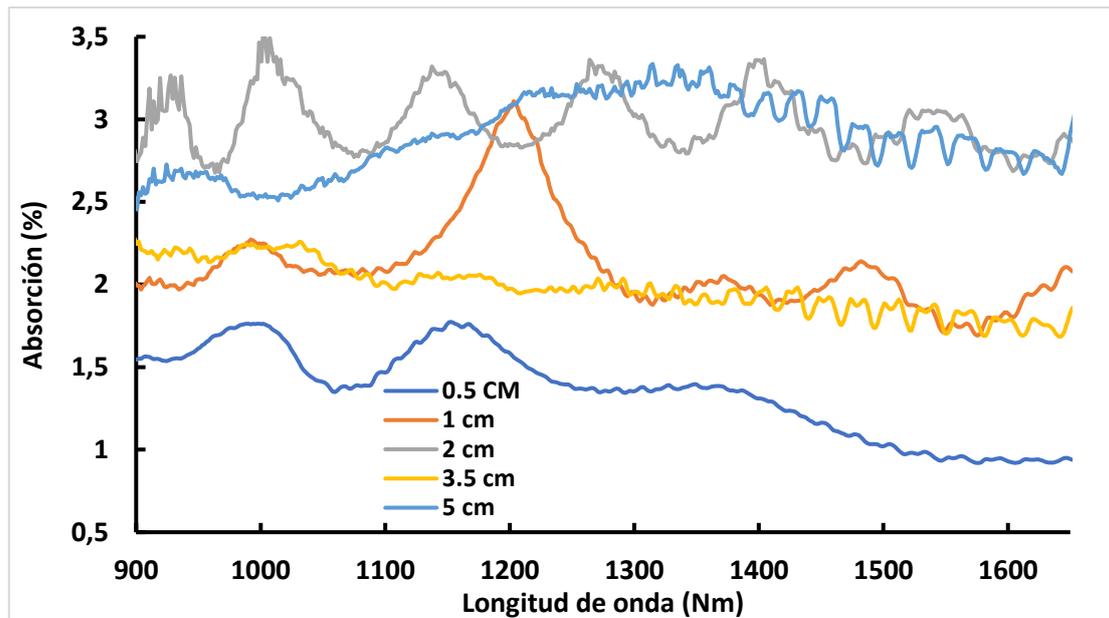


Figura 51. Comparación de estructuras SHS con diferentes longitudes.

Podemos observar un pincho interesante sobre 1200 en 1 cm, y también se ve que la de 3,5 y 5cm siguen un patrón parecido. Los siguientes pasos optamos por no realizarlos ya que vemos que va a ser improbable y no vamos a conseguir nuestros objetivos ya que la absorción es muy grande.

#### Estructura MHM (MMF – Hollow-Core – MMF)

Para la configuración experimental usamos un latiguillo de 2x1 naranja para reflexión, preparada esta estructura en una caja porque es la que usaremos a menudo. Conectamos dos latiguillos a la fuente y al espectrómetro de los azules UV, con conectores de los dos tipos y usamos 2 T. En el que queda libre conectamos nuestro sensor, que estará formado por la fibra MMF(naranja), una mitad y soldada nuestro trozo de HCF.

Vemos el espectro en transmisor y al disminuir la longitud de la fibra HCF soldada, la transmisión es peor. Conforme aumenta el tamaño vemos que mejora la transmisión, pero es muy insignificante, no nos va a servir esta estructura, Probamos con 0.5, 1 y 2 cm, intentaremos hacer con otra de unos 4 o así para ver hasta qué punto aumenta el porcentaje de transmisión, pero pasaremos a la fibra de 200  $\mu\text{m}$ .

No hacemos los siguientes puntos, porque vemos que la soldadura puede que colapse y al ser una unión de 125 con 200  $\mu\text{m}$ , nos quedaría unas 6  $\mu\text{m}$  por arriba y por abajo del hueco por lo que muy poca luz pasara a través de nuestra soldadura, aunque se aprecia que en la punta de la fibra sale luz visible.

En la estructura de 5 mm vemos como sale luz a través del punto de soldadura y hemos tomado imágenes con el microscopio y video con el software Ez, conectado al microscopio. Colocamos nuestra estructura con un cristal para apoyar en el microscopio y buscamos donde lo vemos bien y observamos como a colapsado la fusión. Con el instrumental actual del laboratorio, esta posible línea futura es muy complicado investigarla.

# All Fiber Interferometer for Ice Detection

J.A. Arozarena-Arana<sup>1</sup>, A.B. Socorro-Leránz<sup>1,2,\*</sup>, I. Del Villar<sup>1,2</sup>, S. Díaz<sup>1,2</sup>, I.R. Matías<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>UPNA Sensors Group, Department of Electrical and Electronic Engineering, Ed. Los Tejos

<sup>2</sup>Institute of Smart Cities, R&D Center in Communications Electronics Jerónimo de Ayanz  
Public University of Navarre, Campus of Arrosadía s/n, 31006 Pamplona, Navarre, Spain

\*ab.socorro@unavarra.es

**Abstract:** This work presents an etched single-mode – multimode – single-mode structure that detects the solid-to-liquid change of state of the water due to an increased refractive index sensitivity within the 1.308 – 1.321 RIU range.

**OCIS codes:** (010.2940) Ice crystal phenomena; (010.7340) Water; (060.2370) Fiber optics sensors; (120.3180) Interferometry; (290.3030) Index measurements.

## 1. Introduction

In recent years, optical fiber sensors have attracted tremendous attention due to their benefits, for instance, in biochemical sensing or security monitoring [1,2]. Numerous advantages support this increasing interest, such as its reduced size, immunity to electromagnetic interferences, remote sensing capability or high sensitivity [3].

The motivation for conducting this experiment is to alert the formation of ice on the wings of airplanes and thus increase safety in air transport. Moreover, there are many applications where an ice detector sensor is crucial to guarantee a correct performance of the machines, among them, the formation of ice either on the wings of helicopters or aircrafts or on wind turbine blades [4-6].

In the domain of ice detection there are some examples where optical fiber sensors have been used. In [7] a Fabry-Perot fiber-optic interferometer is manufactured using a hollow-core photonic crystal fiber (HCPCF) fused to a single-mode fiber (SMF). This sensor responds to temperature when introduced into a liquid. Other contributions present an optofluidic detection by coupling the light from an SMF to an HCPCF or by exciting certain modes using photonic crystal fibers (PCF), with a sensitivity to temperature of 45 pm/°C [8]. Finally, in [9], PCFs are first filled with ethanol and then fused to an SMF fiber. The experimental results show that the fully ethanol-filled fibers have a thermal sensitivity up to 292 pm/°C, whereas in the case of the partially ethanol-filled the change is 120 pm/°C.

This contribution will address ice detection from a refractive index point of view. For this purpose, an interferometric structure will be used, consisting of an etched single-mode – multimode – single-mode structure (E-SMS). Then, a characterization of both the temperature detection and ice formation will be shown, in order to figure out the differences between detecting temperature and detecting freezing. Finally, some conclusions will be extracted on the use of this simple detection platform as an ice detector.

## 2. Experimental details

### 2.1. Manufacturing of the fiber-optic interferometer

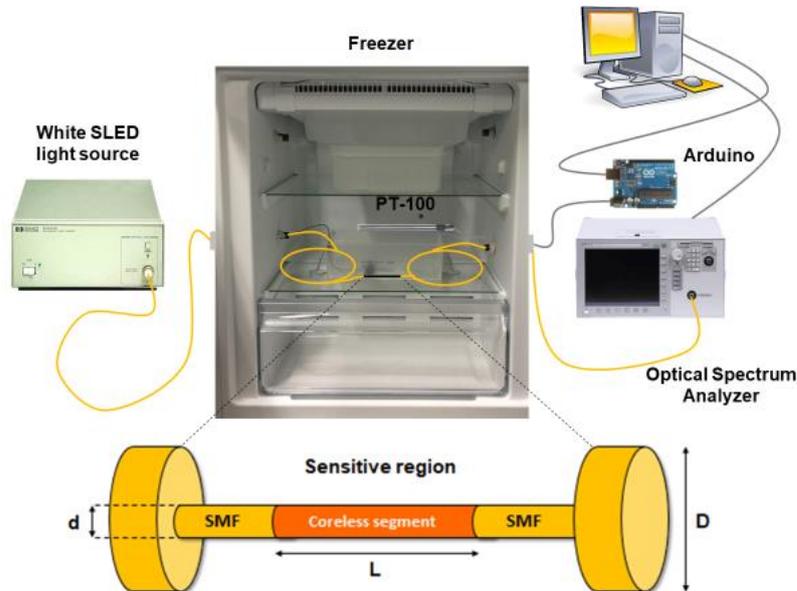
The optical sensor designed for the detection of ice is an etched single-mode – multimode – single-mode structure (E-SMS) and it is shown in Fig. 1. Briefly, it is a basic interferometer consisting of a 15-mm length coreless fiber segment spliced between two single mode fibers, to form a waveguide of total diameter 125  $\mu\text{m}$ .

The inherent sensitivity to refractive index variations of this device is 162 nm/RIU [10]. However, this value can be even improved with a diameter reduction using hydrofluoric acid from 125  $\mu\text{m}$  to 30  $\mu\text{m}$  [11]. This gives the sensor an increased capability of detecting refractive index variations at the same time the transmission and attenuation bands showing up in the spectrum give higher resolution due to their reduced bandwidth. Taking advantage of these properties, the detection of water freezing and temperature decrease will be addressed.

Once the sensor has been prepared, it is fixed to a glass frame, also fixed inside a plastic container to have the fibers straight and to avoid the deformation and torsion of the cables. The plastic container is slightly filled with purified water, so that the sensor is just submerged within it.

## 2.2. Description of the monitoring set-up

So as to arrange our assembly, a freezer with a couple of wall passages was conveniently prepared to pass all the necessary cables outside the freezing cabin. A white light SLED source (Agilent 83437A) was connected to one side of the sensor and an optical spectrum analyzer (Agilent 86140A OSA) was connected to the other. In addition, a Pt100 probe was also introduced inside the water to measure the electronic variation of the temperature along the duration of the experiments. The Pt100 resistor value was monitored using an Arduino-based configuration, what helped translate the resistor values into temperature values by means of software. Therefore, the freezer generated the optimal conditions to simulate a cooling climatic chamber, at the same time that a simultaneous monitoring of both the



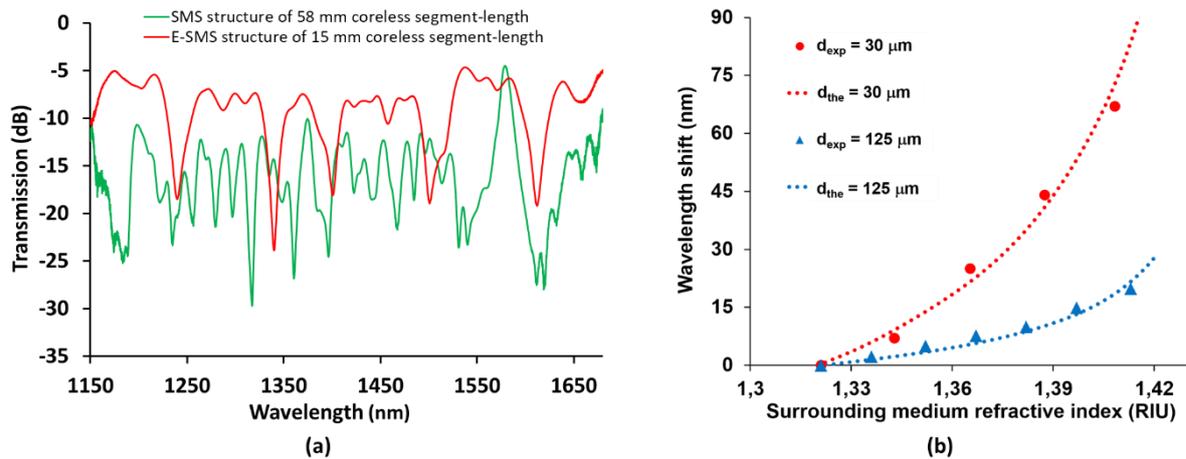
temperature and the wavelength shift could take place.

“Fig. 1. Experimental set-up to perform the ice detection”.

## 3. Results and discussion

First, a theoretical analysis with FIMMWAVE<sup>®</sup> and an experimental characterization were carried out as a function of the surrounding refractive index (SRI). For this purpose, an original SMS structure of 58 mm coreless segment-length and the proposed E-SMS structure were compared. Fig. 2a shows the spectra for both structures. In the case of the original SMS structure, the self-image band located at 1550 nm was used for the detection of SRI, whereas any of the attenuation bands showing up in the E-SMS could be used to characterize the behavior of the new structure. Several solutions of glycerol in water were prepared, in order to cover a 0% - 60% v/v percentages, what means a SRI range from 1.321 to 1.408 RIU. The optical fiber structures were immersed in these solutions and the spectral responses were collected in order to analyze their behavior.

For the sake of comparison, the results for 125 and 30 micron-diameter E-SMS are analyzed in Fig. 2b. As it can be observed, numerical and experimental results are similar in the refractive index range analyzed. In the case of the 125 micron-diameter SMS, the overall estimated sensitivity is 183 nm/RIU, whereas the sensitivity for the 30 micron-diameter E-SMS are is 776 nm/RIU. This involves a 4.24-fold improvement with respect to the 125 micron-diameter SMS.



“Fig. 2. (a) Original spectra of the 58 mm coreless segment-length SMS and the proposed E-SMS structure. (b) SRI sensitivity of the SMS-based interferometers (discrete points and dashed lines represent experimental and theoretical results respectively).

Once the sensitivity to SRI is analyzed, the next step is to monitor the ice formation inside the freezer. The goal is to observe how the generated attenuation bands shift as a function of the decreasing water temperature and to check what happens when the water freezes, by means of the detection of the SRI due to the liquid-to-

solid state change. Hypothetically, there will be a refractive index change to lower values, what should be monitored as a blue-shift in wavelength. To analyze these results, we will focus on one of the attenuation bands of the spectrum and monitor its evolution over time.

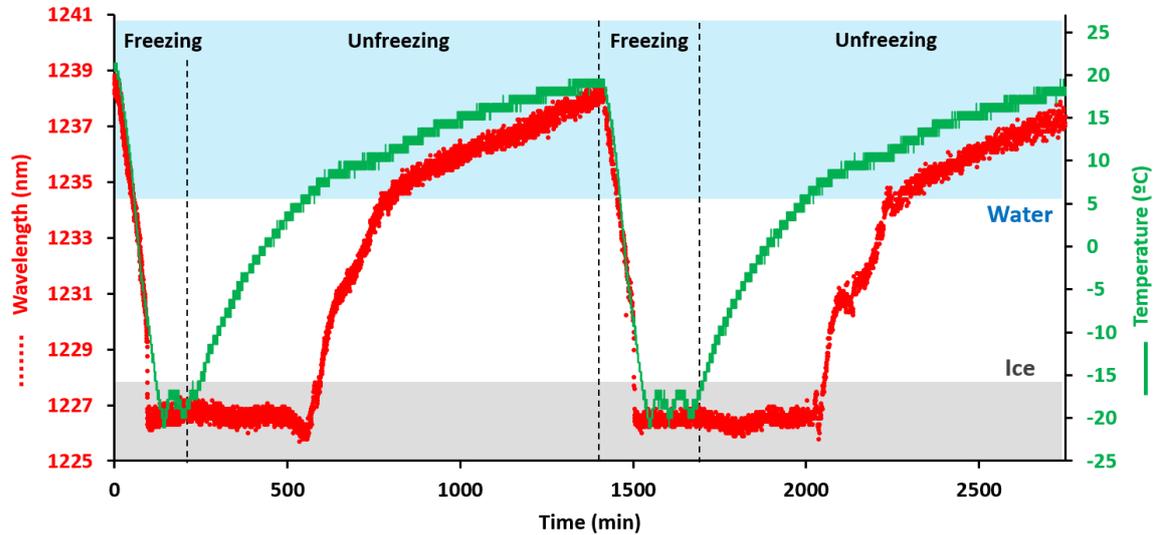
The results are plotted in Fig. 3. Here, two freeze-unfreeze cycles are monitored within the climatic chamber. Each complete cycle takes a whole day. The green curve corresponds to the temperature measured with the Pt100 immersed in water during the experiment. Since the freezer is capable of performing a progressive process, it can be observed that the freezing takes more or less an hour and a half to decrease from 21 to  $-21^{\circ}\text{C}$ . After that, the freezer keeps freezing for an hour. Then, it is disconnected from the electrical network, and the unfreezing process takes place for 12 hours, what is a way to check the quality of the internal chamber when preserving the temperature.

Superimposed to this electrical measurement, the wavelength evolution of the previous mentioned attenuation band is shown in red. A total of 12.75 nm-shift is registered and several stages can be distinguished.

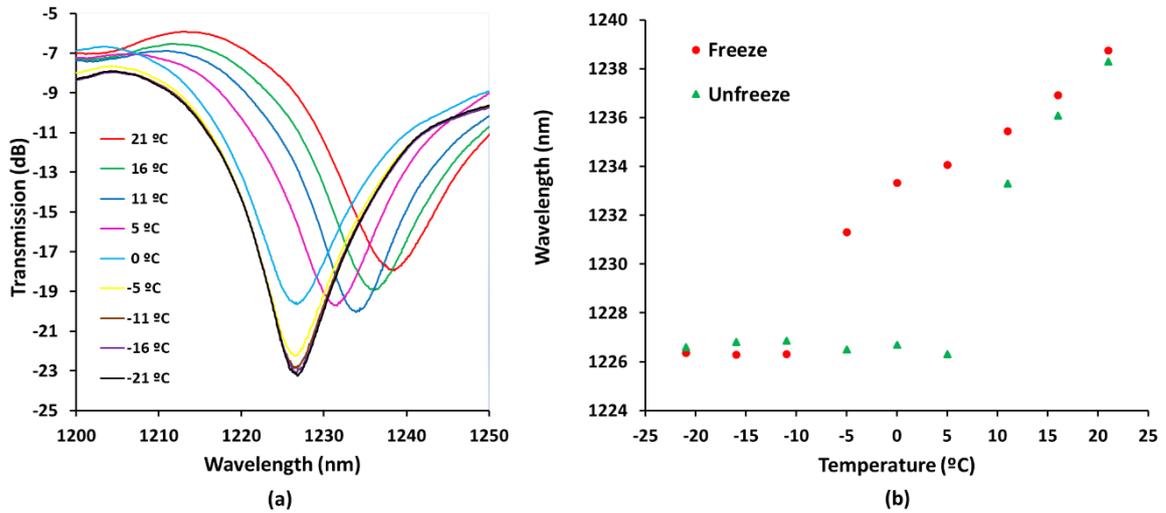
During the first freezing process, the optical signal follows the decreasing temperature until reaching  $-5^{\circ}\text{C}$  by means of temperature sensitivity. At this point, a sudden decrease is registered, from 1231 to 1226.5 nm, while the temperature keeps decreasing progressively to  $-21^{\circ}\text{C}$ . The reason for this behavior is that it gets to a point where all the water has frozen and the SRI outside the fiber is 1.308, according to [12]. Therefore, the sensitivity of the device to SRI is higher than the sensitivity to temperature and that is why this fast decrease occurs. In fact, it can be observed that the optical response is quite stabilized even when the freezer has been disconnected from the electrical network and the temperature increases to the  $0^{\circ}\text{C}$  -  $5^{\circ}\text{C}$  range. In this second stage, when ice starts to fuse progressively, the SRI rises from 1.308 to that of the liquid water and that is why a 8 nm red-shift of the attenuation band is observed. Finally, once all the water is in liquid state, the sensitivity to temperature acts again, red-shifting the central wavelength of the interferometric band 4 nm more until reaching the original temperature ( $+21^{\circ}\text{C}$ ). The same behavior can be observed for both cycles.

The previous reasoning is reflected spectrally in Fig. 4a. We consider the attenuation band located at the shortest wavelength in the E-SMS spectrum obtained in Fig. 1a. This band is centered at 1239 nm (Fig. 4a). Following the evolution of this central wavelength as a function of time for every  $5^{\circ}\text{C}$  increment, it is possible to analyze what happens at specific points of the process and then induce the sensitivity of the presented device. In this sense, Fig. 4b represents the evolution of the wavelength shift as a function of the freezing – unfreezing process. The different stages previously analyzed can be observed in the three areas of the graph along the total 12.75 nm wavelength shift. They correspond to temperature ranges from  $-21^{\circ}\text{C}$  to  $-11^{\circ}\text{C}$ , from  $-11^{\circ}\text{C}$  to  $16^{\circ}\text{C}$  and from 16 to  $21^{\circ}\text{C}$ . Between  $-21^{\circ}\text{C}$  and  $-11^{\circ}\text{C}$ , the wavelength remains quite stable, since the water is frozen and the SRI is 1.308 RIU all the time. In the region from 16 to  $21^{\circ}\text{C}$  an average sensitivity of  $438 \text{ pm}/^{\circ}\text{C}$  is registered. In the middle between both regions, it takes time for the water to either freeze or fuse. In the case of freezing, only when most of the water is frozen the refractive index suddenly decreases to 1.308 RIU and the attenuation band blue-

shifts with an average sensitivity of 636 pm/°C (0°C – -10°C interval). In the case of unfreezing, only when most of the water is sufficiently fused the refractive index progressively increases to 1.321 RIU and the attenuation band red-shifts (5°C – 16°C) with a sensitivity of 1 nm/°C. Moreover, when freezing, since the cooling process is induced, the sensor response is more progressive, although it is possible to detect the moment when all the water is transformed into ice. After disconnecting, the heating process is more natural, and the sensor response when detecting the solid-to-liquid change of state is more drastic because it reacts only when natural physical conditions are adequate.



“Fig. 3. Temperature vs wavelength comparative evolution. Both water and ice states can be distinguished as well as the transitions between them.”



“Fig. 4. (a) Wavelength shift of the attenuation band analyzed. (b) Sensibility evolution during the freezing-unfreezing processes.”

To conclude, it can be said that a basic fiber-optic interferometer has been characterized to detect the ice formation. The electronic and optical curves corroborate that there is a moment where the refractive index outside the fiber-optic structure changes suddenly and that is the key element to detect ice formation. With these results, a new research line is open in the detection of ice formation by means of simple and easy-to-handle fiber-optic sensors.

#### 4. Acknowledgements

This work was supported by the Spanish Ministry of Education and Science-FEDER TEC2016-78047. The authors would like to thank BSH Electrodomésticos España S.A. for providing the necessary freezer to carry out the experiments.

## 5. References

- [1] Y. Zheng, T. Lang, T. Shen, C. Shen, "Simple immunoglobulin G sensor based on thin core single-mode fiber", *Optical Fiber Technology*, Volume 41, 2018, pp. 104-108.
- [2] Chen, Y.; Lin, Y.B.; Li, C.; Li, Q.Q. Fiber bragg grating strain sensor applied in security monitoring of road tunnel structure. In *Advances in Mechanical and Electronic Engineering*; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2012; pp. 323–328.
- [3] Y. Geng, X. Li, X. Tan, Y. Deng, Y. Yu, High-sensitivity mach-zehnder interferometric temperature fiber sensor based on a waist-enlarged fusion bitaper, *IEEE Sensors J.* 11 (November (11)) (2011); pp. 2891–2894.
- [4] Liquid-Infused Nanostructured Surfaces with Extreme Anti-Ice and Anti-Frost Performance  
Philseok Kim, Tak-Sing Wong, Jack Alvarenga, Michael J. Kreder, Wilmer E. Adorno-Martinez, and Joanna Aizenberg  
*ACS Nano* 2012 6 (8), pp. 6569-6577.
- [5] Jackson, D., Liao, J., and Severson, J., "An Assessment of Goodrich Ice Detector Performance in Various Icing Conditions," *SAE Technical Paper* 2003-01-2115, 2003, <https://doi.org/10.4271/2003-01-2115>.
- [6] Vibration measuring instrumentation - Fundamental requirements and verification. <http://www.din.de/en/wdc-beuth:din21:2880513>.
- [7] Y. Lopez-Dieguez, J.M. Estudillo-Ayala, D. Jauregui-Vazquez, J.M. Sierra-Hernandez, L.A. Herrera-Piada, J.M. Cruz-Duarte, J.C. Hernandez-Garcia, R. Rojas-Laguna, Multi-mode all Fiber Interferometer based on Fabry-Perot Multi-cavity and its Temperature Response, In *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*, Volume 147 (2017), pp. 232-239, ISSN 0030-4026.
- [8] T. Yuan, X. Yang, Z. Liu, J. Yang, S. Li, D. Kong, X. Qi, W. Yu, Q. Long, and L. Yuan, "Optofluidic in-fiber interferometer based on hollow optical fiber with two cores," *Opt. Express* 25 (2017), pp. 18205-18215.
- [9] Bo Dong, Member, IEEE, Member, OSA, Zhanyu Shen, Changyuan Yu, and Yixin Wang. Modal Excitations in Fully and Partially Ethanol-Filled Photonic Bandgap Fibers and Their Applications as Fiber Sensors. *JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY*, VOL. 34, NO. 16, (2016), pp. 3853-3858.
- [10] I. Del Villar, A.B. Socorro, J.M. Corres, F.J. Arregui, I.R. Matias, "Refractometric sensors based on multimode interference in a thin-film coated single-mode-multimode-single-mode structure with reflection configuration," *Appl. Opt.*, Vol. 53 (18) (2014), pp. 3913–3919.
- [11] Yamile Cardona-Maya, Abian B. Socorro, Ignacio Del Villar, José Luis Cruz, Jesus M. Corres, Juan F. Botero-Cadauid, Label-free wavelength and phase detection based SMS fiber immunosensors optimized with cladding etching, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Volume 265 (2018), pp. 10-19, ISSN 0925-4005.
- [12] S. Warren, "Optical constants of ice from the ultraviolet to the microwave," *Appl. Opt.* 23, pp. 1206-1225 (1984).