

UNIVERSIDAD PÚBLICA DE NAVARRA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA Y ELECTRÓNICA

Desarrollo de sensores de fibra óptica para la detección de compuestos orgánicos e inorgánicos en medio acuoso

Autor: Ignacio Elcoso Usieto
Codirector: Joaquín Ascorbe Muruzábal
Director: Ignacio R. Matías Maestro
12/03/2018

upna

Universidad Pública de Navarra
Nafarroako Unibertsitate Publikoa

GRADO EN TECNOLOGÍA INDUSTRIAL, MENCIÓN EN ELECTRÓNICA

RESUMEN

La fibra óptica actualmente es un medio de comunicación muy extendido, mientras que los sensores de fibra óptica aún no son utilizados de forma industrial. La fabricación de un sensor de fibra óptica se puede llevar a cabo combinando diferentes tipos de fibras ópticas, o recubriéndola con materiales que sean sensibles a determinados parámetros como presión, temperatura, posición, deformación..., de esta forma se logra que la fibra óptica obtenga información de lo que está pasando a su alrededor. Esto abre la puerta a nuevas aplicaciones en campos como la biología e investigación proteómica o en medicina.

El objetivo de este TFG será el desarrollo de sensores de fibra óptica para la medición de compuestos orgánicos e inorgánicos en medios líquidos. Se estudiarán dos fenómenos ópticos diferentes que se llevarán a cabo mediante dos aplicaciones distintas. Para la detección de biomarcadores se utilizarán redes de difracción de periodo largo sobre fibra, mientras que para la detección de contaminantes en agua, en concreto, para la detección de mercurio, se utilizarán las resonancias de modos con pérdidas debido a las características de la capa sensible, que está compuesta de oro.

ABSTRACT

The optical fibre at present is very widespread mass communication media, while the optical fibre sensors are not even used of industrial form. The generation of a sensor of optical fibre can be carried out combining different types of optical fibres, or covering it with materials that are sensitive to certain parameters like pressure, temperature, position, distortion ..., thus it is achieved that the optical fibre obtains information from what it is going on around it. This opens the door for new applications in fields like the biology and investigation proteómica or in medicine.

The target of this TFG will be the development of sensors of optical fibre for the measurement of organic and inorganic compounds in liquid means. There will be studied two different optical phenomena that were carried out by means of two different applications. For the bioscoreboards detection there will be used networks of diffraction of long period on fibre, while for the pollutants' detection in water, in particular, for the mercury detection, the ways resonances will be used with losses due to the characteristics of the sensitive layer, which is composed of gold.

AGRADECIMIENTOS

Querría expresar mi reconocimiento y agradecimiento a todas aquellas personas que, gracias a su colaboración, han contribuido en la realización de este Trabajo Fin de Grado. Especialmente a mi director Ignacio R. Matías, por permitirme acceder a este proyecto y a mi codirector Joaquín Ascorbe, sin quien no hubiera sido posible la realización de este trabajo.

Índice

1. Introducción.....	1
1.1 Ventajas y desventajas.....	1
1.2 Composición de la fibra óptica.....	2
1.3 Propagación de la luz por la fibra óptica.....	3
1.4 Tipos de sensores de fibra óptica	4
1.5 Principio de funcionamiento de los sensores por campo evanescente	4
1.5.1 Resonancias.....	5
1.5.2 Red de Bragg en fibra óptica.....	5
1.5.3 Red de periodo largo	5
1.6 Objetivos	6
1.6.1 Sensor de biomarcadores.....	6
1.6.2 Sensor de mercurio.....	7
2. Técnica De Sputtering y equipos	8
2.1 Sputtering	8
2.2 Equipos.....	8
2.2.1 Sputter de SnO ₂	9
2.2.2 Sputter de Au.....	9
2.2.3 Equipo laser.....	11
2.2.4 Fuente de luz	11
2.2.5 Analizador de espectros ópticos	12
2.2.6 Cortadora de fibra	13
2.2.7 Empalmadora de fibra	13
2.2.8 Agitadores	14
2.2.9 Máquina de agua ultra pura.....	14
3. Sensor de biomarcadores.....	15
3.1 Proceso de fabricación.....	15
3.2 Fabricación de la red de difracción de periodo largo	17
3.2.1 Deposición de la estructura base	18
3.2.2 Desarrollo de la estructura periódica.....	18
3.2.3 Proceso biológico	20
3.3 Medición.....	21
3.3.1 Adición de los IgGs a la zona sensora.....	23
3.3.2 Medición de concentraciones.....	24
3.4 Resultados	26

4. Sensor de mercurio	27
4.1 Proceso de fabricación.....	27
4.2 Deposición de la estructura base	29
4.3 Medición.....	29
4.4 Resultados	31
5. Conclusiones	34
6. Líneas futuras	36
7. Referencias	37
8. Presupuesto	38
9. Anexo	42
9.1 Taperadora.....	42
9.1.1 Funcionamiento.....	42
9.1.2 Resultados	44



Desarrollo de sensores de fibra óptica

1. INTRODUCCIÓN

Un sensor es un dispositivo capaz de transformar un estímulo físico en una señal que puede ser registrada o medida. El desarrollo de este TFG ha estado ligado a la búsqueda de un elemento sensor, que altere la luz que se transmite por el interior de la fibra óptica en función de la concentración de la muestra de medida. Para ello, será necesaria la creación de una estructura que modifique la transmisión de luz por la fibra cuando se produzcan cambios en su entorno.

1.1 VENTAJAS Y DESVENTAJAS

Los sensores de fibra óptica presentan un gran número de ventajas frente a los sensores típicos, algunas de las más relevantes son:

- a) No se ven afectados por la interferencia electromagnética (EMI) ni de radiofrecuencia (RFI) por lo que pueden trabajar en una gran variedad de entornos donde los sensores tradicionales no pueden.
- b) No portan corriente eléctrica, solo luz, ideal para ubicaciones con riesgo de explosión.
- c) Posibilidad de multiplexación de un conjunto de sensores en una misma fibra óptica.
- d) Se pueden utilizar a grandes distancias sin el uso de repetidores debido a su baja atenuación.
- e) Bajo coste global, muy ligero y de fácil instalación en cualquier entorno.
- f) Presentan una mayor sensibilidad que los sensores fabricados sin el uso de fibra óptica.
- g) Transporta más información en menos espacio.

Los inconvenientes que presenta son reducidos pero aun así tienen un gran impacto en el uso de la fibra óptica como sensor.

- a) Debido a su pequeño espesor son muy frágiles y dificultan su instalación y manipulación.
- b) Presentan una difícil interpretación de los datos, ya que hay muchos factores que afectan a la señal.
- c) Necesidad de realizar una conversión electroóptica.

Una vez analizados los pros y contras de estos sensores, se puede llegar a la conclusión de que presentan características distintas a los sensores convencionales, por lo que permiten el uso de sensores en otros campos. Actualmente su uso está en aumento aunque sigue limitado su uso en aplicaciones nicho.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

1.2 COMPOSICIÓN DE LA FIBRA ÓPTICA

Un cable de fibra óptica está compuesto por una serie de capas como puede verse en la figura 1, aunque realmente el núcleo y la cubierta son las únicas que intervienen en la transmisión de luz. La luz viaja confinada por el núcleo e interacciona con el cladding, el índice de refracción efectivo de ambas capas determinará la reflexión y la refracción de los modos que se desplazan por su interior.

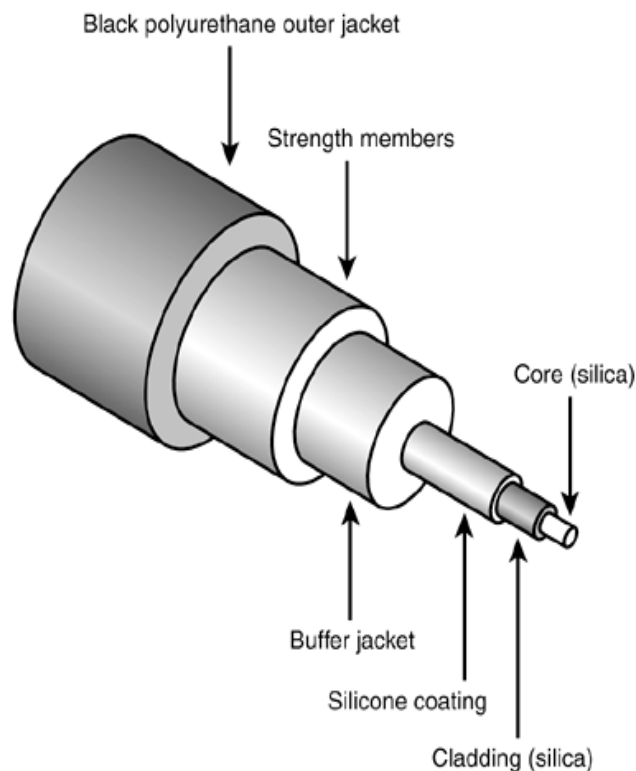


Figura 1. Esquema básico de la estructura de la fibra óptica

Las demás capas aportan protección mecánica; El buffer es la parte que protege tanto a la cubierta como al núcleo y puede estar fabricado por una gran variedad de componentes, suele ir rodeado de materiales que aportan rigidez al conjunto como pueden ser las fibras de kevlar. Finalmente se encuentra la capa externa que protege la fibra de las condiciones del entorno y varía en función de las especificaciones del consumidor.

Es posible clasificar los tipos de fibra en función del material con que están fabricados el núcleo y el cladding. Existen fibras con:

- Núcleo y revestimiento de vidrio, *Silica Clad Silica (SCS)*.
- Núcleo de vidrio y revestimiento de plástico, *Plastic Clad Silica (PCS)*.
- Núcleo y revestimiento de plástico.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

1.3 PROPAGACIÓN DE LA LUZ A TRAVÉS DE LA FIBRA

Cuando la luz que viaja por el núcleo alcanza la interfase con el cladding, donde una parte de la luz se refleja y el resto se refracta. El índice de refracción de los materiales determina el ángulo de refracción y reflexión de la luz. El índice de refracción de un material está determinado por:

$$n = \frac{c}{v} \tag{1.1}$$

Donde n es el índice de refracción del material, c es la velocidad de la luz en el vacío y v es la velocidad de la luz en el material.

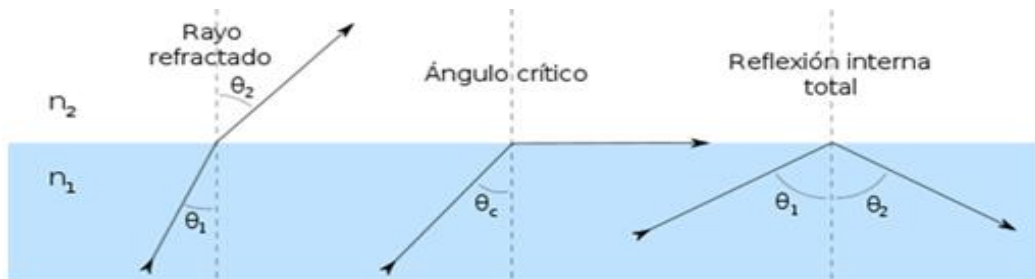


Figura 2. Refracción y reflexión de la luz en la fibra óptica en función del índice de refracción

Según la ley de Snell, si el índice de refracción del segundo material (n_2) es menor al medio por el que se transporta la luz (n_1) el rayo refractado se aleja de la normal. Dependiendo del ángulo de incidencia del modo y de si $n_2 < n_1$, puede tener lugar la reflexión total interna dentro de la fibra óptica, por lo que la luz se transmite a lo largo de la fibra sin casi pérdidas. Este comportamiento de los modos de la luz dentro de la fibra óptica puede apreciarse en la figura 2.

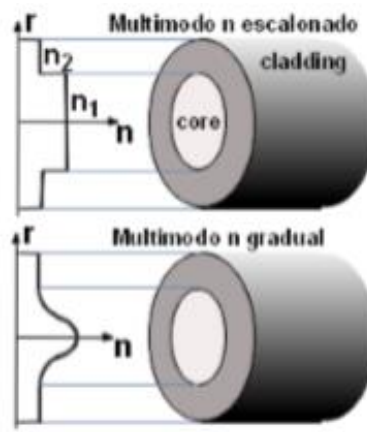


Figura 3. Fibra óptica de índice escalonado y gradual

Debido a que la transmisión de la luz está determinada por los índices de refracción del núcleo y del cladding, la fibra óptica también puede clasificarse según el índice de refracción, como se muestra en la figura 3. El índice gradual es máximo en el centro y va reduciéndose



Desarrollo de sensores de fibra óptica

hasta alcanzar el valor del índice del cladding justo cuando este empieza. Dado que el índice de refracción condiciona la velocidad del haz como se indica en la ecuación 1.1, la luz se desplazará a distinta velocidad dentro de la fibra, mejorando el ancho de banda respecto a la fibra de índice escalonado.

1.4 TIPOS DE SENSORES DE FIBRA ÓPTICA

Los sensores de fibra óptica se pueden clasificar según una amplia variedad de criterios. Uno de los criterios más utilizados consiste en el papel que desempeña la fibra óptica, de esta forma los sensores pueden clasificarse como:

- Extrínsecos: la luz es guiada por la fibra óptica hasta un elemento sensor externo donde se modifica la luz, luego la fibra se encarga de guiar nuevamente la luz hasta el fotodetector.
- Intrínsecos: La magnitud física a medir afecta las características ópticas de la fibra, esto puede conseguirse mediante el recubrimiento de la fibra con un material sensible o mediante el cambio del índice de refracción del núcleo.

En este proyecto se fabricarán sensores intrínsecos mediante la deposición de nanorecubrimientos sobre fibra óptica monomodo previamente estrechada mediante técnicas físicas (calor y tensión mecánica) o químicas (ataque químico con ácido). De esta manera se permite el acceso al campo evanescente de la luz y que este interactúe con el recubrimiento y con el medio externo.

1.5 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DE LOS SENSORES POR CAMPO EVANESCENTE

El principio de funcionamiento de los sensores de fibra óptica desarrollados en este trabajo se basa en la interacción del campo evanescente con el recubrimiento. Es por ello que es necesario modificar la fibra óptica hasta ser capaces de acceder al campo evanescente, como se muestra en la figura 4. Existen sensores basados en cambios de la absorción, lo que se traduce en cambios en la potencia transmitida. Por otro lado, también se pueden generar sensores mediante redes de difracción o de resonancias, ya que ambas estructuras generan una banda de atenuación a una longitud de onda determinada. La variación en longitud de onda de la resonancia permitirá conocer la concentración de una muestra específica.

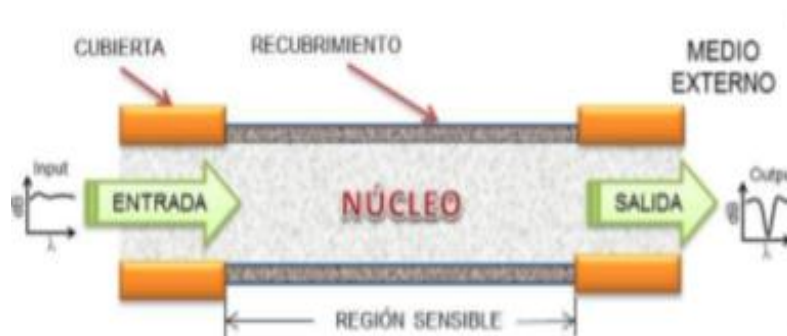


Figura 4. Sensor de fibra óptica con recubrimiento



Desarrollo de sensores de fibra óptica

A continuación se comentaran las técnicas más utilizadas para generar sensores de fibra óptica por campo evanescente. La obtención de una banda de atenuación en una longitud de onda determinada puede conseguirse mediante resonancias y redes de difracción. En la actualidad existen diversas estructuras que permiten convertir la fibra óptica estándar en un sensor. En las figuras 5 – 6 – 7 se observan 3 tipos de estructuras que interactúan con el campo evanescente, gracias a la combinación de dichas estructuras es posible obtener los dos sensores desarrollados en este proyecto.

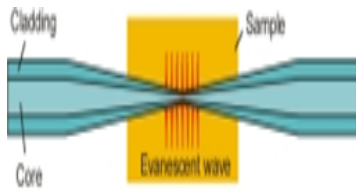


Figura 5. Tapered región

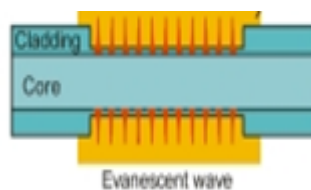


Figura 6. Etched región

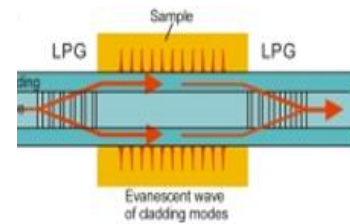


Figura 7. LPG

1.5.1 Resonancias

La utilización de recubrimientos ultrafinos en la zona sensible de la fibra óptica, produce pérdidas en determinados rangos de longitud de onda de la luz. Este efecto se conoce con el nombre de resonancias electromagnéticas, y en función de la parte imaginaria del índice de refracción del material que forma el recubrimiento pueden clasificarse en 3 tipos:

- *Lossy mode resonance (LMR)*: Ocurre cuando la parte real de la permitividad del material que forma el recubrimiento es positiva y superior en valor absoluto a su parte imaginaria y a la permitividad del material que rodea al recubrimiento.
- *Surface Plasmon Resonance (SPR)*: Ocurre cuando la parte real de la permitividad del material es negativa y superior en valor absoluto a su parte imaginaria y a la permitividad del material que rodea al recubrimiento. En este caso, se produce el acoplamiento entre la luz del interior y un plasmón superficial.
- *Long Range Surface Exciton Polariton (LRSEP)*.

1.5.2 Red de Bragg en fibra óptica

Una red de Bragg en fibra óptica, *Fiber Bragg Grating (FBG)*, es una modulación periódica del índice de refracción del núcleo de la fibra que actúa como un espejo selector para una determinada longitud de onda. El periodo de modulación de la rejilla, el tamaño y la estructura de modulación del índice determinan su respuesta espectral, es decir, estas características hacen que la rejilla actúe como un filtro paso – banda óptico.

1.5.3 Red de periodo largo

Las Redes de Período Largo, *Long Period fiber Grating (LPG)* grabadas en fibra óptica, poseen variaciones periódicas del índice de refracción del núcleo o de la cubierta de la



Desarrollo de sensores de fibra óptica

fibra. Dichos periodos son de decenas o cientos de micrones y longitud total de algunos centímetros. Estas variaciones permiten acoplar modos co-propagantes del núcleo y de la cubierta de la fibra óptica, por esto sus resonancias sólo pueden medirse en el espectro de transmisión. A diferencia de las redes de Bragg, las LPG no reflejan luz, sino que se constituyen en filtros ópticos de atenuación en una región particular del espectro. El acoplamiento de la luz en ambas estructuras puede observarse en la figura 8.

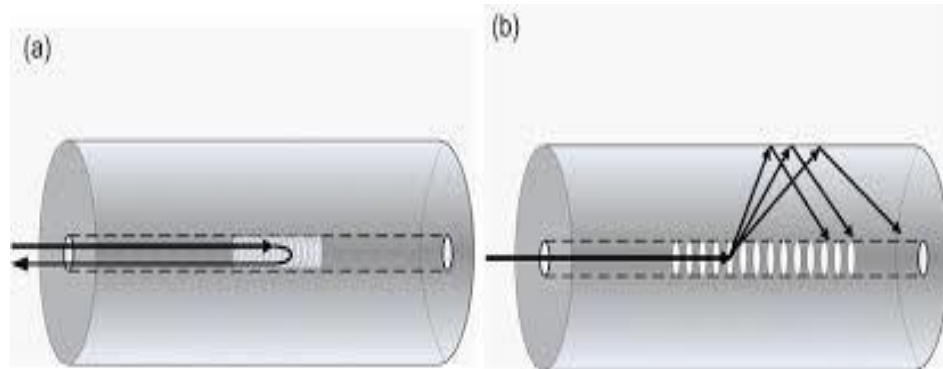


Figura 8. Esquema de acoplamiento de luz de (a) una FBG; (b) una LPG

Las LPG son más sensibles al cambio del índice de refracción de un medio en comparación con las FBGs, ya que en estas últimas los modos acoplados se generan en ambos sentidos, co-propagantes y contra-propagantes, por lo que cualquier variación del índice de refracción circundante modifica el espectro de transmisión. Este comportamiento determina el uso de LPG en vez de FBG en este proyecto.

1.6 OBJETIVOS

El grupo de investigación dentro del que se ha desarrollado este trabajo fin de grado, se centra en la búsqueda de sensores de fibra óptica mediante el uso de nuevas estructuras, como las dos que se desarrollarán en este proyecto.

Se pretende diseñar sensores que realicen la medición en longitud de onda, de manera que el desplazamiento de la resonancia permita conocer los cambios en la concentración del compuesto a medir.

Así mismo, este trabajo se centra en la fabricación de un óptimo sensor de fibra óptica capaz de medir la concentración de distintos compuestos orgánicos e inorgánicos en medio acuoso.

1.6.1 Sensor de biomarcadores

Para acceder al campo evanescente de la fibra es necesario reducir el grosor del cladding, tal y como se muestra en la figura 6, con un ataque químico sobre la fibra. Además, se deposita una fina capa de dióxido de estaño (SnO_2) sobre la zona donde se ha retirado parte del cladding. La estructura LPG de la figura 7 es producida al cambiar el índice de refracción en el



Desarrollo de sensores de fibra óptica

interior del núcleo, por lo que no es necesario ningún aporte de material. En el sensor de este proyecto la capa de SnO_2 se retira de forma periódica mediante ablación láser, consiguiendo una LPG que acopla el modo fundamental a un modo de cladding, por medio de la variación de los índices de refracción efectivos de ambos.

1.6.2 Sensor de mercurio

En este caso el sensor está constituido por un taper, del tipo mostrado en la figura 5, en el que existe una zona lineal de dos centímetros, donde el núcleo y el cladding se estiran de manera homogénea mediante calor y tensión mecánica. En esta región no se retira material del cladding, ya que la fibra se reduce hasta los $30\ \mu\text{m}$ únicamente mediante estiramiento. Por lo cual se genera una sección lineal del mismo diámetro donde se depositará una capa de SnO_2 , siendo posible acceder al campo evanescente dentro del taper adiabático, como se muestra en la figura 6.

Resumiendo, para la detección de biomarcadores se utilizarán redes de difracción de periodo largo sobre fibra, mientras que para la detección de contaminantes en agua, en concreto, para la detección de mercurio, se utilizarán las resonancias de modos con pérdidas debido a las características de la capa sensible, que está compuesta de oro.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

2. TÉCNICA DE SPUTTERING Y EQUIPOS

En este apartado se detallará la técnica de deposición por sputtering, los equipos necesarios para la realización de los sensores y el montaje realizado para la medición.

2.1 SPUTTERING

El sputtering o pulverización catódica es uno de los métodos de deposición de pequeñas superficies planas sobre materiales más utilizado en la actualidad. La utilización de este método presenta limitaciones constructivas, como la homogeneidad del material depositado, ya que hay una gran dependencia del espesor con la posición respecto al target. Tras la monitorización de la fibra durante el proceso de deposición, se comprobó la posibilidad de obtener resonancias gracias a esta técnica.

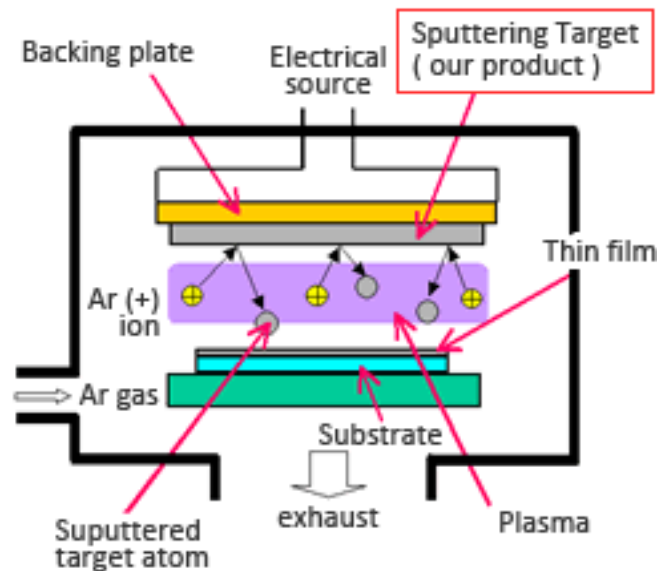


Figura 9. Esquema del proceso de deposición por Sputtering

En una cámara de vacío se genera plasma mediante la aplicación de varios centenares de voltios y el suministro de gas de argón. Este plasma está compuesto por argón puro, partículas de argón con carga positiva (iones de argón) y electrones libres. Un campo eléctrico acelera los iones de argón con carga positiva en dirección al cátodo con carga negativa. Allí colisionan con la superficie del cátodo con una elevada energía cinética de entre varias decenas y un centenar de electronvoltios. Las partículas de argón desplazan átomos de la superficie del cátodo, de esta manera, el material de recubrimiento es erosionado lentamente. Los átomos liberados del cátodo se trasladan a través de la cámara de vacío hacia el sustrato dispuesto en el otro lado, donde se depositan en forma de una fina capa. Este proceso puede observarse en la figura 9.

La cantidad de material que se deposita sobre la fibra está marcado por la intensidad de la corriente que circula por el target, por la presión a la que se encuentra cuando se introduce el argón y por la posición de la fibra dentro de la campana de vacío del equipo.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

2.2 EQUIPOS

Todos los equipos utilizados en este proyecto se describirán en detalle en este apartado. Además, se explicará brevemente el funcionamiento de todos los aparatos. La utilización de dos equipos de sputtering permite una mayor velocidad de fabricación gracias a que no es necesario cambiar el target antes de la deposición.

2.2.1 Pulsed DC sputtering

El Sputter utilizado para la deposición de SnO_2 tanto en el sensor biológico como en el sensor de mercurio, es el que aparece en la figura 10. Este equipo no cuenta con las automatizaciones del sputter de Au y es necesario un control manual de todos los parámetros. Sus principales características son las siguientes:

- Cuenta con una bomba turbo-molecular respaldada por una bomba de vacío rotativa que se encargan de aumentar o disminuir la presión de vacío, mediante la válvula del Argón es posible ajustar la presión a la que se genera la deposición.
- Control de la intensidad y voltaje a la que se genera el plasma, incluso cuando el equipo está en funcionamiento.
- Está equipado con un target de 54 mm de diámetro de fácil manipulación.
- Posee un sistema de doble magnetrón lo que hace aumentar la eficiencia del proceso a bajas tensiones, consiguiendo granulados finos y pulverizaciones frescas.

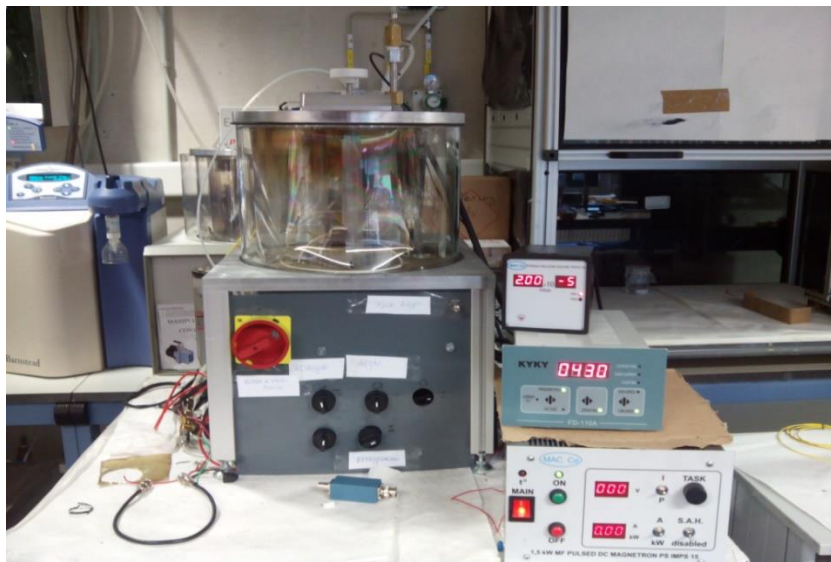


Figura 10. Equipo de Sputtering de SnO_2

2.2.2 Sputter de Au

El Sputter utilizado en la deposición de la capa de Au del sensor de mercurio, es el modelo K675XD de *Quorum Technologies Ltd* mostrado en la Figura 11. Sus principales características son:



Desarrollo de sensores de fibra óptica

- Posee un sistema de doble magnetrón lo que hace aumentar la eficiencia del proceso a bajas tensiones, consiguiendo granulados finos y pulverizaciones frescas.
- Está equipado con dos obturadores o shutter móviles que permiten la limpieza por pulverización catódica o sputter, previa a la deposición, si se ha seleccionado un ciclo oxidante, que permiten una deposición secuencial, sin romper el vacío, de dos metales distintos. Los obturadores se moverán a la posición de los targets para llevar a cabo el proceso de limpieza, una vez finalizado éste volverán a su posición inicial, tras lo cual comenzará el ciclo de deposición.
- El doble sistema de obturadores facilita la limpieza de los targets por pulverización catódica y previene la contaminación cruzada de los targets cuando se trabaja con deposiciones secuenciales de distintos metales.
- Cuenta con un plato rotatorio porta-muestras que gira a una velocidad constante durante la deposición, calibrado respecto a la posición de los targets para conseguir deposiciones uniformes.
- Puede utilizarse con metales nobles como el Oro o con metales que necesiten una limpieza previa por oxidación antes de ser depositados como el Cromo.
- Está equipado con dos soporta targets de 57 mm de diámetro de fácil manipulación que permiten un cambio rápido de los mismos.
- Tiene un panel frontal provisto con un display, por el cual se pueden seleccionar los diferentes parámetros previos a la deposición, de fácil manejo.
- Cuenta con un sensor de espesor o Film Thickness Monitor (FTM) más conocido como cristal FTM que permite a través del display seleccionar dos modos de operación: Automático (la deposición se parará cuando el sensor FTM detecte que se ha alcanzado el espesor previamente seleccionado en el display) o Manual (la deposición finalizará cuando finalice el tiempo establecido por el usuario).



Figura 11. Equipo de Sputtering de Au



Desarrollo de sensores de fibra óptica

2.2.3 Equipo láser

El equipo láser empleado en la fabricación de este sensor aparece en la figura 12. Es un equipo acondicionado para su uso en serigrafía, aunque permite realizar el proceso requerido de una forma más o menos precisa.

La ablación láser es un procedimiento por el cual se elimina o extrae el material de la superficie de un sólido, el flujo de radiación calienta la superficie del material que absorbe la energía de los fotones y se evapora. Para ello, es necesario mantener un control preciso de la potencia aplicada, ya que determinará la cantidad de material eliminado.

Otro factor clave es el ajuste de la altura de trabajo, el láser opera en un rango específico de posición, por lo que es necesario calibrar la altura para obtener la zona de trabajo óptima. El equipo láser cuenta con una manivela en la parte superior del apoyo, mediante un movimiento giratorio de la misma, es posible variar la altura de la lente que se desplaza a lo largo de un tornillo sinfín. También es necesario ajustar la fibra en el plano, ya que la potencia del láser debajo de la lente y a unos milímetros del mismo punto varía de forma notable. Debido al pequeño grosor de la fibra y la poca tolerancia de la zona de trabajo del láser, este proceso es difícil de ajustar.



Figura 12. Equipo láser

2.2.4 Fuente de luz

Uno de los extremos del sensor se conecta a la fuente de luz que posteriormente será analizada por el OSA. La fuente de luz está compuesta por cuatro LEDs que operan a longitudes de onda distintas, Obteniendo un haz de luz en un espectro comprendido entre los 1100 – 1700 nm.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Durante el transcurso de este proyecto fue necesaria la utilización de fuentes de luz blanca, permitiendo transmitir señal en todo el espectro visible. Los modelos de fuente blanca utilizados son:

- ASBN-W-150-H de Spectral Products.
- AQ-4303B de And



Figura 13. Fuente de luz

2.2.5 Analizador de espectros ópticos

El analizador de espectros ópticos (Optical Spectrum Analyzer, OSA) se utiliza para realizar medidas de potencia óptica en función de la longitud de onda. Los valores de los espectros obtenidos están comprendidos entre los 1100 y 1700 nm.

Un extremo de nuestro sensor se conectará al OSA y el otro a la fuente de luz como se ha comentado con anterioridad. Mostrará la diferencia existente entre la luz que se transmite por un trozo de fibra sin alterar y por nuestro sensor. El resultado es la banda de atenuación que presenta nuestro espectro en una longitud de onda determinada.

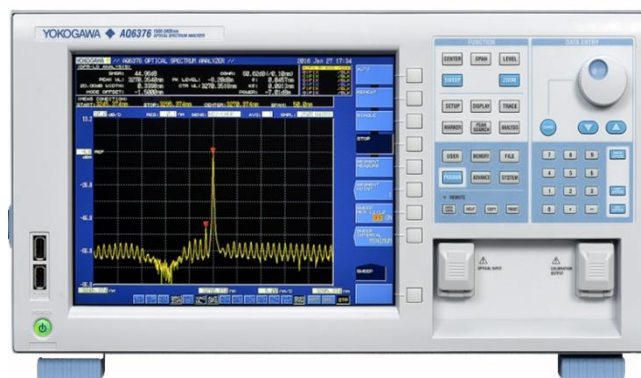


Figura 14 Analizador de espectros ópticos (OSA)



Desarrollo de sensores de fibra óptica

2.2.6 Cortadora de fibra

Mediante la cortadora manual de la figura 15 se realizan cortes perpendiculares a la fibra. Es imprescindible que el corte sea perpendicular, ya que si no la fusión entre un extremo del sensor y el latiguillo del conector no se producirá correctamente.

Antes de realizar el corte es necesario retirar todas las capas exteriores de la fibra excepto el cladding. Mediante unas sujeciones, la fibra queda fija sobre unos apoyos y perpendicular a la cuchilla que ejecuta el corte.



Figura 15 Cortadora manual S325 de Fitel

2.2.7 Empalmadora de fibra

Tras cortar totalmente perpendiculares las terminaciones de las fibras a unir, se procede a insertar los extremos en las sujeciones de la empalmadora. Las fibras son alineadas automáticamente por el equipo. Una vez que los extremos están alineados y la empalmadora verifica la perpendicularidad de los cortes, se genera un arco eléctrico que hace que las fibras se fusionen entre sí.



Figura 16. Empalmadora de fibra Fitel-S123C-V2-Fusion_splicer



Desarrollo de sensores de fibra óptica

2.2.8 Agitadores

Sobre la placa metálica del agitador se coloca un vaso de precipitados con la disolución que debe ser agitada. En el interior del recipiente se introduce el imán del agitador, una pequeña barra imantada cubierta de plástico inerte. El agitador produce fuerzas magnéticas sobre la placa que hacen rotar al imán.

Los agitadores que han sido utilizados en la realización de este trabajo fueron:

- *RCT Basic* (figura XX) que permite controlar la velocidad de giro del imán y también permite calentar las disoluciones, aunque esta función no será utilizada.
- *Mini MR estándar* que permite controlar la velocidad de giro del imán. Ambos agitadores son de la marca *ika labortechnik*.

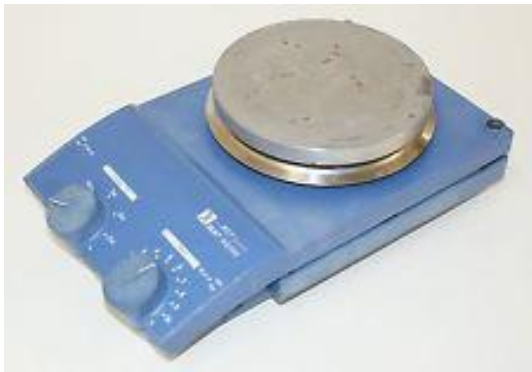


Figura 17. Agitador RTC Basic



Figura 18. Agitador Mini MR estándar

2.2.9 Máquina de agua ultrapura

La purificadora de agua de modelo *NANOpure Diamond Analytical Water Purification System D11901 de Barnstad* proporciona agua destilada y desionizada con una resistividad entre 17,8 y 18,2 $\Omega \times \text{cm}$. Mediante un sistema de filtros elimina las partículas y sustancias no deseadas que pueden interferir en los experimentos.



Figura 19. Máquina de agua ultra pura



Desarrollo de sensores de fibra óptica

3. SENSOR DE BIOMARCADORES

En este apartado se explica la fabricación de una estructura superficial sobre la fibra donde se deposita el biomarcador, permitiendo conocer la concentración de antígenos en la muestra. El biomarcador seleccionado para la realización de este proyecto es el marcador IgG.

La fibra monomodo SMF 28 ha sido seleccionada para la realización de este proyecto debido al trabajo previo del equipo de investigación con este componente y a su bajo coste. Durante la fabricación del sensor se experimentó con una serie de fibras multimodo tanto de plástico como de vidrio. La GigaPOF-62SR de bajo índice inicialmente podía acortar trabajo y tiempo en el proceso de producción, aunque la imposibilidad de conseguir tapers adiabáticos del diámetro requerido hizo que quedara descartada (en el anexo taperadora se explica detalladamente).

Antes de generar la estructura superficial, es necesario realizar una serie de pasos previos para acondicionar la zona sensora. Para ello se recurrirá al uso del ácido con el fin de retirar casi la totalidad del cladding y poder modificar los índices de refracción efectivos del núcleo y del cladding.

3.1 PROCESO DE FABRICACIÓN

Los pasos realizados en el acondicionamiento pueden resumirse 7 puntos.

- 1) Corte de un trozo de fibra de una longitud aproximada de un metro, posteriormente es necesario retirar el buffer en la zona central una longitud de unos 3 cm. Para ambas operaciones utilizaremos un pelacables especializado.
- 2) Colocar las fibras en un soporte diseñado para mantenerlas en tensión, mientras la parte sin buffer queda completamente sumergida en ácido. Se utiliza el ácido fluorhídrico (HF) diluido al 40%. El diámetro de la zona sin buffer tiene una longitud de 125 μm y es necesario reducirlo hasta 12 μm para poder afectar al campo evanescente. En esta primera fase del ácido, la fibra se sumerge durante una hora hasta reducir el espesor de la fibra a 20 μm . Una vez transcurrido ese tiempo, se retira el ácido en su totalidad y se realizan 2 aclarados con agua para retirar los posibles restos de ácido. Una mala limpieza de los restos puede ocasionar una degradación heterogénea a lo largo de la zona anteriormente sumergida, como se observa en la figura 20.



Figura 20. Defectos ocasionados por una mala aplicación del ácido



Desarrollo de sensores de fibra óptica

- 3) Se verifica mediante el microscopio que el diámetro de la fibra es aproximadamente de 20 μm . Además, se comprueba que la zona en contacto con el ácido es homogénea.

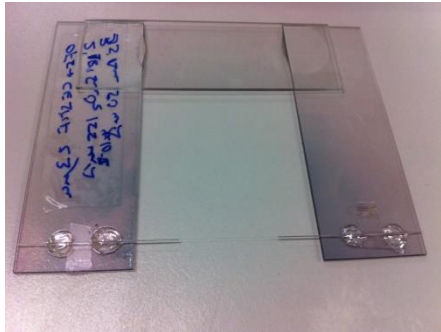


Figura 21. Holder donde se fija el sensor

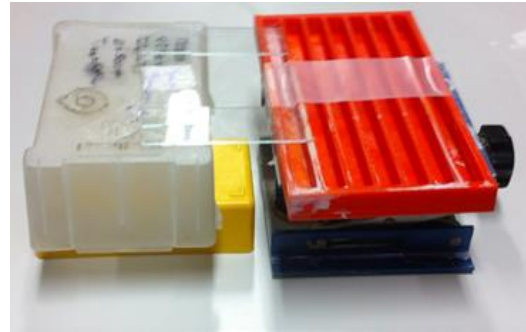


Figura 22. Segunda etapa de ácido

- 4) Es necesario que la parte sensora se encuentre en tensión, para ello es necesario fijar la fibra a un holder como el que aparece en la figura 21. La reducción en ácido se desarrolla en dos etapas para facilitar el tensado de la fibra de forma manual. Con 20 μm la fibra aguanta moderados esfuerzos a tensión, lo que permite el correcto tensado de la zona sensora, un diámetro mayor facilitaría la acción de tensado pero la reducción secundaria destensaría el resultado final más de lo recomendado. Cuando se sitúa la fibra tensada sobre el holder, es necesario fijarla mediante adhesivo de vidrio, usado previamente para fijar los portaobjetos de vidrio en forma de U. El adhesivo tarda aproximadamente 30 minutos en secarse bajo el efecto de la luz ultravioleta.



Figura 23. Conectores de fibra óptica

- 5) Cuando el adhesivo se seca completamente se procede a la segunda etapa de ácido. Como se aprecia en la figura 22, se fija el holder sobre una caja de una altura determinada (influirá en la calibración del láser). En la otra parte se coloca una bandeja con canales y una tira de film con la longitud de la zona donde se va a fabricar el sensor, debajo se sitúa un elevador vertical que permite ajustar la altura con la rueda de la derecha. Gracias a esta combinación se puede sumergir completamente la fibra y



Desarrollo de sensores de fibra óptica

- retirla de una forma rápida y segura. Esta operación requiere de 5 a 10 minutos, es necesario ir comprobando el diámetro de la fibra para obtener un diámetro próximo a 10 μm . Para finalizar se aclara la parte sumergida en ácido 2 veces de forma consecutiva.
- 6) Después de estos pasos se obtiene la base para la construcción del sensor pero primero es necesario instalar los conectores de la figura 23 en ambos extremos. Los conectores permitirán la conexión de los extremos del sensor a la fuente de luz y al analizador de espectro óptico (OSA). En primer lugar se retira la cobertura exterior, las fibras protectoras de kevlar y el buffer de los extremos de la fibra mediante la peladora de cables. Antes de realizar el empalme es necesario cortar los extremos lo más perpendicular posible a la superficie, por lo que es necesario el uso de una cortadora de fibra como la mostrada en la figura 15. Si los extremos no se cortan de este modo, el empalme entre fibras no puede realizarse o se realiza de una forma incorrecta, imposibilitando la transmisión de la luz por su interior.
 - 7) Un extremo de la fibra y el conector se colocan en la empalmadora *Fitel-S123C-V2-Fusion_splicer* que aparece en la figura 16. Una vez realizado este paso también en el otro extremo puede comenzar la fabricación de la estructura superficial del sensor.

El tiempo de espera entre la adecuación de la fibra y el depositado de material es importante, ya que la fibra puede contaminarse con suciedad que luego se combinará con el material depositado. En caso de que la fibra presente suciedad, es necesario realizar una limpieza previa con ácido durante 10 segundos.

3.2 FABRICACIÓN DE LA RED DE DIFRACCIÓN DE PERÍODO LARGO

La LPG desarrollada en este proyecto no se obtiene mediante el cambio del índice de refracción del núcleo, en su lugar se deposita una capa nanométrica de SnO_2 sobre la zona sensora para posteriormente generar una estructura periódica.

En el primer paso de fabricación se depositará la capa de material sensible sobre la fibra, es necesario evaporar el material de forma periódica a lo largo de toda la superficie sensora. El láser, mediante calentamiento, consigue eliminar las zonas deseadas y obtener la estructura propuesta. Finalmente la estructura se recubre con *glicidoxipropil-Ctrimetoxisilano* (GPTMS) y con biomarcadores IgG.

Puesto que la estructura ha sido comentada de forma general, se comenzará a describir en detalle los pasos que se han requerido para la fabricación de la configuración superficial del sensor.

3.2.1 Deposición del material base

Para la deposición del material sobre la fibra fue necesaria la utilización de equipos nanotecnológicos. Concretamente, el equipo de deposición de sputtering. En este apartado se detallan los parámetros seleccionados para el recubrimiento del sensor de biomarcadores. Para optimizar los parámetros de operación, en primer lugar se monitorizó la deposición sobre la fibra a una presión de 7×10^{-2} mbar y una corriente por el target de 150mA. En función de la posición de la fibra los tiempos varían pero el tiempo de deposición se fijó en 1 minuto cuando



Desarrollo de sensores de fibra óptica

se coloca la zona sensora debajo del target. En tales condiciones se depositan entre 40 y 50 nanómetros. En ningún caso deben superarse los 60 nanómetros, ya que es cuando aparece la resonancia con modos de pérdidas o *Lossy Mode Resonance* (LMR), donde se pierde la mayoría de la luz que circula por la fibra.

Con la fibra depositada el siguiente paso del proceso es la generación de una estructura periódica mediante el equipo láser.

3.2.2 Desarrollo de una estructura periódica

La estructura periódica genera una resonancia a una longitud de onda que depende; del diámetro de la fibra, del índice de refracción del entorno de medición y del espesor del material depositado y de sus propiedades ópticas. No existe un único periodo válido para el sensor, ya que en función del periodo se modificará la longitud de onda a la cual aparece la resonancia. También existen diferentes resonancias en función del periodo, cuanto menor es la longitud del periodo mayor es la sensibilidad, por lo que interesa fabricar periodos del menor tamaño posible. Como se observa en la figura 24, donde las líneas azules representan los distintos modos, la sensibilidad del sensor está condicionada al periodo. Otro factor importante es la repetitividad del periodo, ya que condiciona la forma final de nuestro pico.

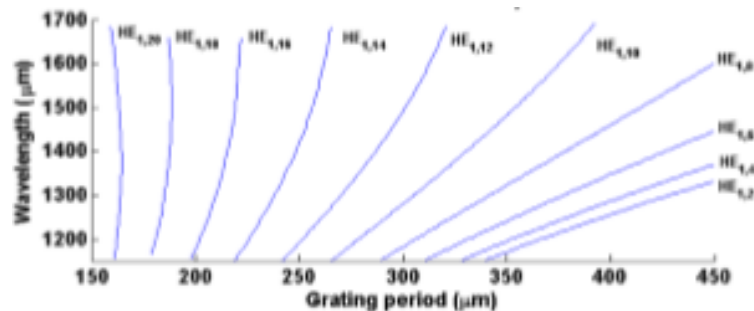


Figura 24. Cálculo de la variación del modo de resonancia en una LPG en función del periodo

Durante la fase de experimentación se buscó reducir el periodo lo máximo posible, teniendo en cuenta que para periodos menores a los 100 μm el láser perdía mucha precisión. El láser únicamente permite retirar secciones de material de 40 μm con la configuración de su programa de trabajo, aunque realmente el periodo final se mantenía siempre 20 μm mayor al programado. Además, dependiendo de la potencia, el material se evaporaba en diferente cantidad. También se exploró la posibilidad de generar un periodo realizando líneas en vez de secciones rectangulares en el programa, los resultados de esta técnica reflejaron que el material no se eliminaba de forma periódica e incluso dejaba restos de material sin evaporar

Tras la correcta calibración del dispositivo, se coloca la estructura sensora justo debajo de la lente óptica del láser. Se ha comentado que el grosor de la fibra y del material depositado influye en el periodo de la estructura a fabricar. Para una fibra de 12 μm y 50 nm de SnO₂, la estructura seleccionada presenta un periodo de 160 μm donde la zona de material retirado tiene una longitud de 70 μm.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

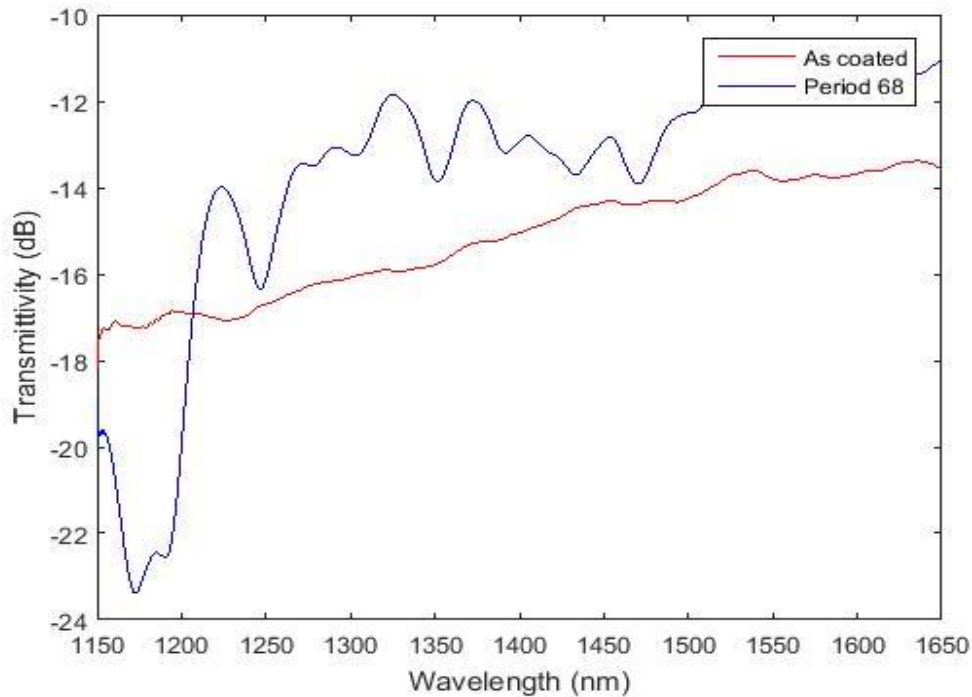


Figura 25. Análisis espectral en aire tras la generación del periodo

La monitorización del sensor durante el proceso de evaporación del material permite observar la modificación del espectro, como se aprecia en la figura 25. Debido a que el proceso de fabricación se desarrolla en aire, no es posible afirmar el correcto desarrollo de la estructura pero si es posible afirmar que se ha producido un cambio en la estructura superficial. Es necesario sumergir en agua el sensor para comprobar el espectro de medición.

En la figura 26 se observan las zonas que contienen material depositado, las cuales presentan una tonalidad más oscura. Mientras que las partes claras se corresponden con las zonas donde el material ha sido eliminado con el láser. En la parte izquierda puede observarse como la suciedad se adhiere a la fibra en su proceso de almacenaje.



Figura 26. Estructura periódica del sensor

Sobre esta estructura es donde se asentará la parte biológica del sensor, por lo tanto, es imprescindible que su fabricación sea precisa.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

3.2.3 Proceso biológico

No es posible aplicar los marcadores IgGs en el sensor directamente, primero es necesario recubrir toda la capa superficial mediante un material no tóxico y que mantenga vivas las células durante la prueba de medición. El compuesto utilizado para dicha función es el *glicidoxipropil-Trimetoxisilano* (GPTMS), elemento neutro para las células, ya que no modifica el perfil de expresión y funcionamiento celular normal.

Es necesario seleccionar un método de deposición que permita fijar el GPTMS sobre la zona sensora. Para ello, se empleará el equipo de sputtering de la figura 10, aunque en esta ocasión únicamente se usará como cámara de vacío. Se introduce la fibra y justo debajo de la zona sensora se sitúa un recipiente con 5 ml de GPTMS. Al generar vacío, el GPTMS se evapora y se deposita sobre la parte de fibra situada sobre la apertura del recipiente. En este proceso no afecta de forma significativa la homogeneidad del GPTMS por la superficie pero sí que todas las partes sensoras estén recubiertas. Cuando todo el GPTMS se haya evaporado, se puede finalizar el vacío y retirar la fibra para el desarrollo de la medición.

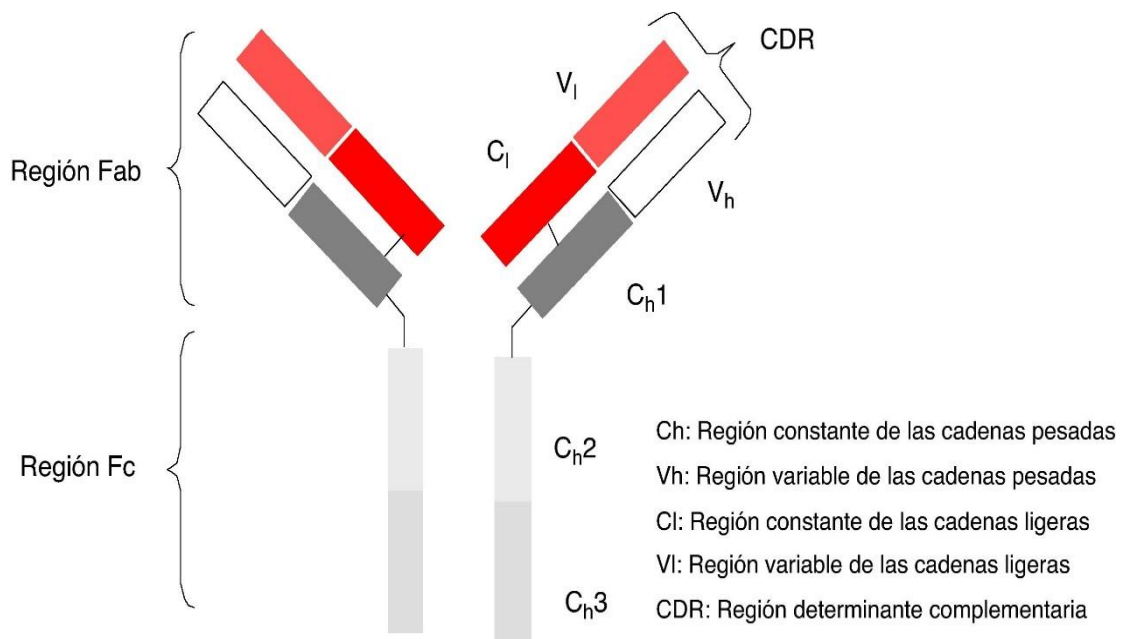


Figura 27. Estructura de un IgG

La inmunoglobulina G (IgG) es una de las cinco clases de anticuerpos humorales producidos por el organismo. Se trata de la inmunoglobulina predominante en los fluidos internos del cuerpo, como son la sangre, el líquido cefalorraquídeo y el líquido peritoneal (líquido presente en la cavidad abdominal). Esta proteína especializada es sintetizada por el organismo en respuesta a la invasión de bacterias, hongos y virus. Están constituidos por dos partes diferenciables como puede observarse en la figura 27, donde se aprecia la fracción variable compuesta por los extremos superiores de las cadenas (V_l y V_h) y el resto corresponde a la fracción constante.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

La región constante de la cadena pesada no reacciona con el antígeno, por lo que es la parte por donde se fijará el IgG a la fibra, los IgG de este estudio se enlazan con el GPTMS y quedan adheridos al mismo. De la misma forma, las secciones variables han sido fabricadas para que reaccionen y se adhieran a los antígenos. El resultado final presenta una forma similar a la figura 28.

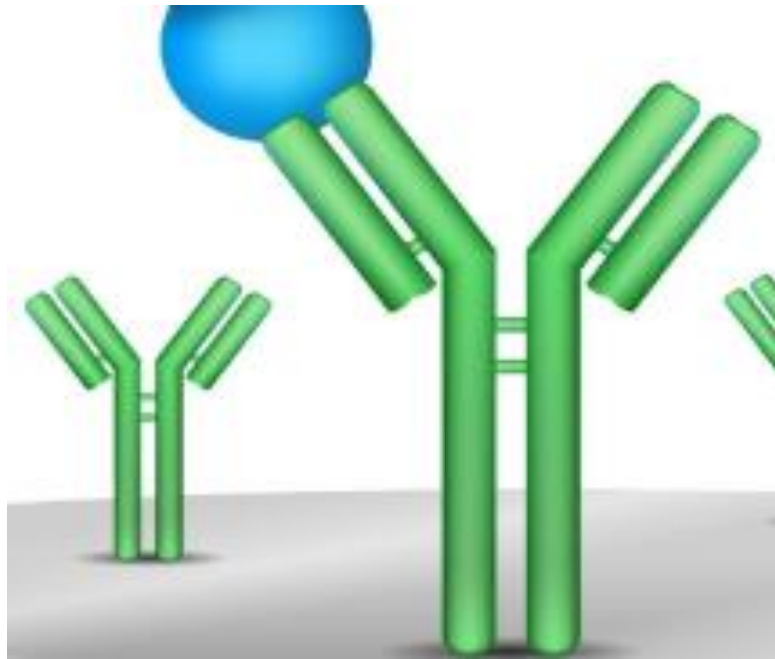


Figura 28. Reacción entre IGG adherido a la fibra y anti-IgG

Las disoluciones de anti-IgGs y los niveles de control entre las distintas concentraciones de antígenos requieren de un disolvente que no altere el comportamiento celular. El compuesto seleccionado es el *Phosphate Buffered Saline* (PBS), esta solución es empleada comúnmente para lavar células o como diluyente. Estas propiedades se deben a que las moléculas de agua del PBS se adhieren alrededor de la biomolécula, formando una monocapa de agua que evita modificaciones conformacionales.

3.3 MEDICIÓN

Generalmente los sensores de fibra óptica están compuestos por una fuente de luz que genera la señal que va a propagarse por la fibra. La variación de la concentración de las distintas muestras modifica el espectro transmitido tal y como se muestra en la figura 29, dicho cambio será medido por el analizador de espectros.

La adhesión de antígenos a los IgGs modifica el índice de refracción efectivo del recubrimiento y por tanto de los modos del núcleo y del cladding. Así que cuanto mayor sean las concentraciones, mayor será la longitud de onda a la que se produce la resonancia. Gracias a este proceso se procede a medir distintas concentraciones de antígenos mediante los cambios producidos en la longitud de onda de la resonancia.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

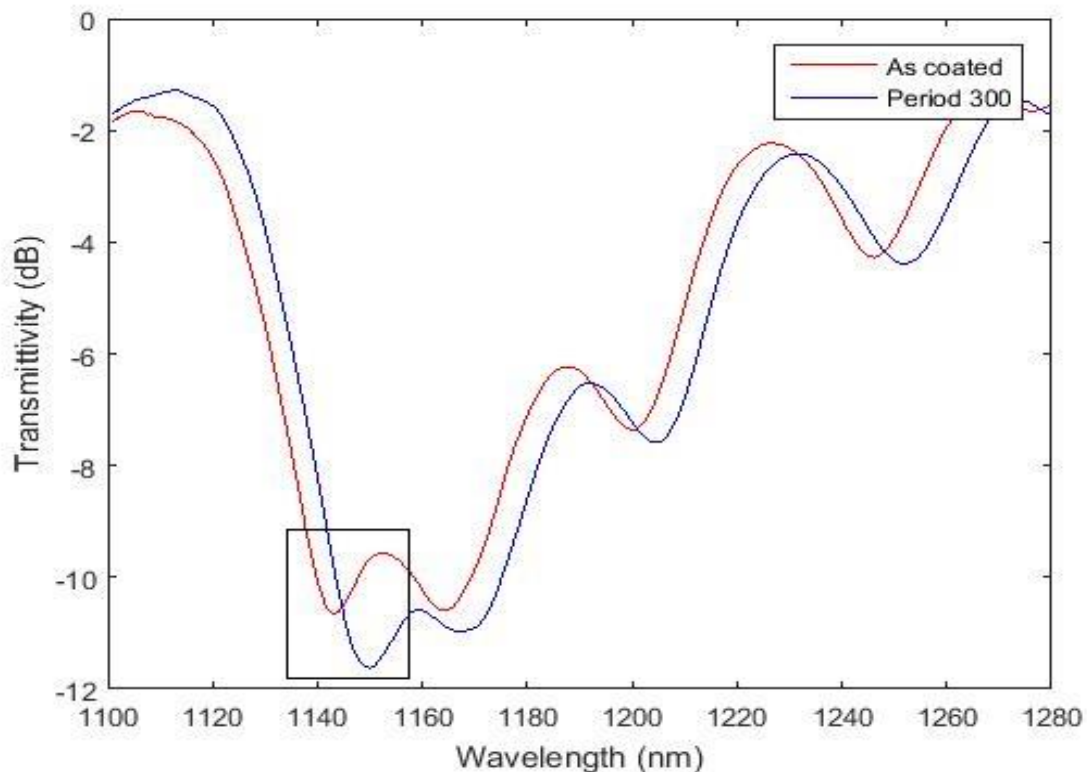


Figura 29. Diferencia de los espectros transmitidos a través del sensor de biomarcadores

El desarrollo de las mediciones se realiza en un entorno a temperatura constante, gracias al control de climatización de la sala. Un sensor de temperatura colocado en la zona de medición no indicó variaciones superiores al medio grado Celsius. La disposición de la fibra puede apreciarse en la figura 22, en el cambio de muestra también se reemplaza el film donde se depositan las disoluciones a medir. La elección de este sistema para la medición provoca que la fibra quede expuesta al entorno durante el cambio de muestra, así que, se midieron dos muestras de PBS idénticas con una exposición al entorno entre ambas, no se observó ningún desplazamiento en la longitud de onda de la resonancia. Por lo tanto, se puede afirmar que el método de medición no afecta de forma relevante al comportamiento de este sensor.

El desplazamiento de longitud de onda de nuestro sensor se medirá con el pico encuadrado que aparece en la figura 29. Esta zona presenta un comportamiento lineal en comparación con el resto, los cuales desaparecen o cambian abruptamente en el transcurso de la medición. La toma de datos tiene lugar cada 45 segundos, tiempo suficiente para el seguimiento del comportamiento del sensor.

El proceso de medición se divide en dos partes: la primera consistirá en la adición de los IgGs a la estructura sensora y en la segunda parte se medirán las distintas concentraciones de antígenos.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

3.3.1 Adición de los IgGs a la estructura sensora

La figura 31 muestra la deposición de los IgGs sobre la estructura superficial de GPTMS del sensor. Para ello, se sumerge la parte sensora en PBS durante 30 minutos para asegurar una absoluta estabilización del conjunto. Los IgGs se diluyen en PBS y la disolución de un 1 ml se añade tras la retirada del PBS de estabilización. Se observa que la adsorción de IgGs por la estructura sensora disminuye con el tiempo hasta finalmente estabilizarse. Tras sumergir durante 45 minutos el sensor en la disolución y comprobar la estabilización de la reacción, se retira la disolución de IgGs y se reemplaza por PBS.

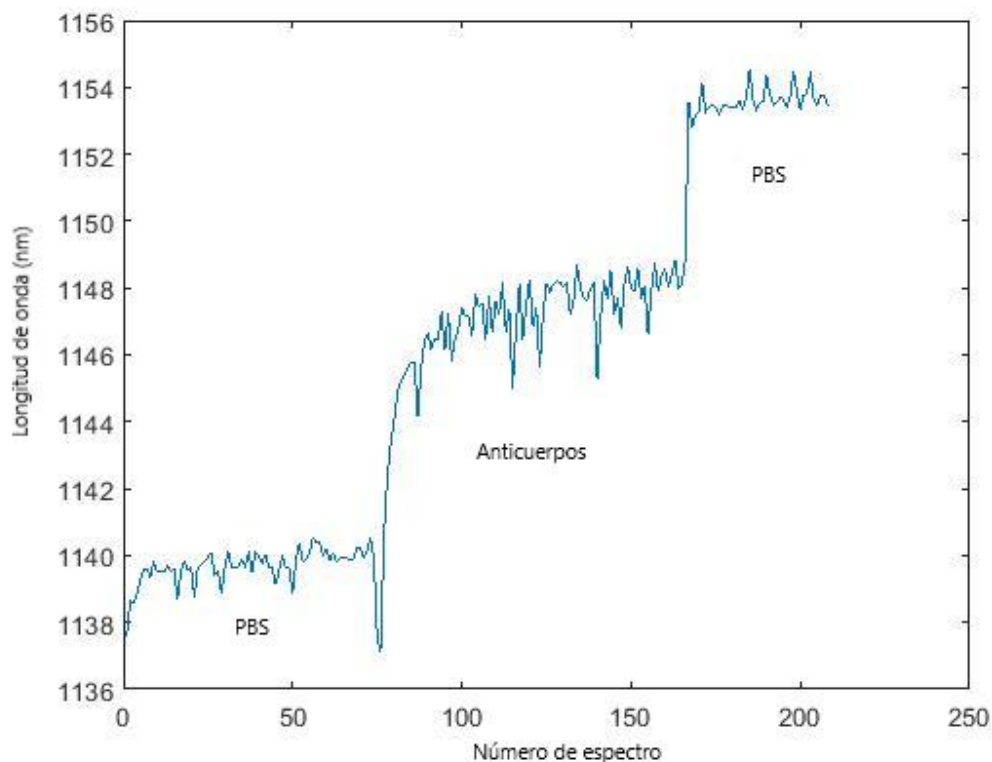


Figura 30. Estabilización de los anticuerpos sobre la estructura sensora

La comparación entre el nivel de PBS inicial y final refleja un cambio de posición de nuestro pico, por lo tanto se confirma que la estructura sensora se ha modificado durante la aplicación de los IgGs. La medición de concentraciones se realiza de forma consecutiva, ya que tanto el sensor como las muestras están compuestos por material biológico.

3.3.2 Medición de concentraciones

En este proceso de medición se intercalaran disoluciones de 1 ml de antígenos de distintas concentraciones con PBS. La concentración de antígenos aumentará con cada medición, los valores con los que se ha realizado esta prueba son de 0.1mg/L, 1mg/L, 10 mg/L, 50 mg/L, y 100 mg/L. El PBS permite realizar la prueba sin que las diferentes concentraciones



Desarrollo de sensores de fibra óptica

interaccionen entre sí. Además, midiendo la diferencia entre sus distintos niveles se obtiene el cambio producido en la estructura sensora que será analizado en los resultados.

En la figura 31 se observa el proceso completo de medición. En las zonas donde actúan los antígenos (AI) se aprecia la interacción entre estos y la parte sensora, será necesario mantener la reacción hasta que el conjunto se estabiliza. Después de esta reacción siempre se sumergirá el sensor en PBS puro para poder constatar el cambio en la estructura del sensor. El notable desplazamiento que se produce con los antígenos de concentración 50 mg/L se debe a la pérdida del pico de medición mostrada en la figura 32.

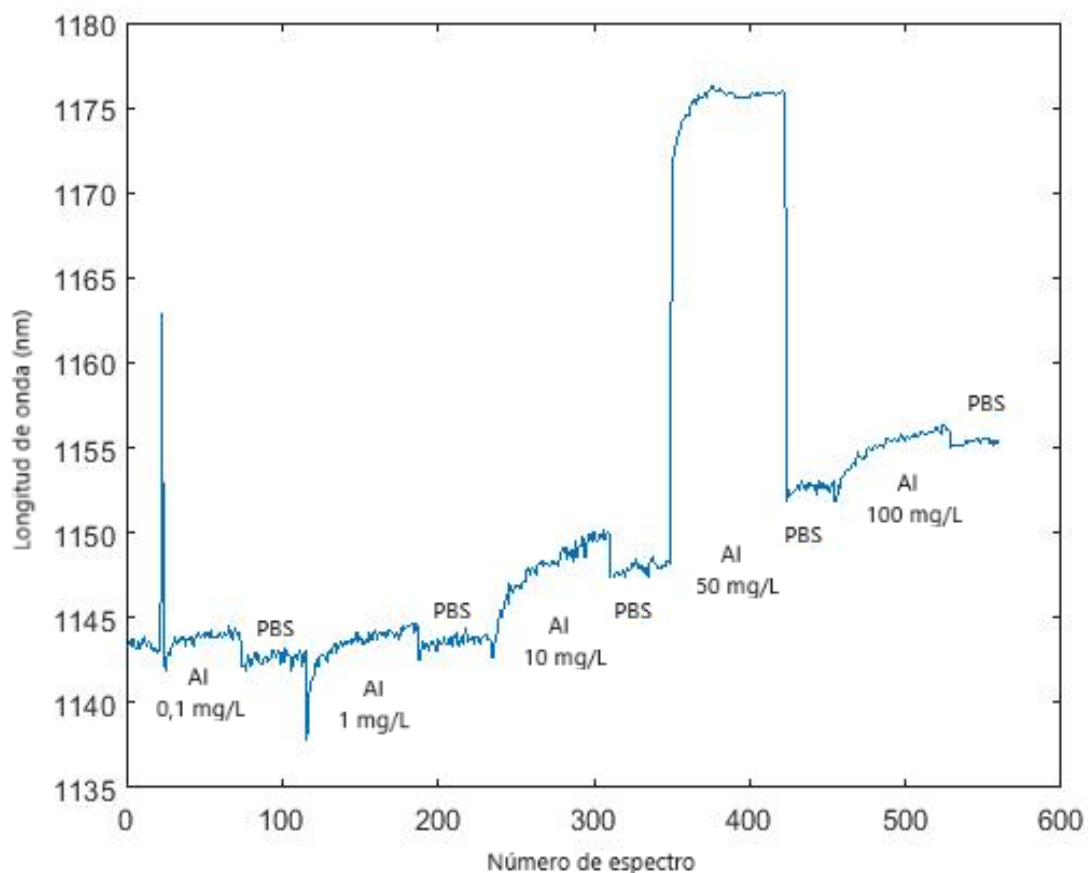


Figura 31. Evolución de la longitud de onda de la resonancia durante el proceso de medición

Las disoluciones a las que fue expuesta la zona sensora durante la medición pueden resumirse en:

- 1) PBS al finalizar la adición de los IgGs a la estructura sensora.
- 2) 1 ml de antígenos y PBS con una concentración de 0.1mg/L durante 30 minutos.
- 3) 1 ml de PBS durante 20 minutos.
- 4) 1 ml de antígenos y PBS con una concentración de 1 mg/L durante 30 minutos.
- 5) 1 ml de PBS durante 20 minutos.
- 6) 1 ml de antígenos y PBS con una concentración de 10 mg/L durante 40 minutos.
- 7) 1 ml de PBS durante 20 minutos.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

- 8) 1 ml de antígenos y PBS con una concentración de 50 mg/L durante 40 minutos.
- 9) 1 ml de PBS durante 20 minutos.
- 10) 1 ml de antígenos y PBS con una concentración de 100 mg/L durante 40 minutos.
- 11) 1 ml de PBS durante 20 minutos.

Conforme aumenta la concentración de la disolución de antígenos, el tiempo requerido para su estabilización también aumenta de forma progresiva. En esta prueba se aumentó el tiempo de estabilización en 10 minutos a partir de la una concentración mayor de 1 mg/L. En la figura 31 puede observarse que los primeros antígenos estabilizan de forma completa, mientras que a otras cantidades superiores esto no sucede. A pesar de que la estabilización no se produce de una forma total, si lo hace suficientemente para apreciar la tendencia de estabilización de la reacción. Además, la acción principal de los antígenos se produce en los momentos iniciales de la reacción.

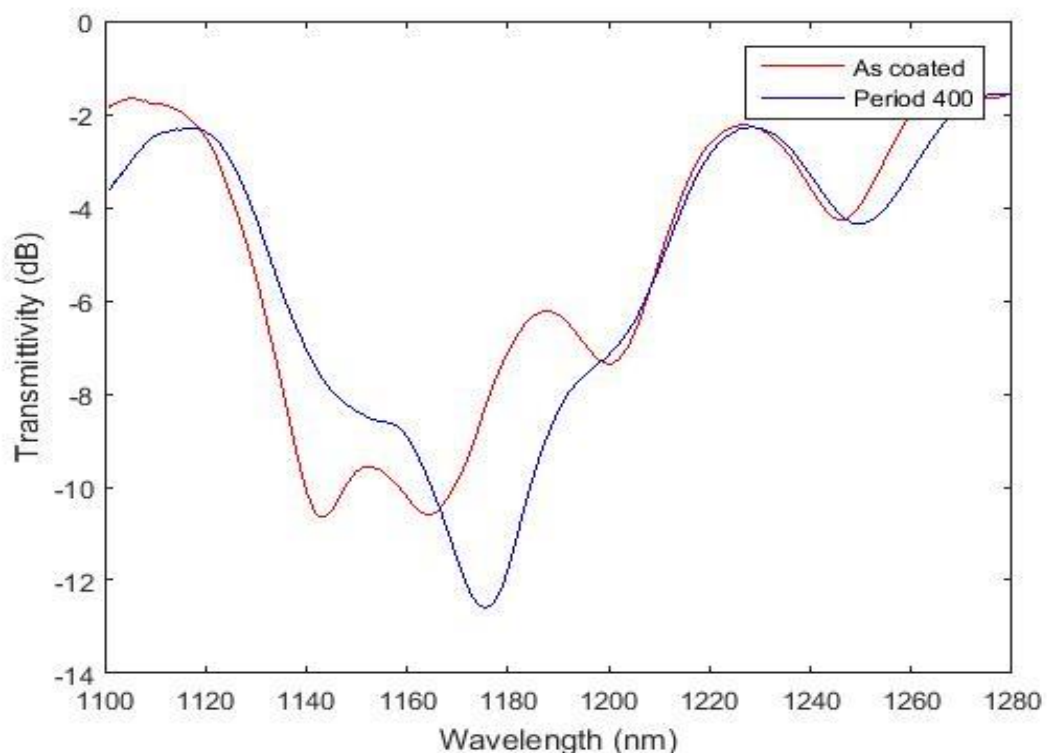


Figura 32. Diferencia de los espectros transmitidos a través del sensor de biomarcadores, se muestra la pérdida del pico de medición

En la figura 32 se muestra la notable deformación del espectro en la zona de medida. Será necesaria la búsqueda de un nuevo rango de longitud de onda que permita un ajuste del pico de medición. En la figura 31 el desplazamiento de la resonancia de medición con la concentración de antígenos de 50 mg/L se ajusta mediante la función de mínimos. La variación del espectro de medida no afecta al análisis de resultados, ya que se analizarán únicamente los datos referentes al PBS.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Los cambios abruptos entre muestras observados en la figura 31 son producidos al ejecutar el cambio de disolución, ya que la fibra queda expuesta al entorno. Este proceso de medición puede generar errores en la medición, aunque no lo suficientemente importantes para alterar de forma significativa los datos obtenidos como se comentó con anterioridad.

3.4 RESULTADOS

Gracias a los niveles de PBS es posible medir el desplazamiento de nuestro pico. Sí se representa la concentración en función de la longitud de onda media de cada nivel de PBS, se obtiene la gráfica que aparece en la figura 33.

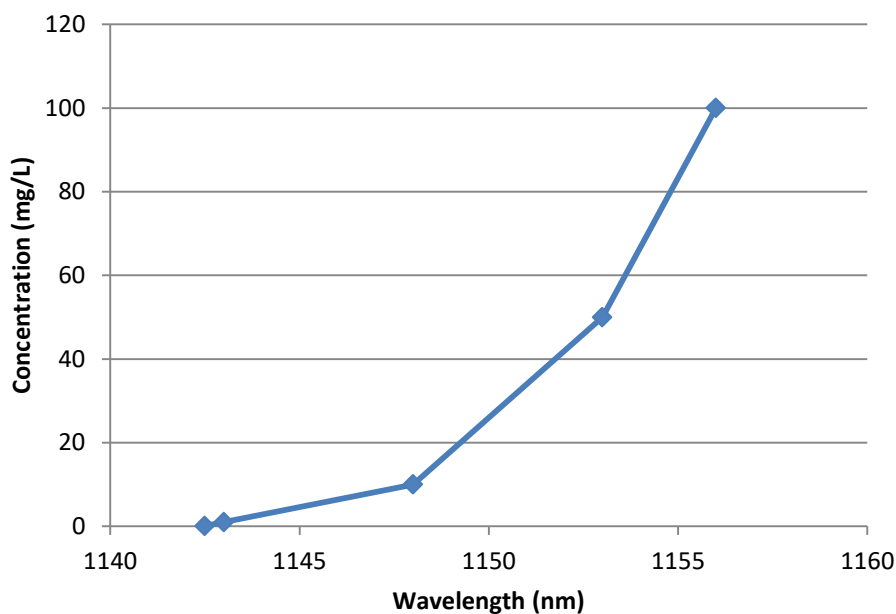


Figura 33. Concentración de la muestra en función de longitud de onda

En la figura 33 se observa la curva resultante de los distintos puntos obtenidos tras las concentraciones de antígenos. De esta manera es posible ajustar el sensor para obtener la concentración en función del desplazamiento de la resonancia en longitud de onda.

Otro aspecto importante es la saturación de la zona sensora. Para poder saturar el sensor sería necesario aumentar la concentración hasta que el pico de medición se mantuviese estable incluso aumentando la concentración. Puesto que en todos los casos la reacción se estabiliza siguiendo la misma función y que en la figura 33 no se aprecia ningún signo de saturación, se concluye que no se ha producido saturación. Conocer la concentración de saturación y la mínima concentración que es capaz de detectar permitiría definir el rango de acción del sensor.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

4. SENSOR DE MERCURIO

El mercurio (II) (Hg^{2+}) es uno de los iones de metal pesado más tóxicos, además de un contaminante no biodegradable. Ha sido demostrado que el Hg^{2+} puede penetrar fácilmente a través de la piel o por las vías respiratorias alterando la secuencia del ADN. Por lo tanto, el desarrollo de un método de detección del Hg^{2+} que sea rápido, sensible, barato y aplicable a un medio acuoso se ha convertido en una necesidad urgente.

Inicialmente la estructura superficial estaba compuesta por una primera capa de SnO_2 y otra superior de Au, en la cual se generaba una estructura periódica. Las primeras pruebas realizadas aportaron resultados muy dispares en comparación con los obtenidos en simulación. Uno de los mayores problemas reside en la potencia requerida para evaporar mediante el láser una zona de material, la potencia necesaria para retirar el SnO_2 es mayor que la necesaria para evaporar el Au, ya que el oro tiene un mayor índice de absorción. Por lo tanto el calentamiento de la capa inferior de SnO_2 provoca la evaporación de la capa superficial de Au adyacente. Debido a este comportamiento de los materiales en el proceso de fabricación de una red de difracción, se optó por generar una estructura basada en LMR en vez de con LPG.

La estructura de este sensor está formada mediante la generación de un taper con una cintura lineal de entre 20 – 40 μm de diámetro, sobre la que se deposita una capa de SnO_2 . En este sensor no se utiliza material biológicos, en su lugar se recubrirá la estructura sensora con una capa de oro. La concentración de Hg^{2+} diluida en citrato sódico ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$) que actúa como agente reductor, determina la cantidad de Hg que se aglomera y deposita sobre la capa de oro. Posteriormente se añaden los reactivos, hidroxilamina (NH_2OH) y ácido cloroáurico (HAuCl_4), que reaccionan generando nanopartículas de oro que se aglomeran y adhieren al mercurio previamente depositado. El cambio del espesor total de la nueva capa de oro provoca un cambio en el espectro transmitido.

4.1 PROCESO DE FABRICACIÓN

En primer lugar es necesario acondicionar la fibra antes de poder depositar el SnO_2 . Es necesaria la fabricación de un taper con una cintura de diámetro constante de entre 20 – 40 μm y una longitud total de 2 centímetros. Otro factor relevante es que el taper fabricado debe ser adiabático, por lo tanto su grosor debe ir aumentando de forma lineal y moderada, como se puede observar en la figura 34.

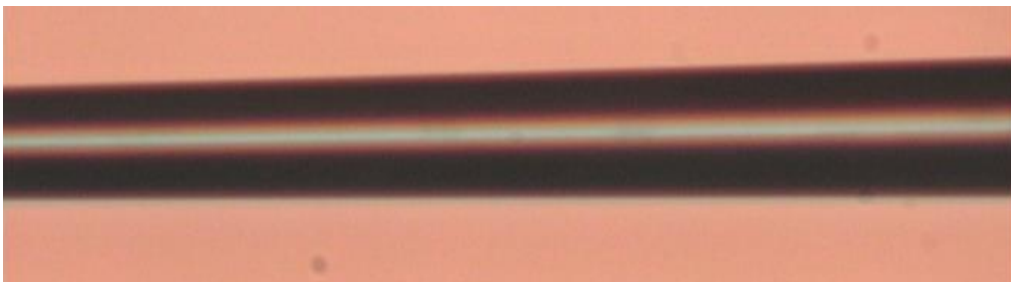


Figura 34. Zona lateral de un taper adiabático



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Para la fabricación del taper se fija un extremo de la fibra óptica a un soporte del laboratorio, como el que aparece en la figura 35. En el extremo opuesto se adhiere un peso de 2.3 g que genera una tensión en la fibra. Únicamente con este montaje no es posible fabricar el taper, antes es necesario calentar la zona a una temperatura próxima a los 1000 grados Celsius. Previamente se elimina el buffer de una zona de 3 centímetros, en la parte central de un trozo de fibra de un metro de longitud. Gracias al uso de un soplete como el mostrado en la figura 36, se calienta la zona del cladding sin dirigir la llama directamente a la fibra. La fibra necesita de varios segundos para alcanzar la temperatura a la cual empieza a deformarse. Debido a que el peso se coloca a unos pocos centímetros del suelo, la fibra no se estira hasta romperse si no que lo hace hasta obtener el diámetro esperado.



Figura 35. Soporte para la fijación de la fibra



Figura 36. Soplete

Para la generación de un taper con una cintura de diámetro constante es necesario que la llama oscile, ya que si no, el taper presentará una estructura similar al de la figura 5. Gracias al movimiento del soplete sobre la zona del taper se obtiene la zona lineal deseada como puede verse en la figura 37.



Figura 37. Zona de diámetro constante dentro del taper

El proceso de fabricación de un taper de forma manual dificulta que el sensor cumpla todas las especificaciones requeridas, aunque con este método de acondicionamiento se logra obtener una estructura que entra dentro del rango de tolerancias permitidas. Por lo tanto, se procede a la deposición de una capa de SnO_2 sobre la cintura del taper generado.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

4.2 DEPOSICIÓN DEL MATERIAL BASE

Para la fabricación de este sensor es necesaria la utilización del equipo de sputtering de la figura 10, con el cual se deposita una capa de SnO_2 sobre el taper. Sobre dicha capa se deposita otra capa de oro (Au) mediante el equipo de la figura 11. Gracias a las simulaciones y a las pruebas realizadas en el sensor de biomarcadores, es posible obtener una aproximación de los tiempos de deposición. Aun así, se optó por monitorizar ambos procesos de deposición.

Mediante el proceso de fabricación se obtiene un taper con una cintura de 20 μm de diámetro y una longitud de 2 cm. Sobre esta zona se deposita una primera capa de SnO_2 , esta primera deposición de material se realiza a una presión de 7×10^{-2} mbar, con una corriente por el target de 150mA y durante un tiempo de 95 segundos. Con las mismas condiciones de presión e intensidad se realiza una segunda deposición, pero en esta ocasión su duración es de 45 segundos.

Finalmente se añade la capa superficial de Au que completa la fabricación de esta estructura sensora. La adición de material se realiza a una presión de 6×10^{-2} mbar, con una corriente por el target de 75mA y durante un tiempo de 3 segundos. La fina capa de oro tiene la misión de permitir la adhesión del oro formado por los reactivos.

4.3 MEDICIÓN

La acción de los reactivos provoca la formación nanopartículas de oro (AuNPs), las cuales modifican el índice de refracción del material que genera el LMR en función de la concentración de mercurio previa. Por lo tanto cuanto mayor sean las concentraciones, mayor debería ser el desplazamiento de longitud de onda de nuestro pico. Gracias a este proceso se procede a medir distintas concentraciones de Hg, dichas concentraciones tienen un valor de 0,5 $\mu\text{g/L}$, 1 $\mu\text{g/L}$, 10 $\mu\text{g/L}$ y 100 $\mu\text{g/L}$.

El desarrollo de las mediciones se realiza en un entorno a temperatura constante, gracias al control de climatización de la sala. Un sensor de temperatura colocado en la zona de medición no indico variaciones superiores al medio grado Celsius. La disposición de la fibra puede apreciarse en la figura 22, en el cambio de muestra también se reemplaza el film donde se depositan las disoluciones a medir. La elección de este sistema para la medición provoca que la fibra quede expuesta al entorno durante el cambio de muestra, así que, se midieron dos muestras de agua desionizada con una exposición al entorno entre ambas, no se observó ningún desplazamiento en la longitud de onda de la resonancia. Por lo tanto, se llegó a la conclusión que el método de medición no afecta de forma relevante al comportamiento de este sensor.

Los equipos utilizados para el desarrollo de la medición son; el analizador de espectros ópticos y la fuente de luz. La toma de datos tiene lugar cada 45 segundos, tiempo suficiente para el seguimiento del comportamiento del sensor. Para la medición de esta prueba se utiliza agua destilada y desionizada con una resistividad de 18,2 $\Omega\cdot\text{cm}$, gracias al uso del equipo de la figura 19.

Los pasos realizados en la medición pueden observarse en la figura 38, los tiempos de medición, las concentraciones y el volumen total de cada muestra pueden resumirse en:



Desarrollo de sensores de fibra óptica

- 1) Agua de estabilización durante 20 minutos.
- 2) Disolución de Hg^{2+} en agua con una concentración de $0,5 \mu\text{g/L}$ durante 10 minutos.
- 3) $200 \mu\text{L}$ de citrato sódico 50 mmolar sobre la disolución anterior durante 10 minutos.
- 4) Reactivos: $500 \mu\text{L}$ de hidroxilamina 10 mmolar y $500 \mu\text{L}$ de ácido cloroáurico $0,2 \text{ mmolar}$. Duración de 10 minutos.
- 5) Agua de estabilización durante 20 minutos.
- 6) Disolución de Hg^{2+} en agua con una concentración de $1 \mu\text{g/L}$ durante 10 minutos.
- 7) $200 \mu\text{L}$ de citrato sódico 50 mmolar sobre la disolución anterior durante 10 minutos.
- 8) Reactivos: $500 \mu\text{L}$ de hidroxilamina 10 mmolar y $500 \mu\text{L}$ de ácido cloroáurico $0,2 \text{ mmolar}$. Duración de 10 minutos.
- 9) Agua de estabilización durante 20 minutos.
- 10) Disolución de Hg^{2+} en agua con una concentración de $10 \mu\text{g/L}$ durante 10 minutos.
- 11) $200 \mu\text{L}$ de citrato sódico 50 mmolar sobre la disolución anterior durante 10 minutos.
- 12) Reactivos: $500 \mu\text{L}$ de hidroxilamina 10 mmolar y $500 \mu\text{L}$ de ácido cloroáurico $0,2 \text{ mmolar}$. Duración de 10 minutos.
- 13) Disolución de Hg^{2+} en agua con una concentración de $100 \mu\text{g/L}$ durante 10 minutos.
- 14) $200 \mu\text{L}$ de citrato sódico 50 mmolar sobre la disolución anterior durante 10 minutos.
- 15) Reactivos: $500 \mu\text{L}$ de hidroxilamina 10 mmolar y $500 \mu\text{L}$ de ácido cloroáurico $0,2 \text{ mmolar}$. Duración de 10 minutos.
- 16) Agua final.

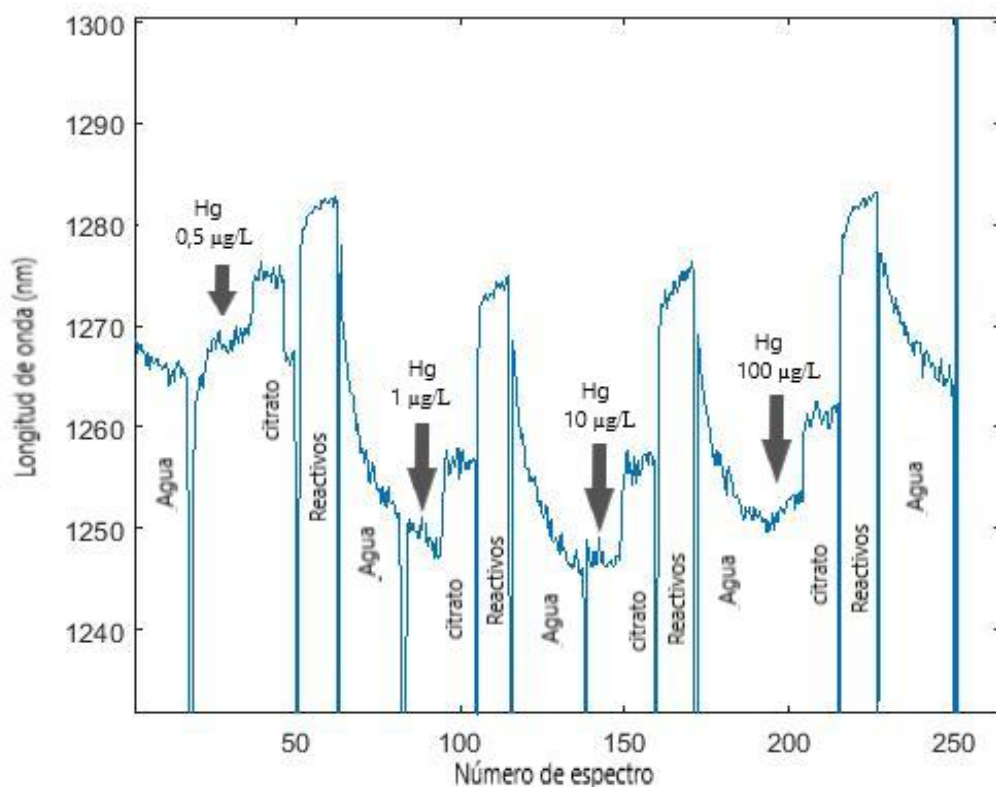


Figura 38. Variación de la longitud de onda de la resonancia durante la medición



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Mediante la medición de la longitud de onda a la que se encuentra el pico en los distintos niveles de agua, se observa el cambio producido en la estructura sensora. Los reactivos reaccionan entre sí generando nanopartículas de oro, que a su vez se aglomeran con el Hg adherido a la fibra. Por lo tanto, esta reacción consigue modificar el índice de refracción efectivo.

Durante la medición, el sensor no estabilizó en agua, por lo que se generó la deriva que puede apreciarse en la figura 38. Mientras el sensor está sumergido en agua, el pico se desplaza hacia longitudes de onda menores sin llegar nunca a estabilizarse. En las siguientes mediciones se intentará solucionar este efecto mediante el uso de aclarados entre muestras y sumergiendo el sensor en agua durante varias horas antes de comenzar la medición. Sin embargo, en esta medición se mantiene el tiempo de 20 minutos en agua para acotar la deriva. Los saltos en la gráfica se corresponden con los espectros tomados del sensor en aire al realizar el cambio de muestra.

4.4 RESULTADOS

En la figura 39 se observa claramente que los datos han sufrido interferencias, ya que para distintas concentraciones existe una única longitud de onda de la resonancia. Este comportamiento del sensor no es el esperado, tras el proceso de medición de una concentración siempre se adhieren partículas de oro a la capa superficial del sensor. Por lo tanto, el pico siempre debería de desplazarse en una dirección.

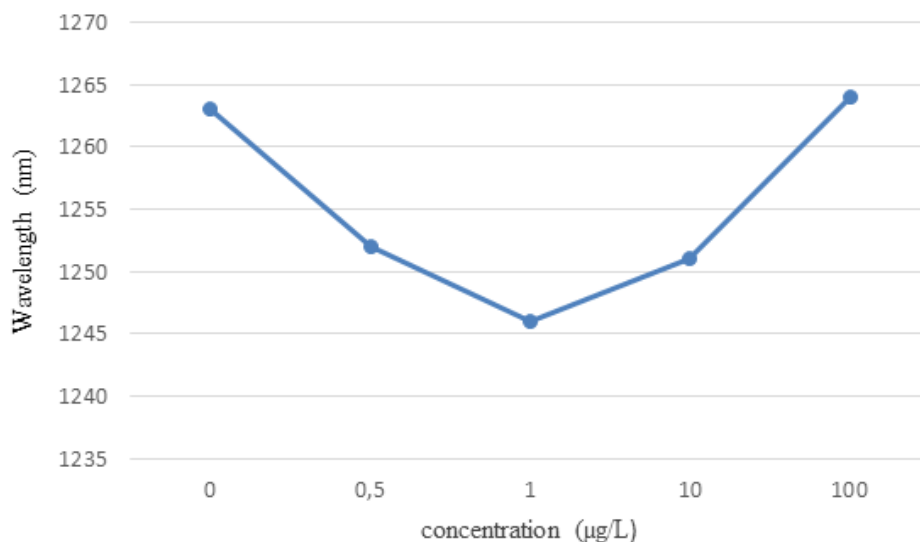


Figura 39. Longitud de onda del pico frente a la concentración

Como se observa en la figura 39, las diferentes concentraciones generan una misma posición para la resonancia. Este hecho no permite generar una curva donde la longitud de onda varía proporcionalmente con la concentración, así que se puede afirmar que el sensor ha realizado una prueba de medición errónea. Se cree que la causa de fallo en la medida es producida por la nula estabilización del sensor en agua, aunque existen otros factores como corrientes de aire o una modificación del entorno de medición.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Tras el análisis de los datos anteriores es evidente la necesidad de repetir la prueba. La segunda prueba de medición no se desarrolla de la misma manera que la prueba inicial. Después de un estudio sobre los posibles problemas, se modifican una serie de aspectos con respecto a la medición inicial:

- 1) Lavado de la estructura sensora antes de la adición de los reactivos, mediante este proceso se elimina el Hg que no se ha adherido a la fibra y que puede estar alterando la medición.
- 2) Lavado tras la acción de los reactivos para eliminar los restos que no han interactuado con el Hg. Esta medida pretende solucionar el problema ocasionado por la deriva en agua.
- 3) Los tiempos de cada muestra no están fijados, la duración está condicionada a la estabilización del sensor en la muestra.
- 4) Sumergir el sensor en agua durante varias horas antes de comenzar la medición, de esta forma se pretende eliminar la deriva en agua.

En la siguiente medición, como se aprecia en la figura 40, se consigue la estabilización del sensor en las muestras de agua, aunque el pico no sigue el comportamiento lineal deseado. La longitud de onda de los niveles de agua oscila respecto al nivel inicial, imposibilitando el análisis de las concentraciones en función de la longitud de onda.

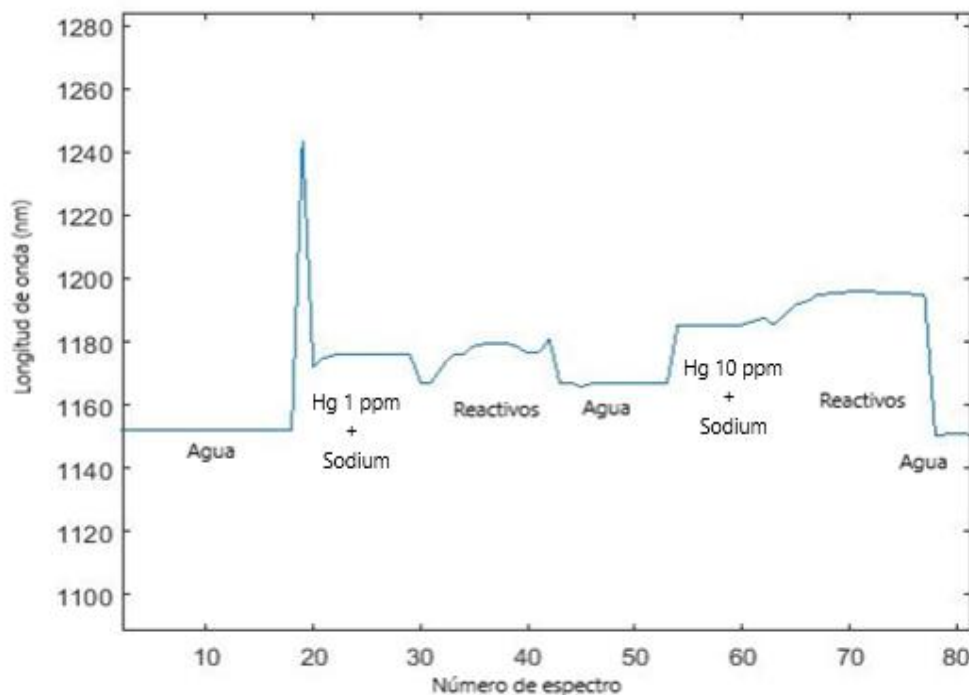


Figura 40. Segunda medición de mercurio

En los sensores de mercurio posteriores se modificaron algunos aspectos de fabricación; como la deposición de una capa menor de oro reduciendo la intensidad que circula por el target a 55mA o la evaporación de las capas de material depositado fuera de la zona central de la



Desarrollo de sensores de fibra óptica

estructura sensora. Estas modificaciones no solucionaron el problema de oscilación de los niveles de agua.

Tras la realización de varias pruebas de medición no se obtuvieron los resultados esperados, aunque se resolvieron problemas como la estabilización en agua. Existe la posibilidad de que los errores obtenidos pueden deberse a una reacción química que no se ha tenido en cuenta o la forma en la que se desarrolló el proceso de medición.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

5. CONCLUSIONES

En esta sección se comentará a modo de resumen los principales resultados obtenidos en este proyecto, obteniendo una visión general del trabajo realizado. En primer lugar se expondrán las conclusiones del sensor de biomarcadores:

- Se consiguió generar una red de difracción de periodo largo sobre fibra óptica mediante la ablación láser periódica de un nano-recubrimiento, depositado sobre una fibra atacada químicamente con ácido.
- La posición de la fibra dentro de la campana de la máquina de sputtering, la corriente que circula por el target y la presión del argón, determinan el espesor del recubrimiento, obteniéndose mayor repetitividad cuando el dispositivo se sitúa justamente debajo del target.
- El uso de una capa de SnO₂ en lugar de una combinación de capas de Au y SnO₂ acortó el tiempo de fabricación del sensor. Además, facilitó la generación de una LPG, ya que ambos materiales presentan un coeficiente de absorción dispar.
- Inscibir un *grating* de un periodo determinado para obtener la banda de atenuación en agua requiere de un ajuste preciso. La calibración del láser debe ser muy precisa, si no el valor del periodo no será el correcto o incluso no se eliminará material. Otro factor importante en la fabricación es la repetitividad del periodo, el alcance del láser no es uniforme en el plano perpendicular al haz de luz, imposibilitando la formación de un periodo uniforme. Esta es una de las razones por las que el pico de nuestro sensor presenta deformaciones.
- Los resultados obtenidos en la medición de antígenos se ajustan con los esperados. Cuanto mayor es la concentración, mayor es la longitud de onda en la que aparece la resonancia del sensor. Por lo tanto es posible ajustar una curva que determine la concentración de la muestra en función del desplazamiento del pico.
- Debido a la complejidad del proceso fabricación y al uso de equipos con las imprecisiones comentadas con anterioridad, la fabricación de sensores con una estructura similar queda muy limitada,

Como conclusión final se puede afirmar que se ha depositado el material sobre la fibra, se ha generado una LPG con dicho material y se han medido diferentes concentraciones de antígenos.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

El otro sensor desarrollado en este proyecto pretendía medir las distintas concentraciones de Hg en un medio acuoso. Las principales conclusiones que se han obtenido en este estudio son:

- Se ha observado que la fabricación de un taper de forma manual mediante el uso de un soplete y pesos no permite obtener una estructura de gran precisión. La repetitividad de un taper con las mismas dimensiones es inviable, aunque el amplio margen de fabricación permite el uso de esta técnica.
- En el sensor anterior, la necesidad de generar un periodo sobre el material depositado limitaba el uso de dos materiales distintos. En este caso no es necesario la generación de una LPG por ablación láser, siendo posible la deposición de una capa de SnO_2 y otra de Au. La capa de Au más exterior permite la adhesión de las partículas de Hg y la generación de nanopartículas de oro gracias a los reactivos.
- Tras distintas pruebas de medición no se obtuvieron los resultados esperados. El desplazamiento de la resonancia presentó una fuerte deriva inicial, imposibilitando la extrapolación de una gráfica final. Después del cambio de factores como el proceso de medición, las disoluciones y diferentes parámetros de la fibra, no se solventó el problema.

Finalmente se puede afirmar que el sensor de mercurio fabricado en este proyecto, presenta una estructura que permite medir distintas concentraciones de Hg pero presenta un comportamiento no esperado.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

6. LÍNEAS FUTURAS

A la vista del trabajo realizado durante el desarrollo de este proyecto se plantean diversas líneas posibles como continuación a las investigaciones realizadas.

- En ambos sensores sería necesaria una mejora de la técnica de fabricación mediante la automatización del proceso, ya que prácticamente todo el proceso se desarrolla de una forma manual. La rotura de muchos sensores durante dicho proceso aumenta el tiempo necesario de producción. La fabricación de tapers para el sensor de mercurio mediante taperadora llegaron una vez concluido este trabajo.
- Realizar un estudio más detallado sobre la técnica de deposición mediante sputtering, necesaria para lograr la fabricación de recubrimientos de una forma exacta y homogénea.
- Creación de un soporte capaz de desplazar la fibra longitudinalmente bajo el láser. De esta forma se aseguraría que la potencia del láser es siempre igual y que el periodo se genera con un tamaño constante.
- Estudio de sensores con nuevas estructuras como puede ser una LPG mediante ablación láser con capas de materiales distintos con Au, ITO, etc.
- Estudio de nuevos dispositivos capaces de medir humedad, pH, temperatura, etc. de una manera fiable y sin interferencias.
- Completar el estudio de la fibra polimérica GigaPOF-120SR de bajo índice de refracción. Tras el análisis realizado en este proyecto, únicamente es necesario la finalización de la taperadora para poder obtener la base de nuevas estructuras sensoras. Para ello, es necesario el cambio de la termorresistencia por una bobina térmica capaz de aumentar el valor de la temperatura.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

7. REFERENCIAS

1. Del Villar, I., Arregui, F. J., Zamarreño, C. R., Corres, J. M., Barriain, C., Goicoechea, J., ... & Urrutia, A. (2017). Optical sensors based on lossy-mode resonances. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 240, 174-185.
2. Koerdt, M., Kibben, S., Bendig, O., Chandrashekhar, S., Hesselbach, J., Brauner, C., ... & Kroll, L. (2016). Fabrication and characterization of Bragg gratings in perfluorinated polymer optical fibers and their embedding in composites. *Mechatronics*, 34, 137-146.
3. Gravina, R., Testa, G., & Bernini, R. (2009). Perfluorinated plastic optical fiber tapers for evanescent wave sensing. *Sensors*, 9(12), 10423-10433.
4. Del Villar, I. (2015). Ultrahigh-sensitivity sensors based on thin-film coated long period gratings with reduced diameter, in transition mode and near the dispersion turning point. *Optics express*, 23(7), 8389-8398.
5. Zhao, Y., Gui, L., & Chen, Z. (2017). Colorimetric detection of Hg²⁺ based on target-mediated growth of gold nanoparticles. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 241, 262-267.
6. Al-Fakih, E., Abu Osman, N. A., & Mahamd Adikan, F. R. (2012). The use of fiber Bragg grating sensors in biomechanics and rehabilitation applications: the state-of-the-art and ongoing research topics. *Sensors*, 12(10), 12890-12926.
7. F. Yang, J. R. Sambles, "Determination of the optical permittivity and thickness of absorbing films using long range modes" *J. Mod. Opt.* vol. 44, pp. 1155-1163, (1997).
8. D. Razansky, P. D. Einziger, D. R. Adam, "Broadband absorption spectroscopy via excitation of lossy resonance modes in thin films" *Phys. Rev. Lett.*, vol. 95, pp. 018101, (2005).
9. Hassan, M. R. A., Tamchek, N., Abas, A. F., Johar, R. M., & Adikan, F. M. (2011). Dual-phase sensing for early detection of prepreg structural failures via etched cladding Bragg grating. *Sensors and Actuators A: Physical*, 171(2), 126-130.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

8. PRESUPUESTO

Se calculará una estimación del presupuesto necesario para la realización de este Proyecto Fin de Carrera en el caso de formar parte de un proyecto de investigación realizado en una empresa.

8.1 COSTE DE PERSONAL

Se considera que el personal está compuesto por un ingeniero industrial trabajando a jornada completa y un asesor que dedica el 60% de su tiempo.

8.1.1 SALARIO BASE

Los salarios base del personal de este proyecto es:

Personal	Meses	Sueldo/mes (€)	Total (€)
Ingeniero Industrial	4	1700	6800
Responsable asesor	3	1500	4500
TOTAL			11300

8.1.2 CARGAS SOCIALES

Cargas sociales aplicables al personal implicado.

Concepto	Porcentaje (%)
Abono días festivo	10
Indemnización por despido	3
Seguros de accidente	5
Días de enfermedad	4
Gratificación extraordinaria	8
TOTAL	30

8.1.3 SALARIO EFECTIVO

Las cargas sociales deben añadirse al salario base total del personal. El salario efectivo es el coste total producido por los trabajadores.

Personal	Salario base (€)	Cargas sociales (€)	Salario total (€)
Ingeniero Industrial	6800	2040	8840
Responsable asesor	4500	1350	5850
TOTAL			14690



Desarrollo de sensores de fibra óptica

8.2 COSTE DE MATERIALES

Dentro del coste material del proyecto se consideran las sustancias químicas, el material de laboratorio, instrumentación o equipos y el material de oficina.

8.2.1 SUSTANCIAS QUIMICAS

El coste de las sustancias químicas es:

Sustancia	Cantidad	Precio unitario (€)	Importe (€)
Etanol 96% (1L)	1	8,13	8,13
Glycerol (1L)	1	137,6	137,6
Argón	1	185	185
Nitrógeno	1	154	154
Target ITO TK8907	1	704,7	704,7
Target SnO2 EJTSNOX402A4	1	543	543
Target Au TK8889	1	967,3	967,3
IgGs (100mL)	1	200	200
Anti_IgGs (100mL)	1	230,1	230,1
NaOH 10M (1L)	1	23,6	23,6
HCl 1M (1L)	1	31,3	31,3
Hg ²⁺ (250mL)	1	130,5	130,5
Hydroxilamina (NH ₂ OH) (100mL)	1	76,3	76,3
Citrato sódico (Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇) (100mL)	1	103,7	103,7
Ácido cloroáurico (HAuCl ₄) (100mL)	1	150,4	150,4
Cloroformo (1L)	1	45,9	45,9
Varios	1	100	100
TOTAL			3791,53

8.2.2 MATERIAL DE LABORATORIO

El coste del material de laboratorio es:

Objeto	Cantidad	Precio unitario (€)	Importe (€)
Jeringuillas (5mL)	50	0,12	6
Jeringuillas (10mL)	50	0,14	7
Jeringuillas (20mL)	50	0,21	10,5
Puntas de pipetas (10µL)	100	0,088	8,8
Puntas de pipetas (200µL)	100	0,093	9,3
Puntas de pipetas (1000µL)	100	0,098	9,8
Puntas de pipetas (2000µL)	100	0,104	10,4



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Portaobjetos de 25x75mm	100	0,25	25
Vasos de precipitados (80mL)	5	1,3	6,5
Vasos de precipitados (150mL)	5	2,7	13,5
Vasos de precipitados (250mL)	5	3,8	19
Frascos con tapón de rosca (250mL)	20	4,6	92
Parafilm	1	52	52
Fibra monomodo SMF G.652D (250m)	1	64	64
Fibra multimodo GigaPOF-62SR (50m)	1	126	126
Cable de conexión	2	4,18	8,36
Conector FC/FC hembra-hembra	2	9,17	18,34
Conector SMA hembra-hembra	4	14,45	57,8
Pegamento térmico	1	72,5	72,5
Pegamento vidrio	1	46,8	46,8
Varios	1	200	200
TOTAL			863,6

8.2.3 INSTRUMENTACION

Se ha considerado que el precio total de cada aparato se amortiza en un plazo de 2 años, por lo que el precio de alquiler semanal es el coste total del equipo entre 24.

Objeto	Cantidad	Precio unitario (€)	Alquiler mensual (€)	Meses de alquiler	Importe (€)
Horno cerámico	1	320,0	13,3	2	26,7
Máquina de agua ultrapura	1	6000,0	250,0	4	1000,0
Empalmadora de fibra óptica	1	3500,0	145,8	3	437,5
Cortadora de fibra óptica	1	2500,0	104,2	3	312,5
Fuente de luz	1	2400,0	100,0	3	300,0
PC	2	900,0	37,5	4	300,0
Sputter	2	15000,0	625,0	4	2500,0
OSA	1	7100,0	295,8	3	887,5
Varios	1	200,0	-	-	200,0
TOTAL					5964,2

8.2.4 MATERIAL DE OFICINA

El coste del material de oficina es:

Objeto	Cantidad	Precio unitario (€)	Importe (€)
Bolígrafo	3	0,8	2,4
Cuaderno	1	2,5	2,5
Rotulador	2	1,7	3,4



Desarrollo de sensores de fibra óptica

Celo	3	1,4	4,2
Varios	1	100	100
TOTAL			112,5

8.2.5 COSTE TOTAL DE MATERIALES

El importe total de los materiales utilizados para la ejecución de este proyecto es:

Concepto	Importe (€)
Sustancias químicas	3691,5
Material de laboratorio	863,6
Instrumentación	5964,2
Material de oficina	112,5
TOTAL	10631,8

8.3 RESUMEN

Los costes calculados en los apartados anteriores forman parte del Presupuesto General de Ejecución (PEM), sobre el que se aplican los gastos generales y el I.V.A.

Concepto	Importe (€)
Coste de personal	14690
Coste de material	10631,8
PRESUPUESTO DE EJECUCION MATERIAL (PEM)	25321,8
Gastos generales (16% PEM)	4051,5
PRESUPUESTO SIN I.V.A.	29373,3
I.V.A. (21%)	6168,4
TOTAL	35541,7



Desarrollo de sensores de fibra óptica

9. ANEXO

9.1 TAPERADORA

En el transcurso de este TFG se experimentó con diversos tipos de fibras. La fibra polimérica GigaPOF-120SR de bajo índice de refracción fue objeto de estudio. En primer lugar se fabricó un taper manual donde se reduce el cladding de 120 μm a 70 μm , en cuya superficie se deposita una capa de 30nm de SnO_2 . En la figura A1 se miden disoluciones con distintas concentraciones, por lo que presentan distintos índices de refracción. Se aprecia que cuanto mayor es el porcentaje de glicerina, mayor es el índice de refracción. La glicerina al 15% tiene un índice de refracción de 1,3566, mientras que la glicerina al 30% tiene un índice de 1,3789.

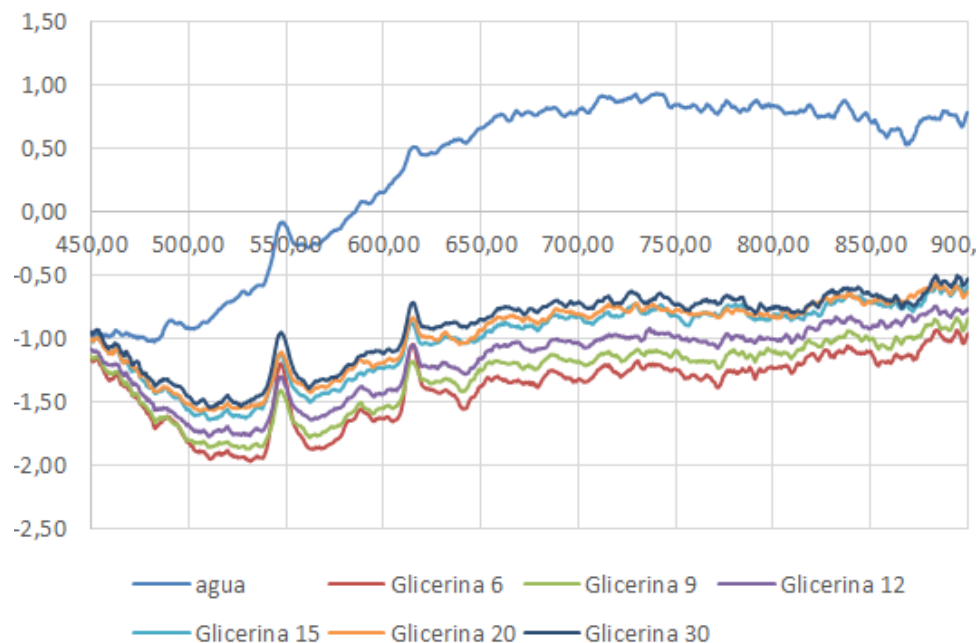


Figura A1 Medición del cambio en el índice de refracción

Las simulaciones realizadas mostraron la necesidad de reducir el taper a un diámetro entre 10 – 20 μm . Mediante el proceso de fabricación del taper de forma manual, no se obtuvieron diámetros inferiores a los 50 μm por lo que se optó por la fabricación de una máquina capaz de generar los tapers requeridos.

9.1.1 Funcionamiento de la tapeadora

El estiramiento de la fibra mientras se aplica calor a una zona determinada de la misma, permite la fabricación de un taper como se muestra en la figura 3. La taperadora funciona con ese mismo proceso pero permite el control de la distancia y la velocidad de estiramiento. El montaje de la taperadora puede apreciarse en la figura A2.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

El estiramiento de la fibra se realiza mediante dos motores paso a paso conectados a los dos extremos de la fibra donde cada revolución constituye un desplazamiento de 635 μm . De esta manera se genera la misma fuerza de tracción en ambos lados del taper, garantizando la simetría de la estructura. Para el control de los motores se utiliza una secuencia de pulsos que determinan la cantidad de movimiento del eje motor.

La generación de pulsos esta contralada por un Arduino que activa y desactiva un convertidor AC – DC. En el programa de Arduino se selecciona la distancia total de desplazamiento de los motores y la velocidad a la que tiene lugar el desplazamiento, debido a que cada 400 pulsos se completa una revolución de los motores.

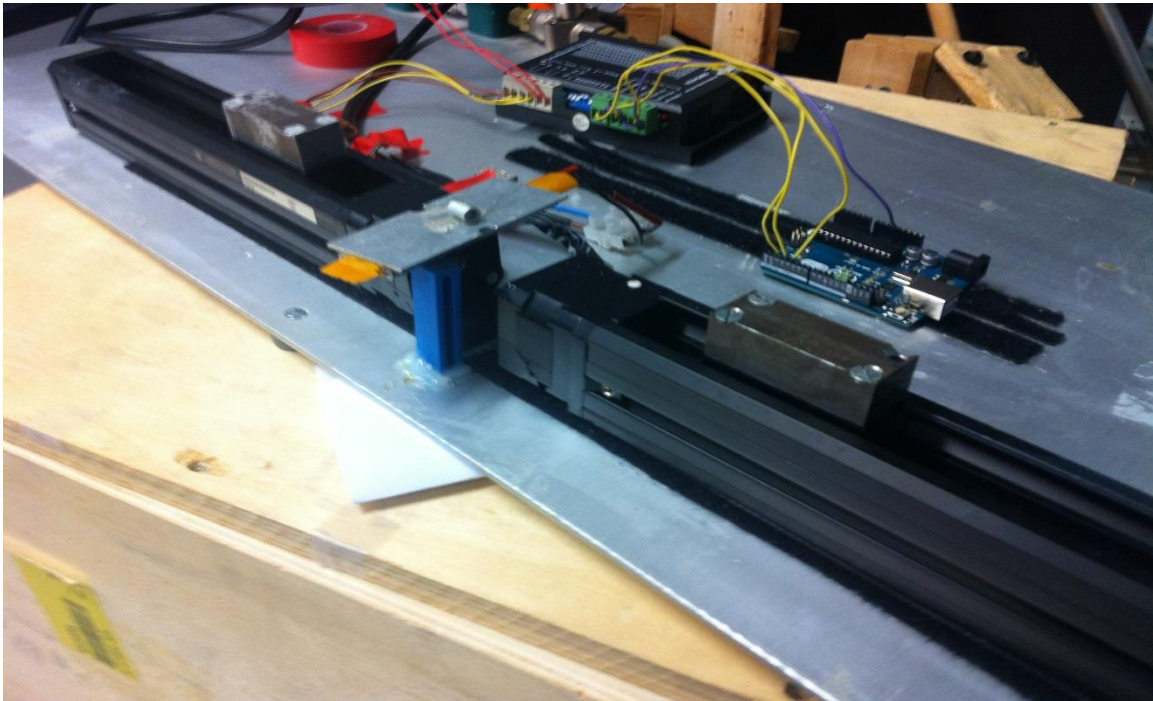


Figura A2 Montaje experimental de la taperadora

Para el calentamiento de la fibra se emplea una termorresistencia conectada directamente a la red. Para homogenizar el calor en la superficie de la fibra, se adhiere un tubo cilíndrico sobre la termorresistencia. A la zona de la fibra que se introduce en el tubo se le retira el buffer mediante la aplicación de cloroformo durante varios minutos. Mediante mediciones con un termopar se obtiene que la temperatura máxima dentro del tubo es de 102 $^{\circ}\text{C}$, inferior a los 108 $^{\circ}\text{C}$ necesarios para alcanzar la temperatura de vitrificación de la fibra.

El montaje del conjunto permite que la fibra este tensionada durante todo el proceso. Por lo tanto es posible mantener la fibra tensionada mientras se calienta la zona donde se va a realizar el taper.



Desarrollo de sensores de fibra óptica

9.1.2 Resultados

Tanto la velocidad como la distancia de estiramiento se han obtenido del artículo *Perfluorinated plastic optical fiber tapers for evanescent wave sensing. Sensors* citado en bibliografía. En la tabla 1 puede apreciarse la obtención de un taper con el mismo diámetro (Coloreado).

distancia (mm)	15	15	10	10	10	10	10
velocidad(mm/s)	0,02	0,05	0,02	0,02	0,5	0,4	0,1
rotura (mm)	no	no	no	si (0)	si	si	si
grosor min (um)	58	sigo	42	-	-	-	93

Tabla 1 Pruebas realizadas con la taperadora

Durante el desarrollo de las pruebas se obtuvieron resultados próximos a los del artículo pero nunca se alcanzó un taper con diámetro inferior a 40 μm , por lo que con este equipo no se fabricó ningún sensor en el desarrollo del proyecto.

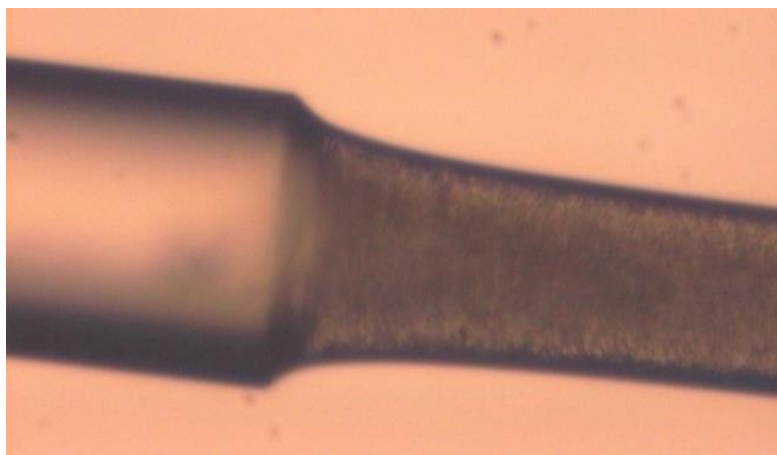


Figura A3 Efectos de la baja temperatura la fabricación del taper

Variando las velocidades y las distancias de estiramientos no se obtiene un proceso de fabricación constante, como puede observarse en la tabla 1. El factor más determinante es el tiempo de calentamiento de la fibra antes de proceder al estiramiento, como se aprecia en la figura A3, la falta de temperatura en la fibra al comenzar el movimiento de los motores genera una deformación abrupta del diámetro. El taper adiabático debe presentar una reducción de diámetro suave y lineal. Por lo tanto se necesitará una termorresistencia capaz de elevar la temperatura hasta los 110°C.

Se realizan una serie de pruebas con un horno cerámico que se calienta mediante la circulación de una corriente a través de un solenoide térmico. La temperatura alcanza el valor requerido pero no llegó a realizarse el montaje del conjunto.