



ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN

Titulación :

INGENIERO TÉCNICO DE TELECOMUNICACIÓN,
ESPECIALIDAD EN SONIDO E IMAGEN

Título del proyecto:

ESTUDIO DE LA RESONANCIA PRODUCIDA POR
RECUBRIMIENTOS DE OXIDO DE INDIO EN SENSORES
DE FIBRA OPTICA

Pedro Sánchez Zabal

Tutores: Carlos Ruiz Zamarreño

Ignacio Del Villar Fernández

Carlos Fernández Valdivieso

Pamplona, Febrero 2011

ÍNDICE

| | |
|---|----|
| 1) INTRODUCCION Y OBJETIVOS | 4 |
| 2) ANTECEDENTES | 7 |
| 2.1) SENSORES DE FIBRA ÓPTICA | 8 |
| 2.1.1) Sensores..... | 8 |
| 2.1.2) Sensores basados en fibra óptica..... | 9 |
| 2.2) RESONANCIAS ELECTROMAGNÉTICAS | 10 |
| 2.2.1) Resonancias generadas en fibras ópticas recubiertas..... | 11 |
| 2.2.2) LMR generadas por metales óxidos, ITO e In_2O_3 | 15 |
| 2.2.3). Modelo teórico del ITO y In_2O_3 | 15 |
| 2.3) MODELO DE PROPAGACION DE LA LUZ A TRAVES DE LA FIBRA OPTICA | 17 |
| 2.3.1) Modelo teórico para el núcleo de sílice..... | 19 |
| 2.3.2) Descripción del fenómeno de resonancia en fibra óptica..... | 20 |
| 2.4) TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN | 21 |
| 2.4.1) Sputtering..... | 21 |
| 2.4.2) Spray-pyrolysis..... | 22 |
| 2.4.3) Sol-Gel..... | 22 |
| 2.4.4) Spin-Coating..... | 23 |
| 2.4.5) Layer by Layer..... | 24 |
| 2.4.6) Electrospinning..... | 26 |
| 2.4.7) Dip-Coating..... | 27 |
| 3) METODO EXPERIMENTAL Y MATERIALES UTILIZADOS | 28 |
| 3.1) Procedimiento experimental..... | 29 |
| 3.2) Montajes experimentales..... | 30 |
| 3.2.1) Montaje en transmisión..... | 31 |
| 3.2.2) Montaje en transmisión con cámara climática..... | 32 |
| 3.2.3) Montaje en transmisión con cámara de gases y CEM..... | 32 |
| 3.3) Materiales utilizados..... | 33 |
| 3.3.1) Fuente de luz blanca..... | 33 |
| 3.3.2) Espectrómetros..... | 34 |
| 3.3.3) Cortadora automática de fibra..... | 34 |
| 3.3.4) Empalmadora automática de fibra..... | 35 |
| 3.3.5) Maquina de agua ultrapura..... | 36 |
| 3.3.6) Maquina de plasma..... | 36 |
| 3.3.7) Agitadores..... | 37 |
| 3.3.8) Horno de mufla..... | 37 |
| 3.3.9) Robot..... | 38 |
| 3.3.11) Conectores..... | 38 |
| 3.3.12) Cámara climática..... | 39 |
| 3.3.13) CEM..... | 39 |

| | |
|---|-----------|
| 3.3.14) Sistemas de protección pasivos | 39 |
| 3.3.15) Microscopio de fuerza atómica (Veeco Innova) | 40 |
| 3.3.16) Microscopio electrónico de barrido..... | 40 |
| 3.4) 1ª Deposición..... | 41 |
| 4) DESARROLLO CRONOLOGICO DE LA INVESTIGACION | 43 |
| 4.1) Estudio de capas | 44 |
| 4.2) Estudio de la resistencia de los recubrimientos sobre portas | 51 |
| 4.3) Estudio de la molaridad de la disolución | 53 |
| 4.4) Estudio de la influencia de la velocidad de retirada en la deposición..... | 56 |
| 4.5) Estudio de la influencia de la concentración de surfactante en la fabricación de los recubrimientos..... | 58 |
| 4.6) Estudio sobre espesores gruesos..... | 59 |
| 5) COMPARACION ENTRE In₂O₃ e ITO | 63 |
| 6) APLICACIONES | 68 |
| 6.1) Cámara climática..... | 69 |
| 6.1.1) Sensibilidad a la Humedad Relativa..... | 69 |
| 6.1.2) Sensibilidad a la Temperatura | 71 |
| 6.2) Sensibilidad a gases y compuestos orgánicos (VOCs) volátiles | 73 |
| 6.2.1) CEM | 73 |
| 6.2.1.1) Sensibilidad al Amoniacó..... | 73 |
| 6.2.1.2) Sensibilidad al CO ₂ | 74 |
| 6.2.2) Sensibilidad a diferentes VOCs..... | 75 |
| 7) CONCLUSIONES FINALES | 77 |
| 8) LINEAS FUTURAS | 80 |
| BIBLIOGRAFIA | 82 |
| PRESUPUESTO | 86 |
| ANEXO 1 | 92 |
| ANEXO 2 | 97 |
| A.2.1) Publicaciones en Revistas Internacionales | 98 |
| A.2.2) Contribuciones en Congresos Internacionales..... | 98 |

1) INTRODUCCION Y OBJETIVOS

Se va a realizar una breve explicación del proyecto y sus partes, que serán descritas en los próximos apartados resaltando los objetivos perseguidos en cada caso.

Este proyecto surge como continuación de trabajos previos realizados en el Laboratorio de Sensores del departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica de la Universidad Pública de Navarra. En este laboratorio se han desarrollado variedad de investigaciones de sensores de fibra óptica. Concretamente con materiales conductores se ha trabajado recientemente depositando ITO, lo cual ha dado lugar a varias publicaciones. Con motivo de este proyecto fin de carrera surgió la idea de encontrar un material alternativo al ITO y aplicarlo para la fabricación de sensores.

El contenido del proyecto se divide en cuatro bloques principales que han determinado el orden cronológico a seguir. Estos bloques son: documentación, deposición, optimización del sensor y aplicaciones prácticas del sensor.

En la fase de Documentación se realizó una investigación basada en una serie de puntos que previamente se definieron en el comienzo del proyecto. Por ello, los parámetros utilizados en la búsqueda fueron los siguientes:

- Óxidos metálicos (In_2O_3)
- Técnicas de deposición (sol-gel, dip-coating)
- Resonancia electromagnética (LMR)

Así las palabras clave de búsqueda de información fueron: In_2O_3 (*Indium oxide*), Sol-gel y Dip-coating.

Una vez acabada la fase de documentación se procedió a elegir los parámetros adecuados para la deposición del Oxido de Indio en la fibra. Para ello fue necesario el aprendizaje de unos procedimientos sencillos pero importantes debido a la fragilidad de la fibra óptica.

Una vez conseguido depositar Oxido de Indio en la fibra óptica el siguiente paso era optimizar el proceso de deposición para conseguir el grosor y uniformidad de capa deseados para el sensor. Para ello se jugó con los parámetros de molaridad de la disolución, velocidad de retirada del sustrato y algunos más que serán detallados más adelante.

Finalmente se quiso dar un enfoque práctico al sensor, comprobando la respuesta del mismo frente a varios parámetros como son la temperatura, la humedad, o los gases (hasta el momento solo se había visto la influencia del espesor de la capa depositada).

2) ANTECEDENTES

En este apartado se comentarán los antecedentes teóricos de la investigación divididos en cuatro apartados. Primero se realizará un repaso sobre el elemento que servirá de base para todo el proyecto, la fibra óptica. La segunda y tercera parte explicará el fenómeno de las resonancias que se producen en la fibra y los modelos teóricos utilizados en el proyecto. A continuación se expondrán distintos de métodos de deposición para acabar explicando el que se utilizara a lo largo del proyecto.

2.1) SENSORES DE FIBRA ÓPTICA

En primer lugar se va a realizar una introducción general a los sensores, para más tarde centrarse en los sensores basados en fibra óptica de manera particular. Se tratará solo de mostrar unas pequeñas nociones para comprender lo que se verá más adelante.

2.1.1) Sensores

Un sensor es un dispositivo capaz de medir magnitudes físicas o químicas, y transformarlas en otras variables que se puedan medir o manipular. Las variables que generalmente se suelen medir pueden ser por ejemplo: temperatura, intensidad lumínica, distancia, aceleración, inclinación, desplazamiento, presión, fuerza, torsión, humedad, pH, etc.

En otras palabras el objetivo de un sensor es aprovechar una de sus propiedades con el fin caracterizar la magnitud que se mide y transformarla en otra magnitud, normalmente eléctrica.

Los sensores generalmente están integrados dentro de sistemas de medida que se componen del elemento sensor que genera o modifica una señal, un canal de comunicación que transporta dicha señal y un sistema comúnmente “electrónico” que la transforma y procesa para obtener una información sobre la magnitud que se desee medir.

2.1.2) Sensores basados en fibra óptica

La fibra óptica es un medio de transmisión empleado habitualmente en redes de datos. Se trata de un hilo muy fino de material transparente, vidrio o materiales plásticos, por el que se envían pulsos de luz que representan los datos a transmitir. El haz de luz queda completamente confinado y se propaga por el núcleo de la fibra óptica con un ángulo de reflexión por encima del ángulo límite de reflexión total, siguiendo de la ley de Snell [1]. La fuente de luz puede ser láser o LED (Figura 2.1).

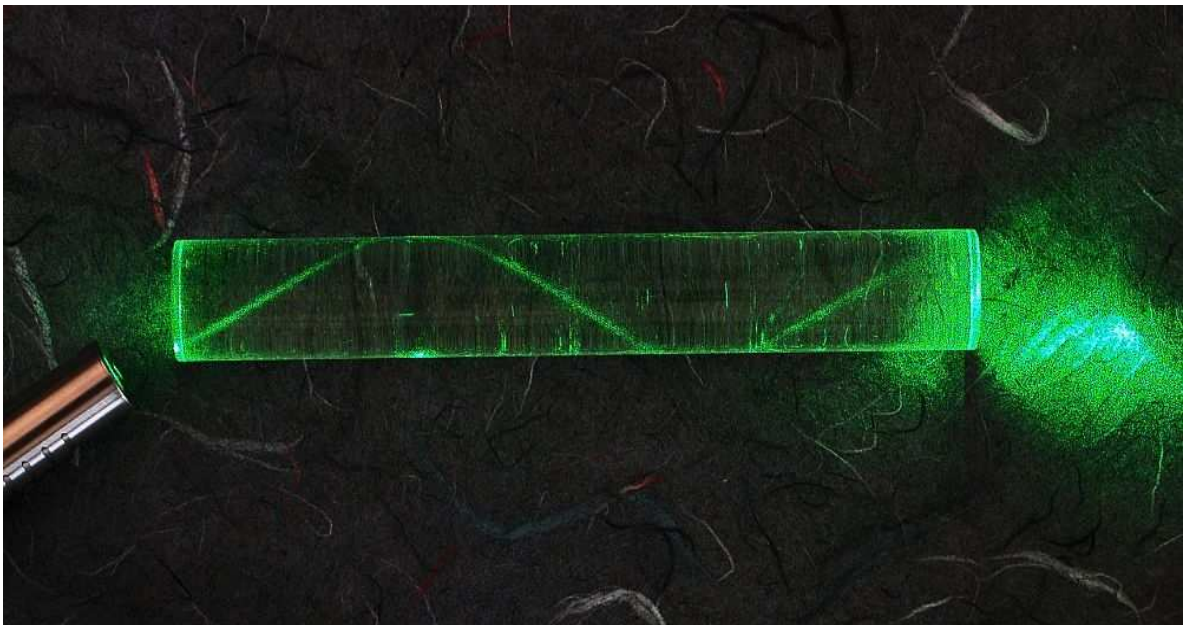


Figura 2.1 Fenómeno de transmisión de la luz por un núcleo de sílice.

Las fibras ópticas también se pueden utilizar como sensores para medir la tensión, la temperatura, la presión y otros parámetros. Como consecuencia se han desarrollado sensores basados en fibra óptica para la detección de gases, penicilina, disolventes orgánicos, temperatura, presión, medidores de pH, etc.

Los sensores ópticos, presentan importantes ventajas con respecto a los sensores tradicionales en varios aspectos:

- No sufre interferencias electromagnéticas.

- Permite monitorización remota en lugares poco accesibles físicamente.
- Se utiliza para conformar redes espaciales de sensores para el control de parámetros en grandes superficies.
- Resiste altas temperaturas (debido al elevado punto de fusión de la fibra).
- Se puede multiplexar (varios sensores basados en fibra óptica pueden compartir la misma fuente y detector, disminuyendo el coste)
- Su pequeño tamaño permite su utilización en aplicaciones biomédicas.
- No transporta señales eléctricas, por lo que es adecuado para ambientes peligrosos

Los sensores de fibra óptica se basan generalmente en un esquema formado por una fuente de luz conectada a la fibra óptica, a través de la cual se propaga la energía hasta a otro punto en el que se mide la potencia óptica recibida. En algún punto de la transmisión, el parámetro a medir interactúa con el elemento sensor, produciéndose una modulación o cambio de algún parámetro de la luz, lo que da lugar a un cambio en la señal óptica recibida. A continuación, analizando la señal recibida se puede determinar el parámetro concreto que ha interactuado con el sensor.

2.2) RESONANCIAS ELECTROMAGNÉTICAS

En este apartado se va a explicar de forma teórica la formación de resonancias producidas en la transmisión de luz a través de fibra óptica, las condiciones para la aparición de estas y sus propiedades.

2.2.1) Resonancias generadas en fibras ópticas recubiertas.

La utilización de recubrimientos ultrafinos con parte imaginaria del índice de refracción no nula sobre guías ópticas introduce pérdidas en la propagación de la luz en determinados rangos de longitud de onda [2]. Dependiendo de las propiedades dieléctricas del material que forma el recubrimiento se pueden distinguir tres casos diferenciados [3]. El primer caso 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 (la guía óptica y el medio externo en contacto con el recubrimiento). En este caso, se produce el acoplamiento entre la luz que se propaga por el interior de la guía y un plasmón superficial o *surface plasmon* (SP), también denominado *surface plasmon polariton* (SPP) [4-5]. Este fenómeno dará lugar a la resonancia originada por plasmones superficiales o *Surface Plasmon Resonance* (SPR). El segundo caso 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. Algunos autores consideran estos modos como modos guiados de largo alcance (*long-range guided modes*) [3], mientras que otros los denominan como modos con pérdidas [2,6]. En este trabajo se denominarán “modos con pérdidas” o *lossy modes* (LM) para diferenciarlos del resto de modos guiados y serán los que den lugar al segundo tipo de resonancia (*Lossy Mode Resonance* o LMR). El tercer caso ocurre cuando la parte real de la permitividad del material que forma el recubrimiento está cerca de cero y el valor absoluto de su parte imaginaria es elevado [3]. Este último caso es conocido como *long-range surface exciton polariton* (LRSEP).

Así, si se relaciona la permitividad de un material (ϵ) con su índice de refracción complejo ($N=n+jk$) según la expresión 2.1 se pueden establecer las condiciones en cuanto al índice de refracción del recubrimiento para que ocurran cada uno de los fenómenos de resonancia descritos anteriormente.

$$\epsilon = \epsilon' + j\epsilon'' = N^2 = (n + jk)^2 = n^2 - k^2 + j2nk \quad (2.1)$$

De donde se extrae que:

$$\begin{aligned} \epsilon' &= n^2 - k^2 \\ \epsilon'' &= 2nk \end{aligned} \tag{2.2}$$

Partiendo de un dispositivo como el que se representa en la Figura 2.2 y atendiendo a las condiciones que se deben cumplir para cada uno de los casos de resonancia (SPR y LMR) se obtienen las relaciones correspondientes entre n y k .

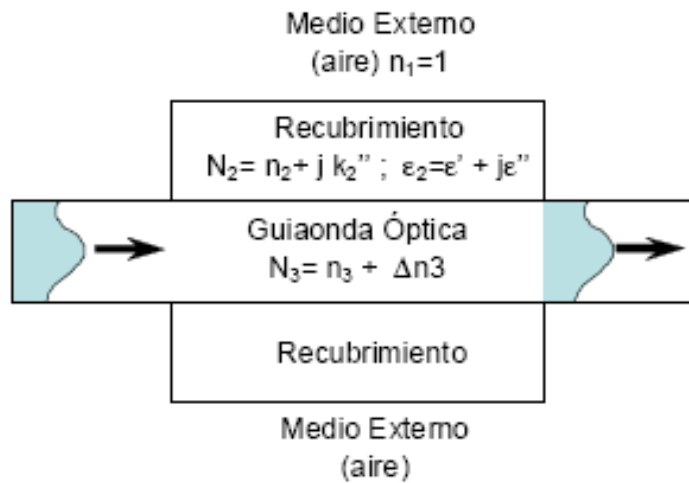


Figura 2.2 Representación esquemática de una guiaonda óptica recubierta por un material.[7]

Así, considerando el caso particular en el que $E_2' > 0$, $E_2' > E_2''$ y $E_2' > E_3'$ que corresponde al caso con el que se trabajará en este capítulo y desarrollando la expresión 2.2 se deberán cumplir las condiciones que se enumeran en la Tabla 2.1 para cada uno de los casos.

Tabla 2.1 Fenómenos de resonancia originados en guías de ondas recubiertas por materiales de espesor fino con $n_2 > 0$ y $k_2 < 0$. [7]

| Resonancia | Permitividad | Índice de Refracción |
|---|---|---|
| Surface Plasmon Resonance SPR | $E_2' < 0,$ $E_2' > E_2'' \quad E_2' > E_3'$ | $ n_2 < k_2 $ $n_2(1-\sqrt{2})k_2$ |
| Lossy Mode Resonance LMR | $E_2' > 0,$ $E_2' > E_2'' \quad E_2' > E_3'$ | $ n_2 > k_2 $ |
| Long-Range Surface Excitation Polariton LRSEP | $E_2' \approx 0,$ $E_2'' \uparrow \uparrow$ | $ n_2 \approx k_2 $ $2n \cdot k \uparrow \uparrow$ |

Si se representa la parte real del índice de refracción del recubrimiento (n_2) a lo largo de una recta, se pueden obtener los valores para los que se producirá cada uno de los fenómenos en función del valor de su parte imaginaria k_2 según se muestra en la figura 2.3.

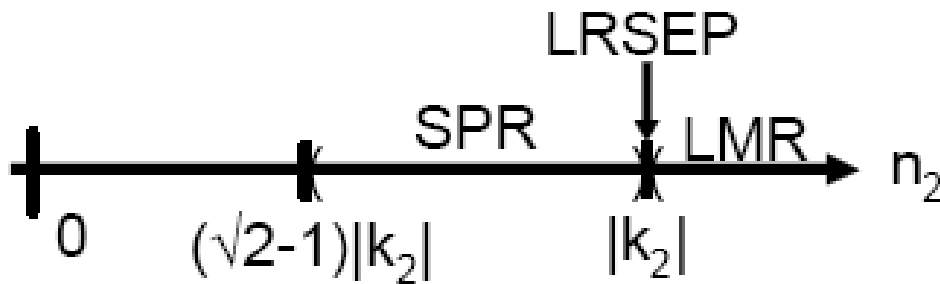


Figura 2.3 Fenómenos de resonancia en función de las partes real e imaginaria del índice de refracción del recubrimiento. [7]

Durante los últimos años, se han originado cientos de publicaciones en torno al fenómeno SPR [8], mientras que el número de publicaciones dedicadas a LMR ha sido muy bajo. De hecho, la mayoría de las publicaciones sobre LMR corresponden a estudios teóricos sin llegar a ocuparse de la utilidad práctica de este fenómeno para el desarrollo de aplicaciones [2,3,6,8]. Una posible razón de ello sería que la selección del

material adecuado para el recubrimiento es un tanto crítica. Algunos estudios teóricos se han ocupado de la propagación de la luz a través de guíasondas recubiertas de material semiconductor [8-9] cuyas propiedades son adecuadas para la generación de LMR. Además, se ha comprobado que para espesores específicos de los recubrimientos se producen máximos de atenuación en la propagación de la luz a través de la guíaonda [8]. Este comportamiento se atribuye al acoplamiento producido entre un modo que se guía por la guíaonda y un modo con pérdidas (LM) en el recubrimiento.

Para que se produzca este acoplamiento de forma eficiente deben de ocurrir dos condiciones: la existencia de un solapamiento considerable entre ambos modos de propagación y que se satisfaga de manera suficiente la condición de coincidencia de fase (es decir, que las partes reales del vector de propagación de ambos modos coincidan) [6]. Ambas condiciones ocurren cuando los modos que se propagan por la guía onda se encuentran cercanos a la condición de corte. La condición de corte marca el punto a partir del que un modo pasa a ser guiado en el recubrimiento y se controla fundamentalmente a través de dos variables: la longitud de onda de la luz que se propaga por la guía onda y la anchura del recubrimiento. Dado que este fenómeno ocurre cuando los modos con pérdidas se hallan cerca de la condición de corte, se establece que existe un valor de espesor que origina máximos de atenuación [8].

Si, por ejemplo, la longitud de onda se mantiene fija hay una anchura a partir de la cual se guía un modo en el recubrimiento. Por tanto para anchuras cercanas a este valor se puede decir que los modos se encuentran cercanos a la condición de corte y se produce un transvase de energía entre la guía onda y el recubrimiento que provoca la aparición de la resonancia. De esta manera, cuando se incrementa el espesor del recubrimiento, algunos modos guiados a través de la guíaonda óptica pasan a ser guiados a través del recubrimiento originando una redistribución o reconversión modal.

Estudios previos se han centrado en la variación de espesor [23]. Sin embargo, para un espesor de recubrimiento fijo se observará resonancia electromagnética en aquellas longitudes de onda donde exista un modo cercano a la zona de corte en la cubierta. Es por ello que el término correcto para designar este fenómeno sería resonancias cercanas a la zona de corte originadas en los modos con pérdidas pero por

simplicidad se denominarán como resonancias asociadas a los modos con pérdidas o Lossy Mode Resonance (LMR), similar al término usado en [2].

2.2.2) LMR generadas por metales óxidos, ITO e In_2O_3 .

Anteriormente en el laboratorio, se han desarrollado diferentes tipos de sensores como son los de temperatura, humedad, glucosa, etc., todos ellos tomando como material el ITO, basándose en las LMR.

Este trabajo se centrará en la utilización del Oxido de Indio como un material alternativo al ITO que también cumple las condiciones para la generación de LMR. La elección del Oxido de Indio se debe a varias razones. La principal de ellas se basa en su pertenencia a la familia de los óxidos conductores transparentes al igual que el ITO, los cuales han supuesto un antes y un después en muchas disciplinas científicas en las últimas décadas gracias a sus propiedades de conductividad y transparencia características.

Además se quería observar los efectos que producía la ausencia de estaño en la generación de las resonancias LMR.

2.2.3). Modelo teórico del ITO y In_2O_3

Las propiedades del material a depositar pueden variar enormemente dependiendo de la técnica utilizada para la deposición, ya sea sobre fibra óptica o sobre cualquier otro sustrato [10, 11-13]. El modelo con mayor aceptación para la modelización del ITO es el modelo de Drude presentado en la expresión 2.3 [11-13].

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\frac{\omega}{\tau}} \quad (2.3)$$

donde ε_{∞} es la constante dieléctrica de alta frecuencia, τ es el tiempo de scattering electrónico y ω_p es la frecuencia de plasma.

De esta manera se han estimado los siguientes parámetros para el modelo de ITO utilizado: $\epsilon_{\infty} = 3,5$, $\tau = 6,58 \times 10^{-15}$ s/rad y $\omega_p = 1.533 \times 10^{15}$ rad/s.

Sin embargo la modelización del Oxido de Indio posee una expresión mas compleja en la que se necesita un oscilador adicional presentado en la expresión 2.4.

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_{\infty} - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i \frac{\omega}{\tau}} + \frac{s_0 \omega_0^2}{\omega_0^2 + \omega^2 + i \gamma \omega} \quad (2.4)$$

donde s_0 es la amplitud del oscilador, ω_0 es la frecuencia del oscilador y γ es la constante de amortiguamiento.

Los parámetros usados para realizar el modelos son: $\epsilon_{\infty} = 3.5$, $\tau = 1.014 \times 10^{-14}$ s/rad, $\omega_p = 1.02 \times 10^{15}$ rad/s, $s_0 = 0.7$, $\omega_0 = 7.29 \times 10^{15}$ rad/s y $\gamma = 7.08 \times 10^{14}$ rad/s

De acuerdo con los parámetros anteriores, se obtienen en la figura 2.4 las curvas con valores de índice de refracción y coeficiente de extinción similares a los obtenidos en [12].

En la figura 2.4 se observan los modelos teóricos que representan las propiedades ópticas tanto del ITO como del Oxido de Indio utilizado en este trabajo.

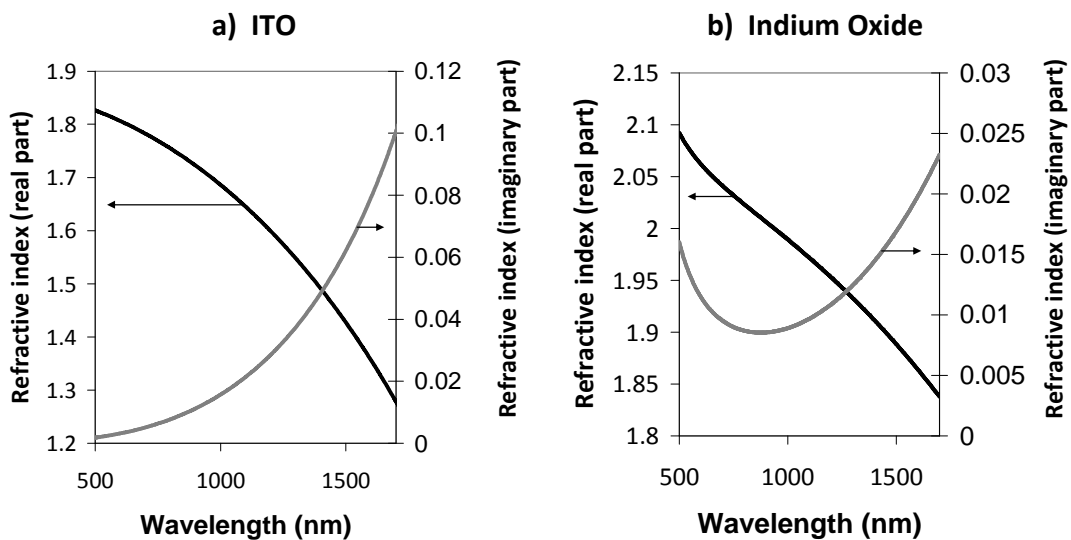


Figura 2.4 Índice de refracción complejo del modelo utilizado de ITO y In2O3.[13]

2.3) MODELO DE PROPAGACION DE LA LUZ A TRAVES DE LA FIBRA OPTICA

La propagación de la luz a través de una fibra óptica recubierta por una capa metálica ha sido estudiada en varios trabajos previos [4,5,14-18]. El esquema óptico utilizado consiste en un esquema típico en transmisión, el cual aparece representado esquemáticamente en la figura 2.5.a.

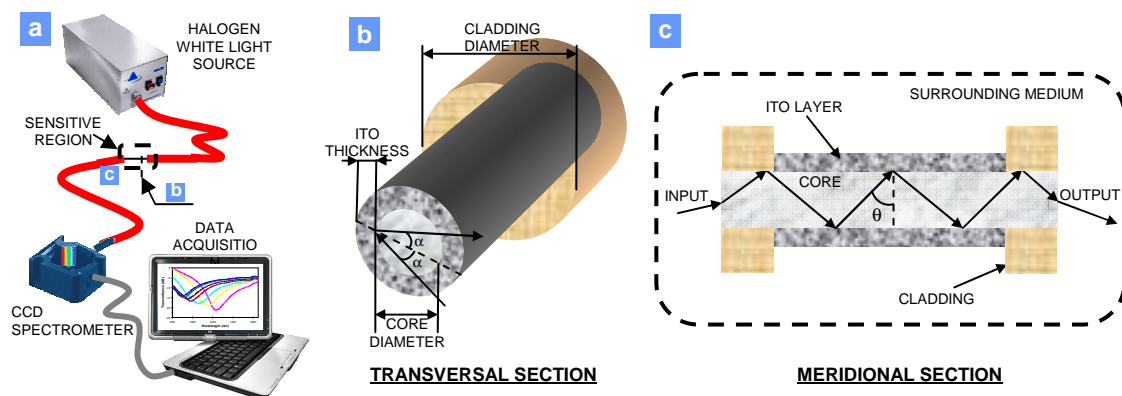


Figura 2.5 a) Montaje experimental en transmisión utilizado para la caracterización de los dispositivos. b) Sección transversal de la parte sensible. c) Sección longitudinal de la parte sensible.[7]

Este esquema consta de una fuente de luz blanca que inyecta la luz en un extremo de la fibra óptica de diámetro 200/225 μm para el núcleo y la cubierta respectivamente. La luz es recogida por un espectrómetro en el otro extremo de la fibra óptica, después de haber atravesado la región sensible. La región sensible aparece representada en la figura 2.5b-c en sus secciones transversal y longitudinal respectivamente.

Con objeto de calcular la potencia óptica transmitida a la salida de la fibra óptica en el esquema de la Figura 2.5a se aplicó el método de reflexión total atenuada (ATR) basado en la configuración de Kretschmann [19]. De esta manera, se obtiene el valor de la reflectividad, $R(\theta, \lambda)$, en función de la longitud de onda y el ángulo de incidencia en la interfaz recubrimiento/núcleo (ver figura 2.5c) [14-18,20-21].

Destacar, que la luz introducida en el interior de la fibra es luz no polarizada por lo que $R(\theta, \lambda)$ será combinación de la potencia reflejada por ambos modos de polarización (TE y TM) según la expresión 2.5.

$$R(\theta, \lambda) = \frac{R_{TM}(\theta, \lambda) + R_{TE}(\theta, \lambda)}{2} \quad (2.5)$$

Dependiendo de la longitud de la fibra que esté recubierta por el material absorbente (In_2O_3) y el ángulo de incidencia, el número de reflexiones N en la interfaz $\text{In}_2\text{O}_3/\text{núcleo}$ vendrá dado por [18]:

$$N = \frac{L}{d \cdot \tan \theta \cdot \cos \alpha} \quad (2.6)$$

donde L es la longitud del núcleo recubierto por el material absorbente, d es el diámetro del núcleo de la fibra óptica, θ es el ángulo de incidencia (ver figura 2.5.c) y α el ángulo de desviación del haz de luz con respecto al eje meridional (ver figura 2.5b).

Por lo tanto, considerando que se trabaja en modo no remoto (las dimensiones de la fibra utilizada son cortas [15]) la potencia total transmitida se calculará utilizando la expresión que aparece en la expresión 2.7.

$$T(\lambda) = \frac{\int_{\theta_c}^{90^\circ} p(\theta) R^{N(\theta)}(\theta, \lambda) d(\theta)}{\int_{\theta_c}^{90^\circ} p(\theta)} \quad (2.7)$$

donde $p(\theta)$ representa la fuente de luz utilizada [18] y θ_c representa el ángulo crítico para el cual se produce transmisión mediante reflexión total interna según la expresión 2.8.

$$\theta_c = \arcsin \left(\frac{n_{\text{cubierta}}}{n_{\text{núcleo}}} \right) \quad (2.8)$$

donde n_{cubierta} y $n_{\text{núcleo}}$ representan al índice de refracción de la cubierta y el núcleo respectivamente.

En cuanto a la fuente de luz, vendrá expresada en función de la densidad de propagación modal como [4]:

$$p(\theta) \propto \exp \left[- \frac{(\theta - \pi/2)^2}{2W^2} \right] \quad (2.9)$$

donde θ es el ángulo representado en la figura 1 y W indica el ancho de la función de Gauss. En las simulaciones, W^2 será $0,075 \text{ rad}^2$.

Es importante remarcar que la expresión 2.9. coincide con la expresión de una fuente Gaussiana que representa típica el perfil de propagación de modos por el núcleo de una fibra.

Así pues, el último paso consistirá en sustituir la expresión de $p(\theta)$ de la expresión 2.9 en la expresión 2.7 para calcular la potencia total transmitida para cada longitud de onda.

2.3.1) Modelo teórico para el núcleo de sílice.

El índice de refracción del núcleo de la fibra óptica se estimará mediante la utilización de la ecuación de Sellmeier:

$$n^2(\omega) = 1 + \sum_{j=1}^m \frac{B_j \omega_j^2}{\omega_j^2 - \omega^2} \quad (3.10)$$

con los parámetros $B_1=0,691663$, $B_2=0,4079426$, $B_3=0,8974794$, $\lambda_1=0,0684043$, $\lambda_2=0,1162414$ y $\lambda_3=9,896161$, donde $\lambda_j=2\pi c/\omega_j$ y c es la velocidad de la luz en el vacío [22].

2.3.2) Descripción del fenómeno de resonancia en fibra óptica

Utilizando el modelo teórico descrito anteriormente y desarrollado en [13] se llevó a cabo un estudio con el objetivo de observar el las diferentes resonancias producidas sobre la fibra óptica recubierta de ITO y Oxido de Indio. Con los modelo de ITO y Oxido de Indio presentados anteriormente se realizará una primera simulación. El resultado se muestra en la Figura 2.6 donde se analiza por separado la contribución de cada uno de los modos de polarización.

En vista de los resultados obtenidos en la figura 2.6 se puede concluir que la cercanía de ambos modos de polarización (TE y TM) en al caso del ITO producen un solapamiento de las resonancias creadas por ellos, lo que origina un solo pico de resonancia, mientras que en el Oxido de Indio las dos polarizaciones de la luz se pueden observar en un doble pico (un pico para cada polarización) en lugar de un solo pico (las dos polarizaciones se superponen). Esta es una diferencia importante entre los dos materiales ya que la aparición del doble pico nos proporciona la ventaja de poder realizar mediciones con 2 referencias aumentando así la precisión de las medidas.

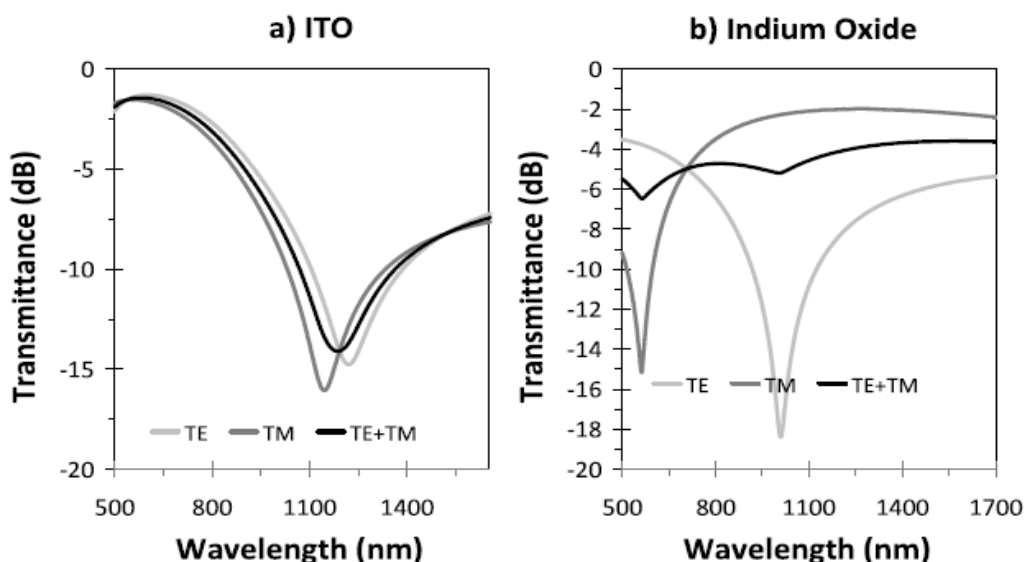


Figura 2.6 Simulaciones de los espectros de transmisión obtenidos con un índice de refracción externo de 1.339 RIU para (a) 220 nm ITO, (b) 49 nm In₂O₃ [13]

2.4) TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN

Hay un gran número de técnicas de deposición. Según el método utilizado las propiedades ópticas y eléctricas de las películas del óxido de indio varían. Se hará un breve recorrido por los diferentes métodos existentes, acabando con en el método dip-coating, que será el utilizado en este proyecto.

2.4.1) Sputtering.

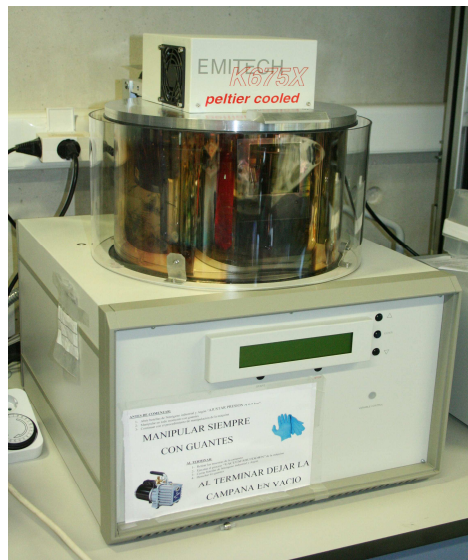


Figura 2.8: Campana para realizar Sputtering presente en el laboratorio.

La técnica Sputtering es un proceso físico en el que se produce la vaporización de los átomos de un material mediante el bombardeo por iones energéticos. El sustrato sería la fibra óptica en nuestro caso y el blanco (*target*) el óxido de indio. Los gases utilizados con la técnica de sputtering son generalmente el Argón u otros gases inertes [24].

Para realizar la deposición mediante este método se necesita una cámara presurizada. Esta opción no pudo ser considerada durante el proyecto porque al comienzo del mismo el laboratorio no disponía del equipo necesario porque llegó más tarde. (Figura 2.8)

2.4.2) Spray-pyrolysis

Spray-pyrolysis es un proceso mediante el cual se depositan películas finas de un material pulverizados sobre un sustrato caliente donde los constituyentes reaccionan para formar un compuesto químico. La idea es elegir los reactivos de la reacción de tal forma que los productos sean todos volátiles a esa temperatura excepto los componentes deseados [25]

2.4.3) Sol-Gel.

El método de Sol gel fue iniciado hace varias décadas por un investigador llamado Dislich pero aun no ha sido hoy en día plenamente explotado todo su potencial sobre todo hablando de disoluciones inorgánicas [26].

Consiste en la reacción química, la hidrólisis, de los precursores moleculares y la policondensación a una forma vidriosa. En otras palabras, el proceso sol-gel es una reacción química, donde un líquido se va condensando hasta formar un sólido. El proceso se parece mucho a la formación de la gelatina, la cual primero es un líquido y después de esperar un tiempo se hace sólido.

El proceso sol-gel implica la evolución de redes inorgánicas con la formación de una suspensión coloidal (sol) y la gelificación para formar una red interconectada en una fase líquida continua (gel). Los precursores para sintetizar estos coloides consisten en un metal o elemento metaloide rodeado por varios ligandos reactivos. Los alcoxidos metálicos son los más populares porque reaccionan fácilmente con el agua. Los alcoxidos metálicos más extensamente usados son los alcoxysilicatos, tales como el tetrametilortosilicato (TMOS) y el tetraetilortosilicato (TEOS): Sin embargo, otros alcoxidos de aluminio, titanio y boro también se utilizan frecuentemente en el proceso del sol-gel, mezclados a menudo con TEOS [26].

Por medio de esta técnica se pueden obtener vidrios a temperatura ambiente (alrededor de los 20 grados centígrados), en condiciones de presión normal y en menos de 30 minutos se crea un vidrio rígido. La técnica permite la incorporación de sustancias orgánicas e inorgánicas durante la formación de la red vidriosa, pues ésta es altamente porosa.

2.4.4) Spin-Coating

Spin-Coating se ha utilizado durante varias décadas para la aplicación de películas delgadas. Un proceso típico consiste en depositar un pequeño charco de una resina fluida en el centro de un sustrato y, a continuación girar el sustrato a alta velocidad (por lo general alrededor de 3000 rpm), la aceleración centrífuga hará que la mayor parte de la resina se extienda hacia el borde del sustrato, dejando una película delgada de resina sobre la superficie. El espesor final de la película y otras propiedades dependen de la naturaleza de la resina (viscosidad, la velocidad de secado, porcentaje de sólidos, tensión superficial, etc.) y los parámetros escogidos para el proceso de centrifugado. Factores como la velocidad final de giro, la aceleración, etc. contribuyen a las propiedades de las películas. (Figura 2.9)

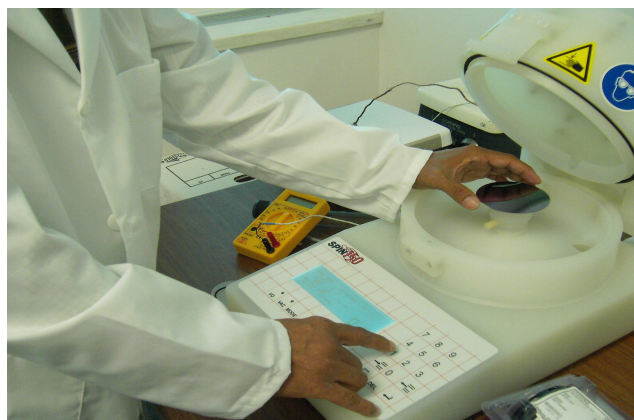


Figura 2.9: Maquinaria para la realización de Spin-Coating

Uno de los factores más importantes en Spin-Coating es la repetibilidad. Sutiles variaciones en los parámetros que definen el proceso de centrifugado pueden dar lugar a variaciones drásticas en la película de revestimiento. Además para este proyecto no nos resultaba viable este método de deposición por no poderlo aplicar a la fibra óptica [26].

2.4.5) Layer by Layer

El método Layer by Layer (LbL) es una técnica utilizada para la deposición de capas ultrafinas que ha sido probada con éxito sobre diferentes materiales, tales como vidrio, sustratos de silicio, polímeros, metales y fibra óptica con diferentes tamaños y formas.

El método de ensamblado es un proceso simple que permite una formación precisa de las capas, formadas por moléculas cargadas que son depositadas sobre cualquier sustrato.

La principal ventaja de esta técnica es que resulta posible controlar con enorme precisión el tamaño de las capas depositadas. Además, los posibles defectos que pudieran ir apareciendo en la estructura se corrigen al añadir más capas durante la construcción.

El LbL se basa en la atracción electrostática que se genera entre las cargas eléctricas de las moléculas que forman cada monocapa. Los materiales empleados para formar las capas son soluciones coloidales acuosas que contienen cadenas ionizadas de diferentes polímeros o partículas. Estas cadenas se depositan sobre el sustrato por simple inmersión, en un proceso repetitivo. La formación de cada monocapa se produce por la adsorción de las moléculas aniónicas o catiónicas presentes en la disolución correspondiente.

El proceso para la formación del film comienza con el ataque químico al sustrato donde se realizará la deposición. Este paso se da con el fin de que adquiera carga eléctrica (bien sea positiva o negativa). Una vez que el sustrato está cargado se procede a sumergirlo en la disolución aniónica (si se había cargado el sustrato positivamente) o

catiónica (si se había cargado el sustrato negativamente) de manera que las partículas se depositen sobre la superficie debido a la atracción producida por la diferencia de cargas. Una vez que se ha formado la primera capa se lava el sustrato con agua ultrapura (agua desionizada con un gran grado de pureza) para eliminar así las moléculas que no han quedado adheridas con fuerza a la superficie. A continuación se sumerge el sustrato en la otra disolución y, una vez depositada la capa se vuelve a lavar en agua ultrapura. Mediante la repetición de este proceso se forma una estructura multicapa, cuya unidad básica de construcción es la combinación de una monocapa aniónica y otra catiónica (o viceversa). A esta unidad se le denomina bicapa, y sus propiedades dependerán de las partículas utilizadas en cada monocapa. En la figura 2.10 se puede ver un esquema del proceso.

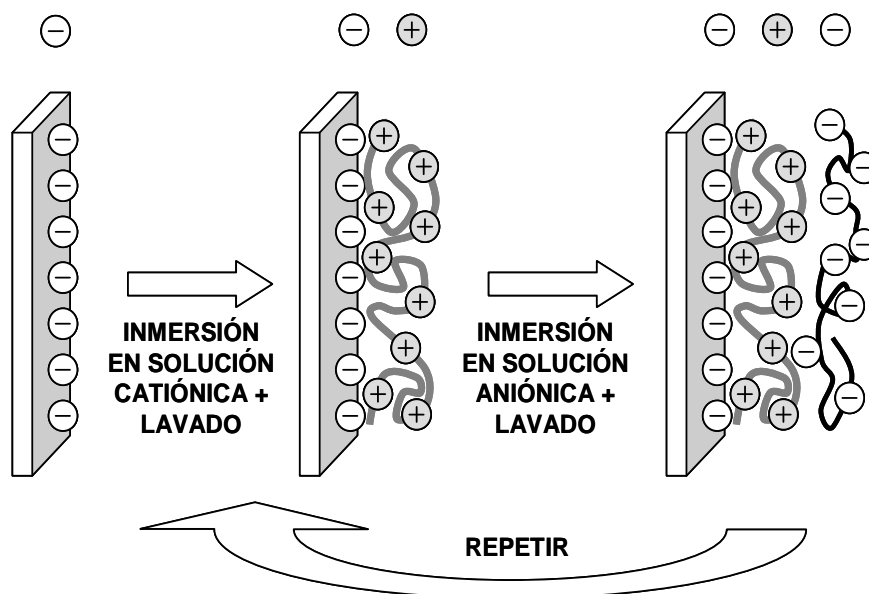


Figura 2.10: Esquema del método Layer by Layer (LbL).

La utilización de este método fue finalmente descartado porque a pesar de las ventajas que presenta esta técnica, no es posible utilizarla con el material que se quiere depositar al no tener esta componente aniónica y catiónica.

2.4.6) Electrospinning

El proceso o técnica de “electrospinning” se ha venido usando durante los últimos tiempos para fabricar filtros, membranas, textiles y para algunas aplicaciones médicas y ópticas, entre otras. Es una manera sencilla y barata de obtener fibras de pequeño o muy pequeño tamaño, tal y como se afirma en varias publicaciones [29, 30].

Este fenómeno se da cuando, colocando una disolución polimérica entre dos electrodos, las fuerzas eléctricas en la superficie del polímero superan a la tensión superficial del mismo, provocando así un chorro de material eléctricamente cargado que sale expulsado hacia el exterior. El disolvente empleado para la disolución del polímero se evapora durante el viaje de la sustancia, dejando tras de sí fibras de polímero cargadas que se superponen aleatoriamente unas con otras al llegar al electrodo cargado con signo contrario.

El proceso consiste en aplicar una cierta tensión (generalmente alta tensión) entre dos electrodos, en medio de los cuales se sitúa una disolución polimérica dentro de una jeringa acabada en punta metálica. El ánodo es una pantalla o superficie metálica cualquiera, para poder atraer al polímero cuando salga expulsado hacia el exterior.

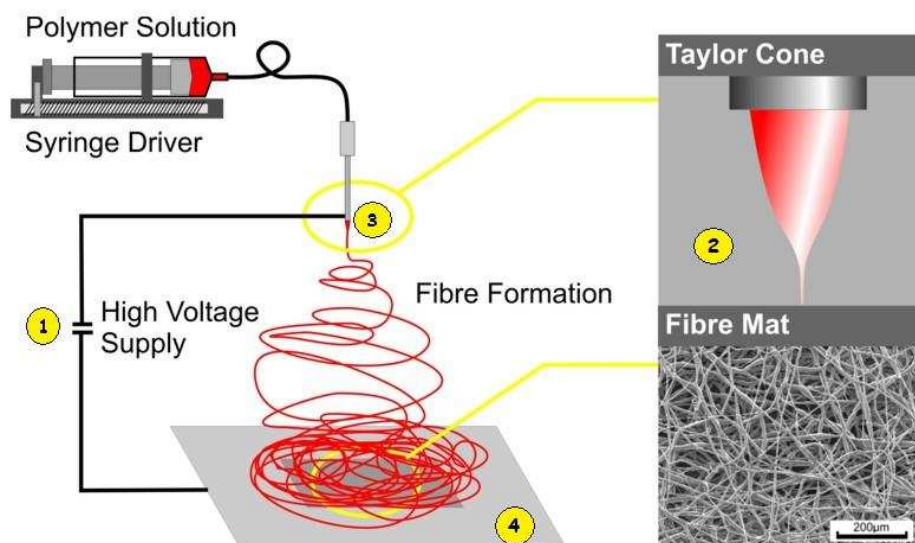


Figura 2.11: Proceso de electrospinning.

Las fuerzas electrostáticas hacen que el polímero quede cargado y que, por su parte más débil, que son las moléculas que están en la punta de la jeringa, se comience a estrechar la estructura, saliendo hacia el exterior y formando una figura cónica denominada cono de Taylor (Figura 2.11). Las dimensiones de este cono vienen dadas por el cociente entre la tensión superficial y la repulsión electrostática que se dan en la punta metálica de la jeringa.

De la gota que forma el cono de Taylor, surge una fibra líquida totalmente recta, denominada “flujo óhmico”, que se solidifica (por evaporación) a los pocos milímetros de ser expulsada.

Tras ello se produce un movimiento espiral de la fibra resultante, provocado por pequeñas oscilaciones que se producen en la fibra a causa de las fuerzas eléctricas que se están generando. Este es el “flujo convectivo”, que toma la aceleración suficiente como para alargarse hasta el extremo opuesto, donde se sitúa la superficie metálica colectora de las fibras.

2.4.7) Dip-Coating

El método del dip-coating está basado en el secado del sustrato cada vez que es sumergido dentro de una disolución con un surfactante. De esta manera, se va depositando el In_2O_3 en este caso mediante capas en el sustrato correspondiente.

Una gran ventaja es que se puede depositar In_2O_3 a temperatura ambiente. Llega a ser realmente efectivo, el dip-coating, cuando se prepara una gran cantidad de In_2O_3 debido a su coste, aunque las películas presentan una conductividad ligeramente inferior a las fabricadas por métodos de deposición física por vapor como el sputtering. Una posible solución de bajo coste consiste en la utilización de una disolución de cloruro de indio en etanol al estilo de la utilizada para la fabricación del ITO [26].

Al igual que con el método Spin-Coating, la variación de los distintos parámetros de las inmersiones como son la velocidad de extracción del sustrato, los tiempo de inmersión y calcinado o la composición de la disolución, darán lugar a variaciones importantes en la capa depositada en el sustrato.

3) METODO EXPERIMENTAL Y MATERIALES UTILIZADOS

En este capítulo se va a describir el procedimiento utilizado para conseguir la deposición de óxido de indio en la fibra óptica. Para ello se va a utilizar el método descrito en [28] para la deposición de ITO, pero con la introducción de algunas modificaciones para adaptarlo a la deposición sobre fibra óptica.

3.1) Procedimiento experimental.

Las variaciones a introducir en el procedimiento de deposición se deben a que se prescinde del estaño en la disolución, quedando solo los iones de indio en esta.

Este método distingue 3 partes fundamentales en el proceso, las cuales son preparación, construcción y comprobación

Preparación

- Se prepara una disolución 0.1 molar en etanol de los iones de In

- a) Se disuelven 1104 mg de In_2O_3 en 50 ml de Etanol.
- b) Se deja agitando la disolución por lo menos 5 horas
- c) Se añade 1ml de surfactante Tween 80 a la mezcla anterior.
- d) Se deja agitando hasta el día siguiente.

- Preparación de los sustratos.

- a) Se introducen los sustratos en ultrasonidos con detergente durante 10 minutos.
- b) Lavar varias veces con agua ultrapura.
- c) Hervir durante 10 minutos en acetona y retirar rápidamente.

Construcción

- Se introducen los sustratos en las disoluciones y se dejan durante 1 minuto sumergidos. Posteriormente son retirados a una velocidad de 0.25 cm/seg o 15cm/min.
- Una vez realizado el proceso anterior se introduce el sustrato en el horno a 500°C durante 30 minutos al aire.
- Repetir el proceso hasta que se hayan construido 10 capas.
- Curado: Una vez construidas las capas se introduce el sustrato en un horno a 250 grados en atmósfera de nitrógeno (N₂) durante 3 horas.

Comprobación

Una vez que se tienen las fibras con el óxido de indio depositado sobre ellas hay que empalmar una porción de la fibra depositada de unos 4 cm. de longitud a los extremos de los cables de fibra que están conectorizados para empalmar en los diferentes equipos.

Cuando ya se tiene la porción de fibra depositada acoplada a un cable de fibra óptica, se realiza el montaje requerido por las pruebas, con el objetivo de observar el espectro electromagnético de la luz que atraviesa la fibra, que es modificada por el recubrimiento que se ha depositado sobre la fibra.

3.2) Montajes experimentales

A continuación se van a mostrar los montajes experimentales utilizados en la realización de este proyecto.

3.2.1) Montaje en transmisión

El principio de este sistema consiste en medir la diferencia que se observa en el espectro electromagnético producido por las modificaciones que introduce el fragmento depositado respecto al espectro de la luz atravesando una fibra sin modificar.

El montaje en transmisión está compuesto por una fuente de luz blanca unida con la fibra óptica recubierta con oxido de indio, y esta su vez a los espectrómetros NIR512 y HR4000 de “Ocean Optict”, mediante una fibra bifurcada. La obtención de los datos se realiza mediante un PC que esta conectado a ambos espectrómetros. (Figura 3.1).

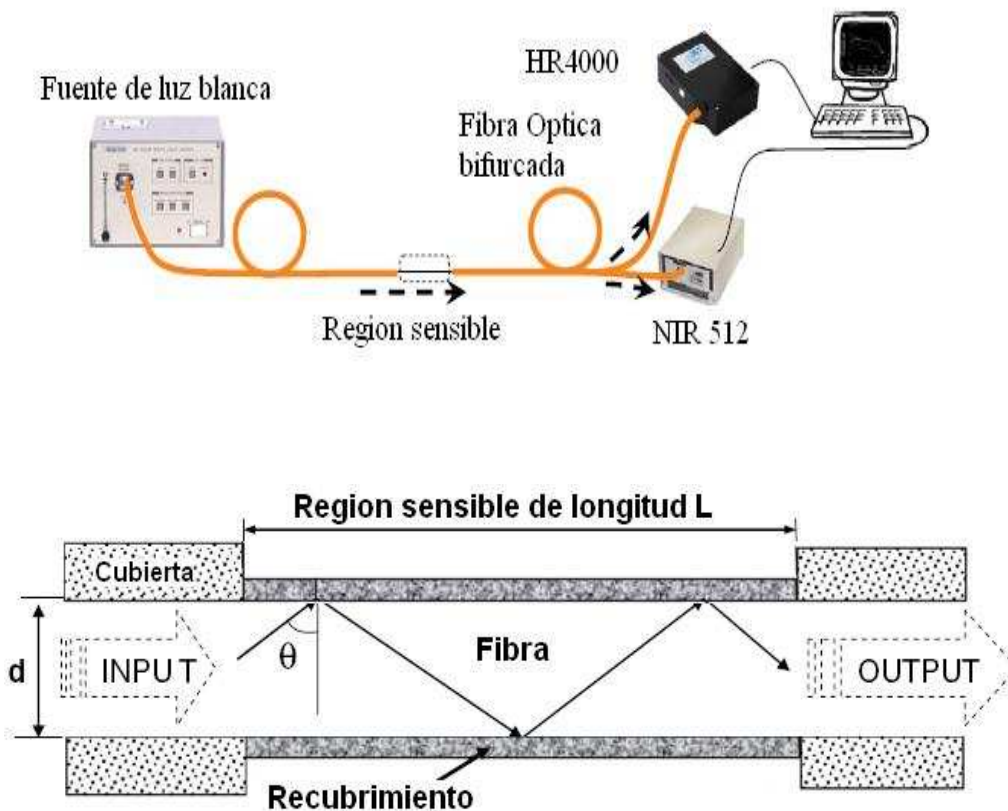


Figura 3.1: Montaje experimental [33]

3.2.2) Montaje en transmisión con cámara climática

El sistema utilizado es el descrito anteriormente con la única salvedad de que la zona de la región sensible se halla dentro de una cámara climática, en la cual se programan unos ciclos en los que se varían tanto la humedad presente en la cámara como la temperatura con el objetivo de ver la influencia de estos parámetros en el dispositivo.

3.2.3) Montaje en transmisión con cámara de gases y CEM

Este montaje tiene como objetivo valorar la respuesta del dispositivo ante la presencia de algún gas seleccionado. Es un montaje en transmisión en el cual la zona sensible se encuentra en una pequeña cámara por la cual se introduce un flujo del gas seleccionado para la prueba. (Figura 3.2)

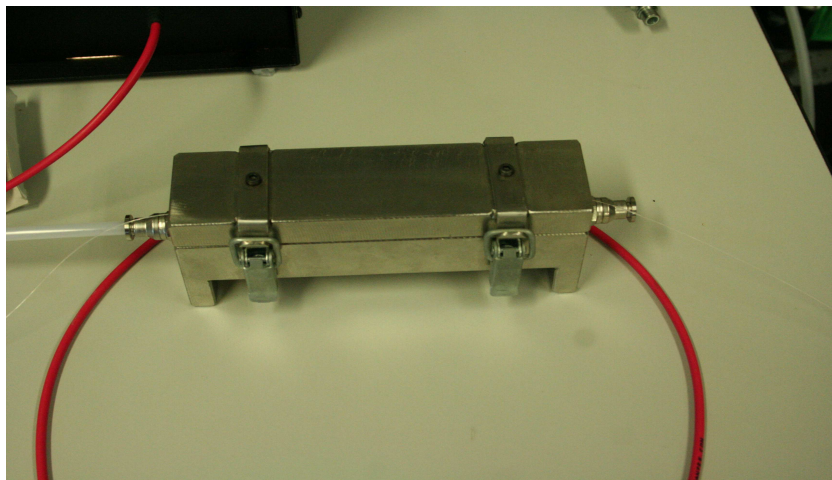


Figura 3.2: Cámara de gases

Para poder controlar el flujo de gases que se introduce en la cámara de gases se dispone de un sistema llamado CEM (*Controlled Evaporator Mixed*) que permite

mediante un software informático el control de las concentraciones de los gases así como la humedad del flujo del gas que atraviesa la cámara de gases.

3.3) Materiales utilizados

Se va a realizar una breve descripción de los instrumentos y los materiales más utilizados durante el desarrollo del proyecto, así como unas pautas básicas de su funcionamiento.

3.3.1) Fuente de luz blanca



Figura 3.3: Fuente de luz blanca

La fuente de luz utilizada en el proyecto es una fuente de luz blanca de la marca “Spectral Products”. Esta fuente monta una lámpara modelo “ASBN-W-150-H” que nos proporciona 6000 lúmenes de potencia con una temperatura de color de 3400 °K. ver figura 3.3

Se ha elegido una fuente de luz blanca porque se necesitaba transmitir señal a lo largo de todo el espectro visible y no solo una única longitud de onda como nos habría proporcionado una fuente Led.

3.3.2) Espectrómetros



Figura 3.4: Espectrómetros HR4000 y NIR 512 respectivamente

Se han utilizado dos espectrómetros a lo largo de todo el proyecto para realizar todas las medidas requeridas, uno es el “NIR512” y el otro el “HR4000”. Ambos son de la marca “Ocean Optics”, ver figura 3.4

El “NIR512” tiene un rango de medida de longitudes de onda entre los 900 nm y los 1700 nm con una resolución de 3,1 nm. El “HR4000” en cambio mide entre 450 nm y 1000 nm con una resolución de 0,02 nm. Juntando ambos espectrómetros conseguimos unos rangos de medida de unos 450 nm a 1700 nm.

3.3.3) Cortadora automática de fibra



Figura 3.4: Cortadora de fibra

La cortadora de fibra automática funciona sujetando la fibra mediante vacío, posteriormente aplica una tensión entre ambos extremos de la fibra y finalmente secciona la fibra con unos golpes de una hoja de diamante para dejar un corte perpendicular.

Es esencial que el corte sea perfectamente perpendicular pues de lo contrario sería sumamente difícil fusionar con otra fibra.

Esta cortadora se ha utilizado para cortar las fibras ya depositadas, pues la fragilidad de estas no permitían cortarlas con otro aparato (Figura 3.4).

3.3.4) Empalmadora automática de fibra



Figura 3.5: Empalmadora de fibra

La empalmadora de fibra automática como se ha dicho antes necesita que las terminaciones de las fibras tengan un corte totalmente perpendicular para su correcto empalme. Una vez que están colocadas las fibras en su sitio la empalmadora alinea las dos fibras perfectamente para generar un arco eléctrico que hará que las fibras se fusionen entre si.

La empalmadora de la figura 3.5 se ha utilizado para fusionar a unos latiguillos de fibra las porciones de fibra con recubrimiento.

3.3.5) Maquina de agua ultrapura



Figura 3.6: Maquina de agua ultrapura

Esta maquina (Figura 3.6) realiza un tratamiento al agua a través de varios filtros de diversos tipos con el fin de eliminar del agua que llega al laboratorio sustancias o partículas no deseadas que puedan interferir en los experimentos. Es importante un correcto mantenimiento de la maquina así como el reemplazo de los filtros a su debido tiempo.

3.3.6) Maquina de plasma

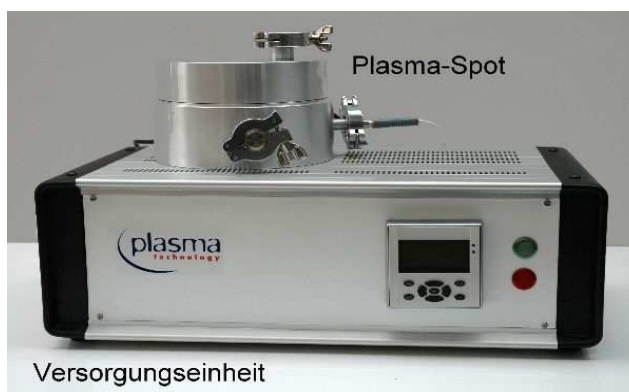


Figura 3.7: Maquina de plasma

La maquina de plasma (Figura 3.7) se utiliza para eliminar del material de laboratorio las sustancias orgánicas que pudieran quedar después del lavado y también para cargar el substrato en el método LbL. En este proyecto se ha utilizado con imanes y vasos que han estado en contacto con nuestras disoluciones.

3.3.7) Agitadores



Figura 3.8: Agitador

Los agitadores como su nombre indica, se utilizan para agitar disoluciones, fundamentalmente en su preparación. Este aparato requiere de la presencia de un imán dentro de la disolución, pues es este el que finalmente girando, agitará el líquido, ver figura 3.8.

3.3.8) Horno de mufla



Figura 3.9 Horno de mufla

Un elemento indispensable en todas las deposiciones ha sido el horno, pues sin el no se produciría la oxidación de los iones de indio y no se realizaría el crecimiento de

la capa en torno a la fibra. Además el horno produce una fusión entre el sustrato y la capa depositada que hace que esta capa se suelde al sustrato.

El horno pertenece a la marca “Hobersal” modelo HD-320 que posee una temperatura máxima de 1200° C (Figura 3.9).

3.3.9) Robot

El robot en este proyecto se ha usado exclusivamente en modo manual y con el único objetivo de mantener controlados los parámetros de las velocidades de subida y bajada en el proceso de las deposiciones.

Este Robot también tiene la posibilidad de ser programado para realizar diversos movimientos utilizados en otras técnicas de deposición como en LbL.

3.3.11) Conectores

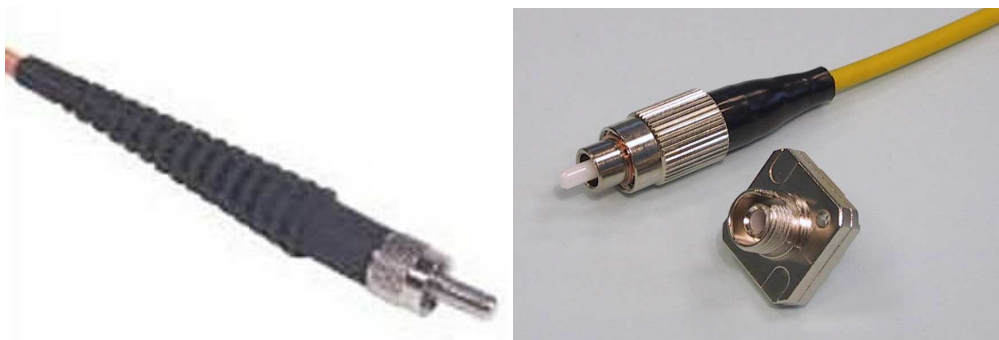


Figura 3.10: Conectores SMA y FC respectivamente

Los conectores forman una pieza esencial en el montaje experimental, pues sin ellos no sería posible la conexión de la fibra con los demás aparatos necesarios en el proyecto. Aunque parecen una pieza bastante sencilla, es necesario un proceso de

montaje que, aunque es sencillo, es crítico a la hora de obtener buenas señales sin pérdida de potencia (Figura 3.10)

A lo largo del proyecto también se comenzaron a utilizar otro tipo de conectores, llamados “temporales”, porque requerían un menor tiempo de montaje reduciendo errores en la conectorización y pudiendo establecer conexiones con menos pérdidas.

3.3.12) Cámara climática

La cámara climática disponible en el laboratorio es de la marca “Angelantoni”, y en este proyecto se ha utilizado para someter a los dispositivos fabricados a varios ciclos de cambios de humedad y de temperatura con el objetivo de monitorizar su respuesta.

Esta cámara se controla mediante un software llamado “winkratos” que permite realizar la programación de los ciclos de temperatura y humedad.

3.3.13) CEM

También llamado “*Controlled Evaporated Mixed*” el CEM se encarga de realizar mezclas de gases pudiendo controlar la humedad de ellos. En este proyecto se ha utilizado para realizar exposiciones de varios gases a los sensores fabricados, realizando mezclas de gases como el amoníaco o CO₂.

3.3.14) Sistemas de protección pasivos

En el laboratorio en el que se realizó el proyecto existen unas pautas mínimas relacionadas con el manejo de equipos y el uso de equipos de seguridad para que en el caso de accidente los daños, sobre todo personales, sean mínimos.

Estas normas incluyen el uso de guantes y bata en todo experimento del laboratorio, así como el uso de gafas, mascarar de gases y de cara o el uso de la campana extractora en el caso de que se manipulen sustancias tóxicas o peligrosas.

3.3.15) Microscopio de fuerza atómica (Veeco Innova)

Este tipo de microscopio se fundamenta en el barrido de un micro-palpador a distancias atómicas sobre la superficie de la muestra. Las deflexiones de esta punta que resultan de este contacto cercano se emplean para obtener información de la morfología del recubrimiento. El instrumento es capaz de realizar barridos de pocas micras cuadradas, con una sensibilidad vertical de décimas de nanómetro.

Este tipo de microscopio se basa en la detección de las fuerzas atómicas, del orden de los nanonewton. Mediante el barrido tridimensional de la muestra es capaz de registrar la altura de una sonda cristalina, obteniendo imágenes en tres dimensiones.

En este trabajo se utiliza un AFM para comprobar si los procesos de fabricación de los recubrimientos se han desarrollado de forma satisfactoria, o para ver la estructura que forman las partículas o cadenas poliméricas sobre el sustrato de vidrio.

Con este equipo se puede medir la rugosidad y el espesor del film depositado sobre el sustrato, como muestran las siguientes imágenes.

3.3.16) Microscopio electrónico de barrido

Este tipo de microscopio es aquel que utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. La preparación de las

muestras es relativamente fácil pues la mayoría de SEMs sólo requieren que estas sean conductoras.

En el microscopio electrónico de barrido es necesario acelerar los electrones en un campo eléctrico, para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en la columna del microscopio, donde se aceleran por una diferencia de potencial de 1,000 a 30,000 voltios.

Los electrones acelerados por un voltaje pequeño son utilizados para muestras muy sensibles, como podrían ser las muestras biológicas sin preparación adicional, o muestras muy aislantes. Los altos voltajes se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas, y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución. Los electrones acelerados salen del cañón, y son enfocados por las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz de electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

3.4) 1ª Deposición

Esta primera deposición tenía como objetivo proporcionar una primera toma de contacto con el laboratorio, su instrumental y el método de deposición a utilizar a lo largo del proyecto. También daría una idea de si el método de deposición elegido funcionaba correctamente o habría que cambiarlo.

Para esta deposición se decidió establecer y controlar algunos parámetros de la deposición de manera que estos sirvieran de referencia para deposiciones posteriores. Estos parámetros fueron los siguientes:

Parámetros de deposición:

- Molaridad → 0,1
- Numero de Capas → 10
- Velocidad de bajada → 1,28 cm/s
- Tiempo de remojo → 1'
- Velocidad de subida → 4 cm/s
- Tiempo de calcinado → 20'
- Temperatura de calcinado → 500° C
- Tiempo de Curado final → 4h

Una vez conseguida la fibra depositada se comprobó con un montaje en transmisión. Posteriormente la fibra se introdujo en distintas concentraciones de agua y glicerina para poder observar como varía la absorción a lo largo del espectro electromagnético.

Una vez realizado el proceso de comprobación se analizaron muestras de ellos en el microscopio SEM o AFM para obtener datos del grosor y rugosidad de la película depositada en la fibra. (Figura 3.11).

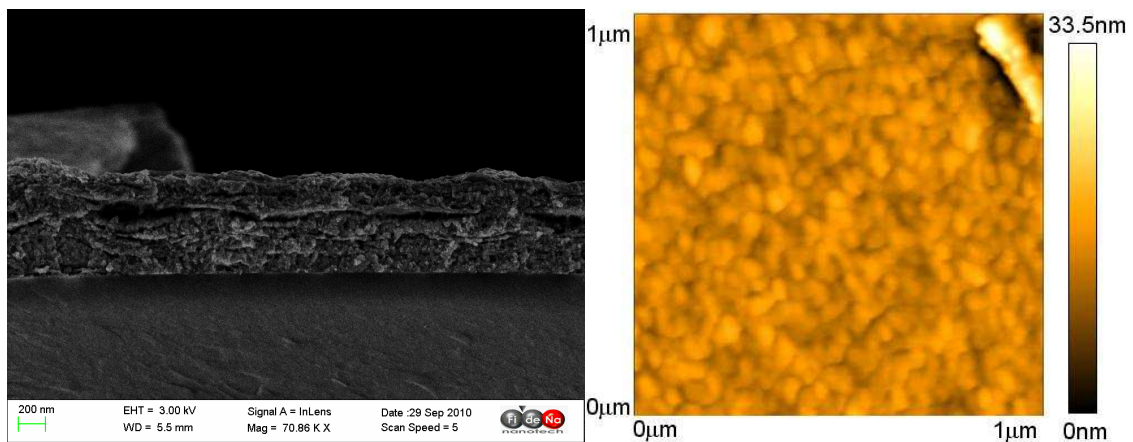


Figura 3.11: Ejemplos de Imágenes tomadas de recubrimientos de In₂O₃ con el microscopio SEM y AFM

4) DESARROLLO CRONOLOGICO DE LA INVESTIGACION

Partiendo de la base del procedimiento descrito anteriormente, se modificaran algunos parámetros de fabricación para llegar a unas condiciones óptimas deseadas. En cada experimento se nombrarán los cambios respecto al desarrollo anterior y el porqué de estos cambios, así como un análisis de los datos obtenidos.

4.1) Estudio de capas

Teniendo en cuenta los resultados de la primera deposición realizada se decidió observar la influencia del número de capas depositadas sobre la fibra óptica en el grosor de la capa construida y la absorción en el espectro.

Para esto se varió el número de capas de 4 a 14 capas de dos en dos.

Así pues, para esta deposición se mantuvieron los parámetros de la primera deposición con la única salvedad del variar el número de capas a depositar.

Parámetros de deposición:

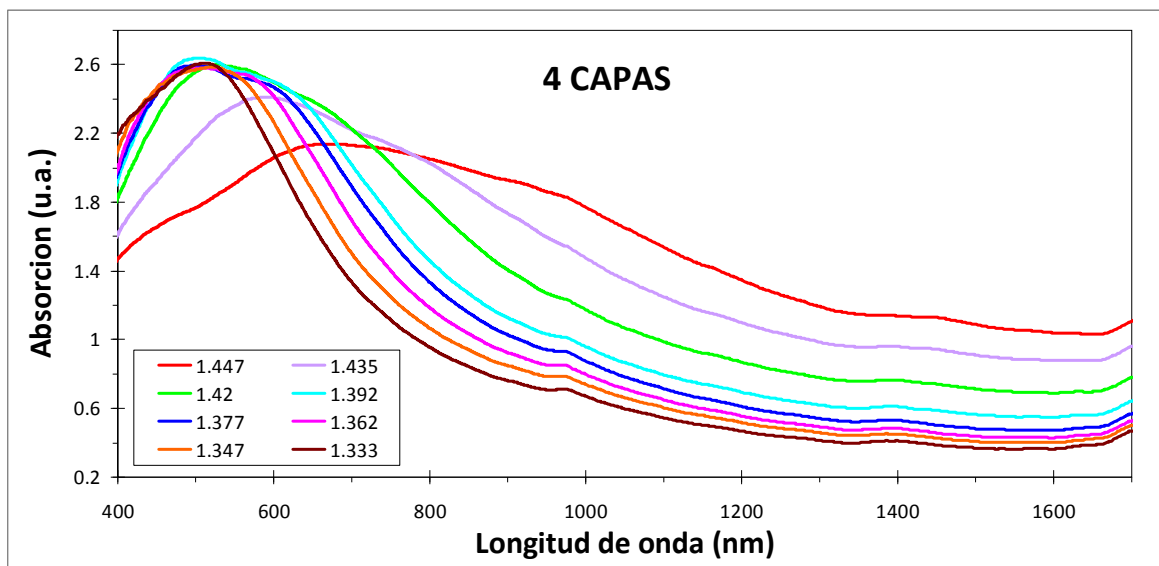
- Molaridad → 0,1
- **Número de Capas** → **4, 6, 8, 10, 12 y 14**
- Velocidad de bajada → 1,28 cm/s
- Tiempo de remojo → 1'
- Velocidad de subida → 4 cm/s
- Tiempo de calcinado → 20'
- Temperatura de calcinado → 500° C
- Tiempo de Curado final → 4h

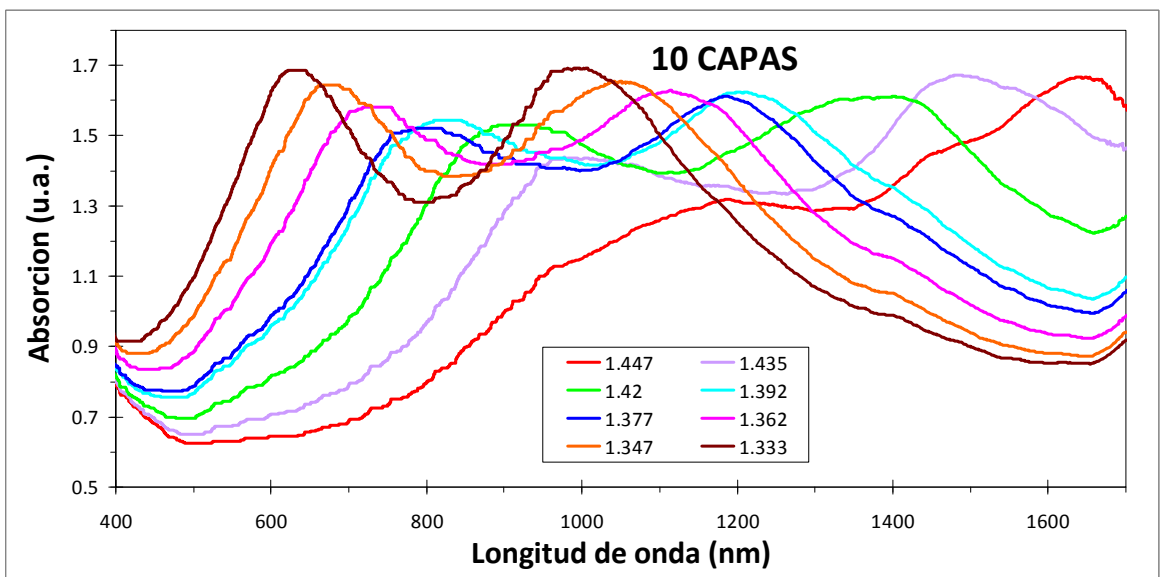
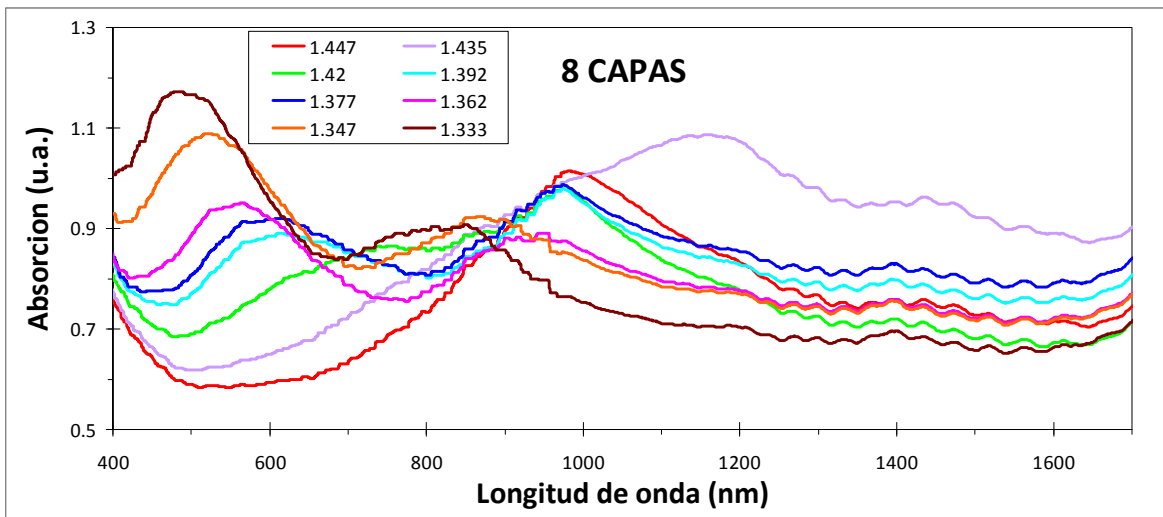
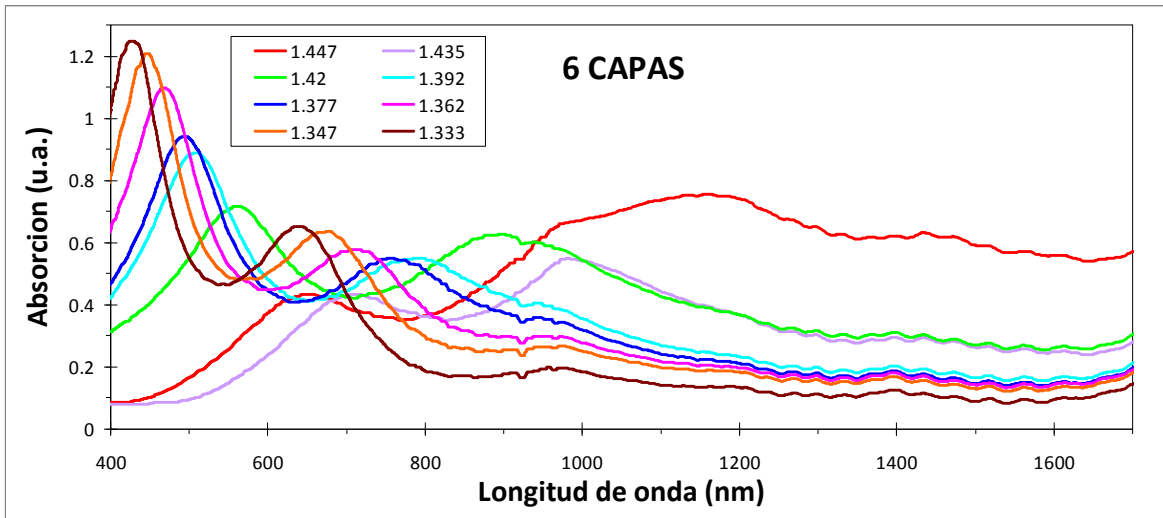
Resultados

En la Figura 4.4 se muestra la absorción que presenta el sensor en función de las capas depositadas para diferentes índices de refracción entre 1,33 (agua) y 1,44 (70% de glicerina en agua). Se observa un desplazamiento en la longitud de onda de los picos de absorción para un mismo índice de refracción, lo que se debe al aumento del grosor de la capa construida sobre el sustrato.

También se observa como en cada caso particular hay desplazamiento de la longitud de onda de resonancia hacia el rojo para índices de refracción mayores. Además se observa como en la mayoría de los casos (6 capas, 8, 10, 12, 14) se aprecian dos resonancias producidas por los modos TE y TM de las polarizaciones de la luz como se había apuntado anteriormente con las simulaciones realizadas con el modelo teórico de In_2O_3 .

A partir de este momento se llamara pico TE al primer pico que aparece en el espectro electromagnético y pico TM al segundo pico, ya que estos picos deben su aparición a estos modos de polarización respectivamente.





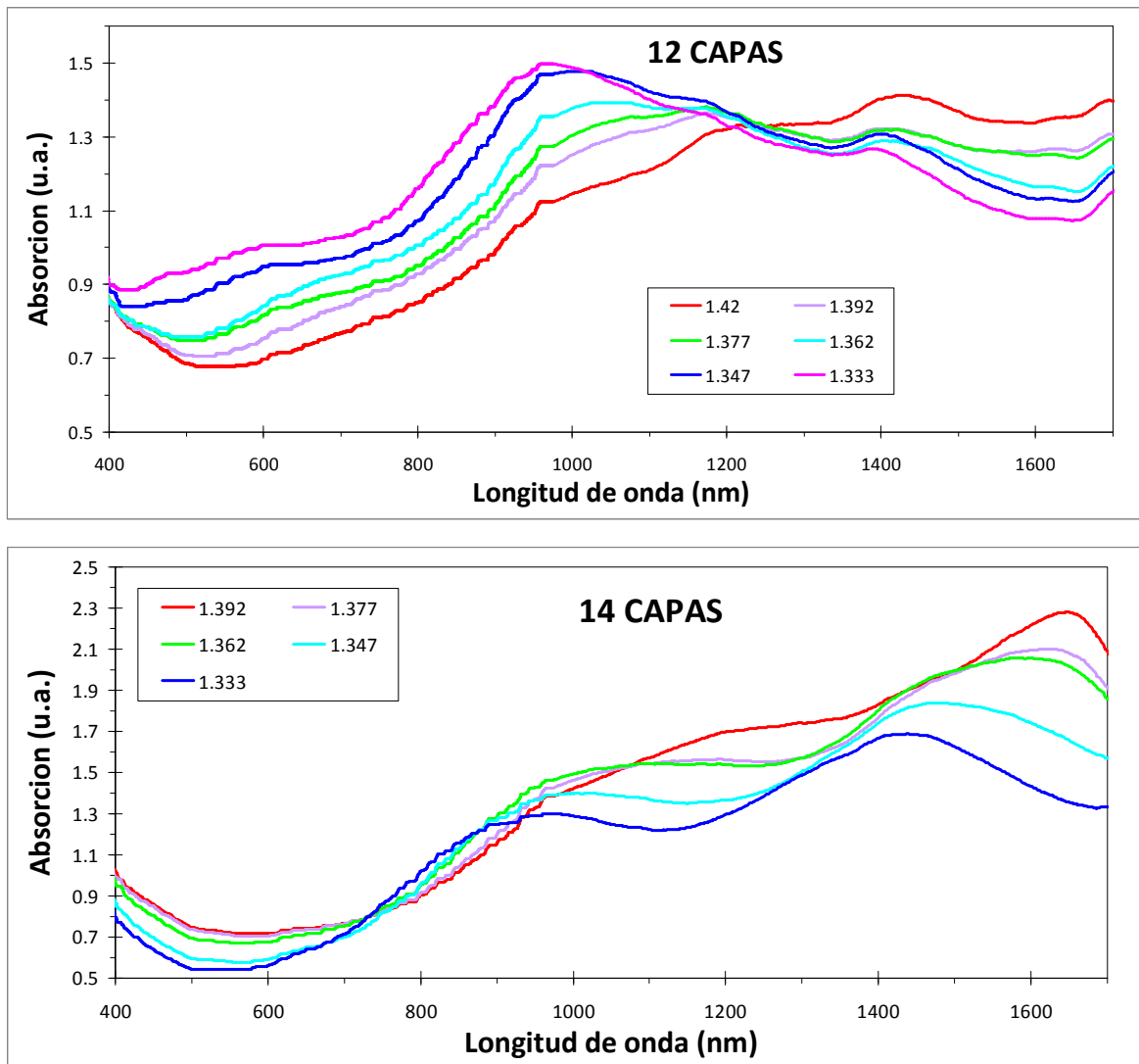


Figura 4.4: Espectros de absorción del sensor en función de las capas depositadas para diferentes índices de refracción.

Como se ha comentado anteriormente, estos dispositivos presentan dos resonancias asociadas a los modos de polarización de la luz (ver apartado de teórico).

Así, si se representa la longitud de onda de resonancia en función del índice de refracción externo para cada uno de los espesores y resonancias TE y TM según aparecen en la figura 4.5 y figura 4.6 se observa claramente la diferencia de sensibilidad entre los diferentes dispositivos. Dicho de otra forma, se puede controlar la sensibilidad de los dispositivos ajustando el espesor del recubrimiento de Oxido de indio mediante la construcción de más o menos capas.

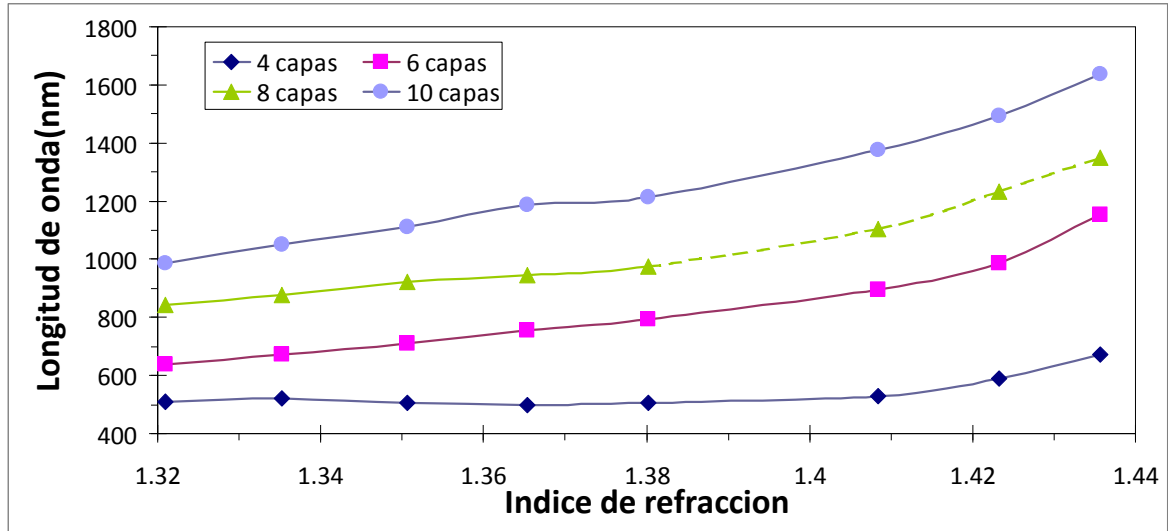


Figura 4.5: Grafica de sensibilidad del pico TE a diferentes capas.

En la figura 4.5 se muestra la sensibilidad de los dispositivos para el grupo TE de resonancias en función de las capas construidas en el dispositivo.

Así, para un espesor de 4 capas se obtendrá una sensibilidad de media de 1918,9 nm/RIU en el rango estudiado. En cuanto al dispositivo de espesor de 6 capas, tendrá una sensibilidad de 5478,4 nm/RIU . Para el dispositivo de 8 capas, tendrá una sensibilidad de 2653,1 nm/RIU y el dispositivo de 10 capas una sensibilidad de 6925,7 nm/RIU. Estos datos se presentan de forma clara en la tabla 4.1.

| Sensibilidad (nm/RIU) | nº de capas |
|-----------------------|-------------|
| 1918.9 | 4 |
| 5478.4 | 6 |
| 2653.1 | 8 |
| 6925.7 | 10 |

Tabla 4.1: Tabla de sensibilidades frente al numero de capas para el pico TE

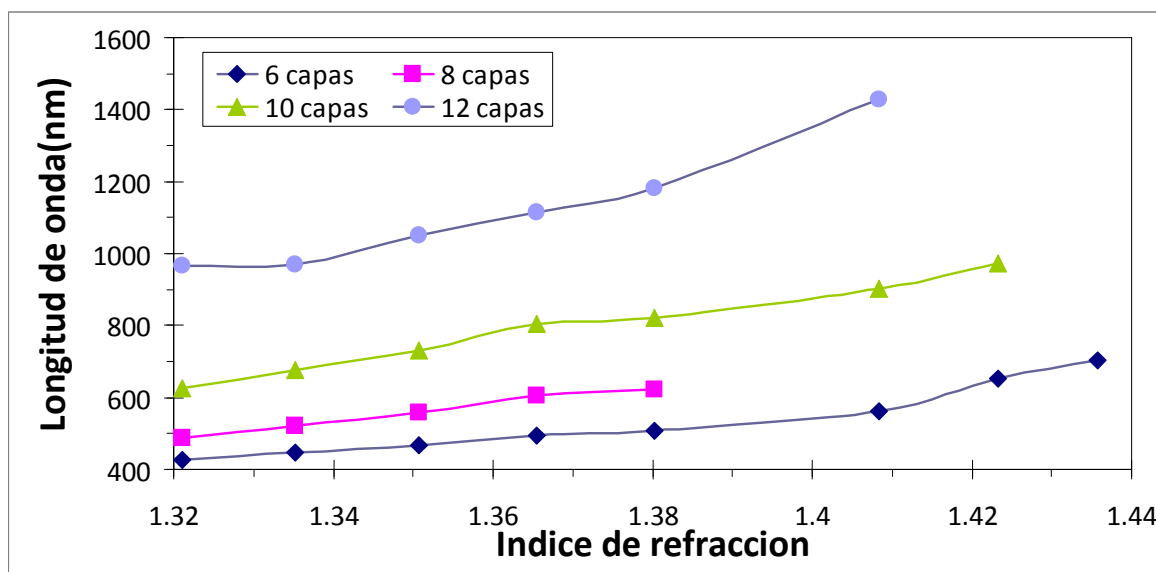


Figura 4.6: Grafica de sensibilidad del pico TM a diferentes capas.

El grupo de resonancias TM muestra una sensibilidad inferior al anterior, esto se puede observar perfectamente en la figura 4.6.

Así, para un espesor de 6 capas se obtendrá una sensibilidad media de 2828,1 nm/RIU en el pico TM. En cuanto al dispositivo de espesor de 8 capas, tendrá una sensibilidad de 1790,7 nm/RIU . Para el dispositivo de 10 capas, tendrá una sensibilidad de 4359,8 nm/RIU y el dispositivo de 12 capas una sensibilidad de 4242,7 nm/RIU. Estos datos se presentan de forma clara en la tabla 4.2.

| Sensibilidad (nm/RIU) | nº de capas |
|-----------------------|-------------|
| 2828.1 | 6 |
| 1790.7 | 8 |
| 4359.8 | 10 |
| 4242.7 | 12 |

Tabla 4.2: Tabla de sensibilidades frente al numero de capas para el pico TM

Posteriormente se observaron muestras de los recubrimientos anteriores en el microscopio SEM con el fin de determinar los grosores obtenidos con las diferentes capas construidas y así poder establecer una relación entre el grosor y las longitudes de onda de las resonancias.

En la figura 4.7 se puede observar una comparativa entre los espesores obtenidos en los dispositivos anteriores.

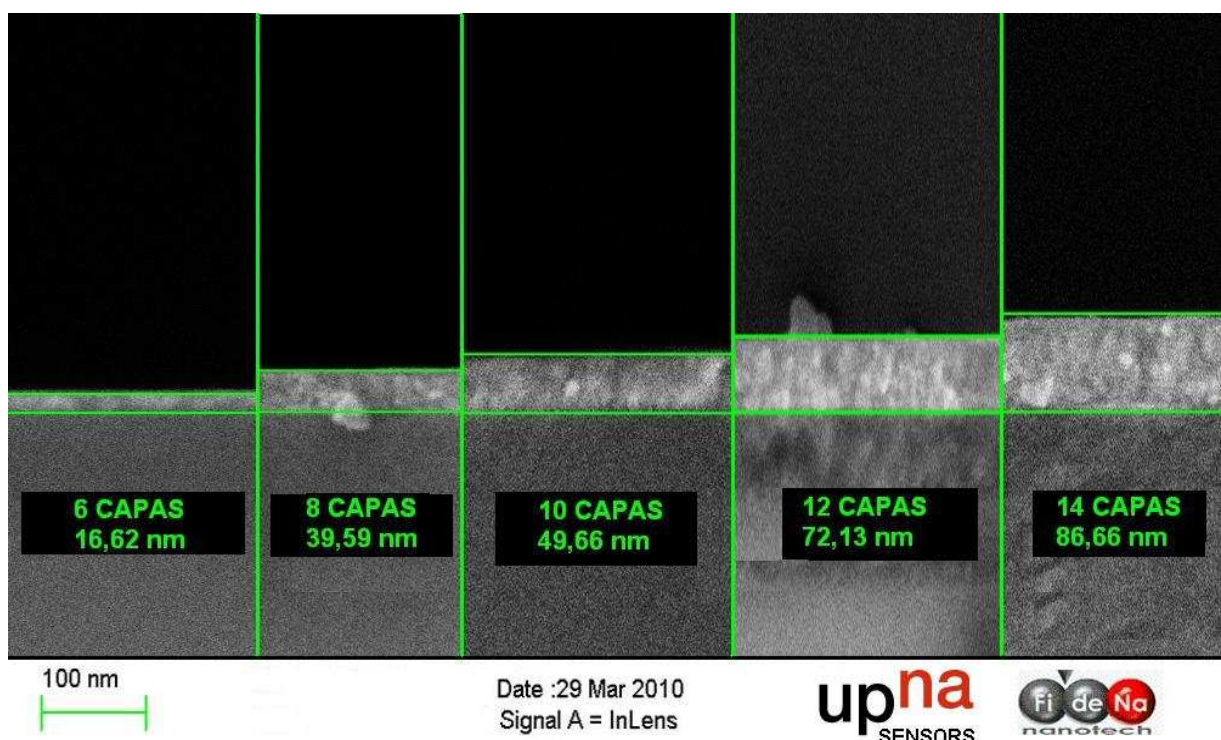


Figura 4.7: Imagen tomada con un microscopio SEM de los espesores según las capas depositadas.

Con estos datos se observa que el crecimiento del espesor en función del número de capas depositadas tiene un comportamiento aproximadamente lineal según se muestra en la figura 4.8.

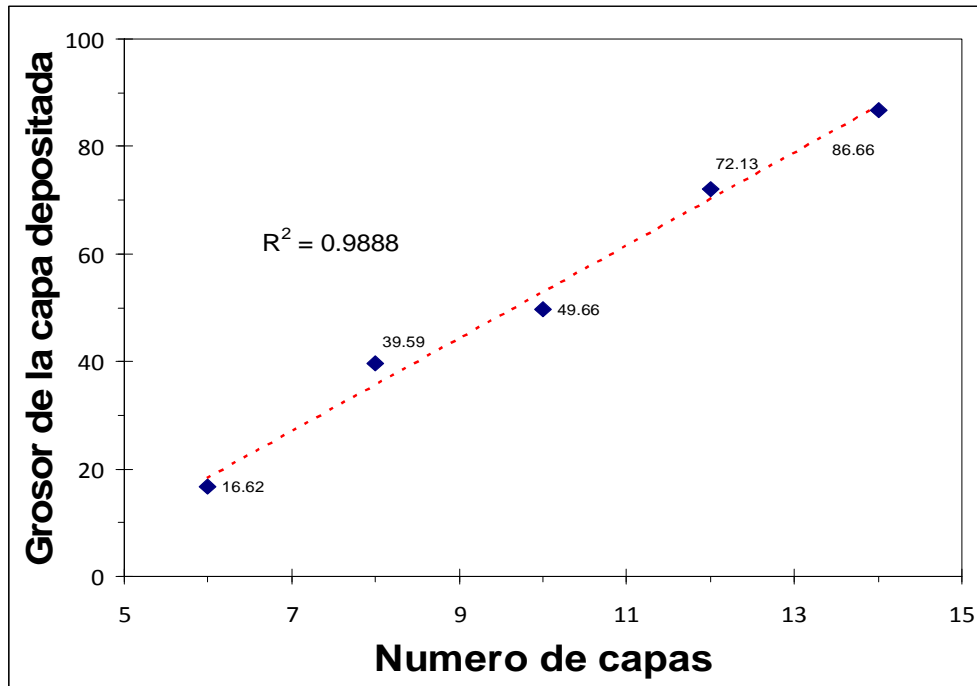


Figura 4.8: Evolución del espesor del recubrimiento en función del numero de capas depositadas.

4.2) Estudio de la resistencia de los recubrimientos sobre portas

A la par del estudio de capas se realizó también la deposición en portas con el fin de observar la resistencia eléctrica que presenta la capa depositada. Para ello se utilizaron los mismos parámetros de deposición salvo que se depositó sobre portas en vez de en fibra.

Para la medida de la resistencia se utilizó un multímetro, tomando las medidas en tres zonas del porta, una en la parte inferior de la parte depositada, otra en la zona media y otra en la zona superior. Se realizó así porque en la zona inferior siempre se deposita una mayor cantidad de material que en la parte superior.

Los datos obtenidos se observan en la tabla 4.3

| Capas | Inferior (k Ω) | Medio (k Ω) | Superior (k Ω) |
|-----------|------------------------|---------------------|------------------------|
| 4 | 11,710 | 9,445 | 336,325 |
| 6 | 7,135 | 2,575 | 5,115 |
| 8 | 0,741 | 0,745 | 1,200 |
| 10 | 0,563 | 0,475 | 0,885 |
| 12 | 0,390 | 0,421 | 0,630 |
| 14 | 0,384 | 0,285 | 0,447 |

Tabla 4.3: Resistencias de los recubrimientos de In₂O₃ depositados sobre porta.

Una vez realizadas las medidas anteriores, se calcino los portas a 500° C durante una hora pues se observaban unas zonas oscuras en los portas. Con el calcinado se consiguieron eliminar las zonas oscuras por lo que se volvieron a realizar las medidas anteriores para observar si se había producido algún cambio.

Se puede observar en la tabla 4.4 como los valores de la resistencia obtenidas son muy superiores a las obtenidas antes del calcinado.

| Capas | Inferior (k Ω) | Medio (k Ω) | Superior (k Ω) |
|-----------|------------------------|---------------------|------------------------|
| 4 | 131,65 | 379,25 | 1196 |
| 6 | 30,81 | 156,70 | 476,3 |
| 8 | 54,14 | 1092,45 | 337,25 |
| 10 | 8,48 | 5,41 | 16,39 |
| 12 | 23,20 | 9,64 | 37,51 |
| 14 | 24,98 | 19,205 | 66,15 |

Tabla 4.4: Resistencias de los recubrimientos de In₂O₃ depositados sobre porta después del calcinar.

4.3) Estudio de la molaridad de la disolución

Como ya se ha visto anteriormente en el estudio del número de capas, el crecimiento de la capa depositada tiene una relación directa con el número de capas depositadas sobre el sustrato. En este apartado se estudiará la relación entre el espesor del recubrimiento y la molaridad de la disolución utilizada en la deposición.

Para este estudio se utilizarán distintas molaridades, como son 0.015 Molar, 0,05 Molar y 0,2 Molar.

Parámetros de deposición:

| | | | |
|---|--------------------------|---|--------------------------|
| - | Molaridad | → | 0,015, 0,05 y 0,2 |
| - | Numero de Capas | → | 10 |
| - | Velocidad de bajada | → | 1,28 cm/s |
| - | Tiempo de remojo | → | 1' |
| - | Velocidad de subida | → | 4 cm/s |
| - | Tiempo de calcinado | → | 20' |
| - | Temperatura de calcinado | → | 500° C |
| - | Tiempo de Curado final | → | 4h |

El grosor obtenido en las fibras depositadas con la disolución de 0,015 Molar fue imposible de calcular, pues era un grosor tan pequeño que no era posible medirlo en el microscopio SEM. Los resultados de la figura 4.9 muestran como en ese caso los picos de resonancia se encuentran por debajo de 400 nm incluso para los índices de refracción más altos, y no se pueden ver con los espectrómetros utilizados (HR4000 y NIR 512).

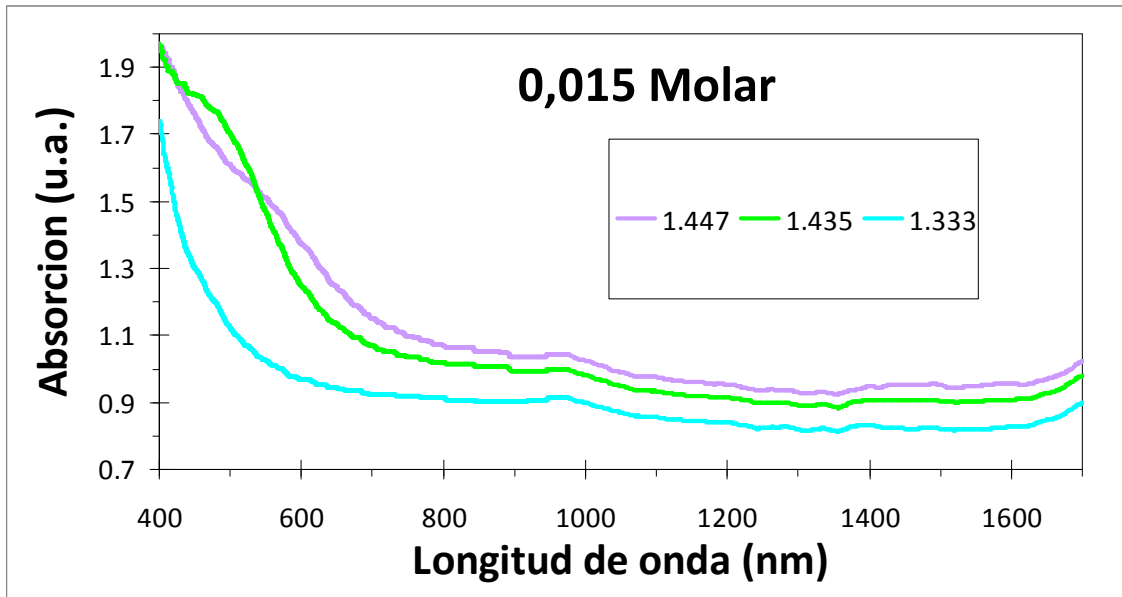


Figura 4.9: Espectros de absorción de los dispositivos fabricados utilizando la disolución 0,015 Molar

En el caso de la disolución de 0,05 Molar el grosor del recubrimiento ha aumentado a 50 nm, teniendo una grafica de absorción muy similar al dispositivo de 8 capas del estudio anterior, esto se puede comprobar el la figura 4.10.

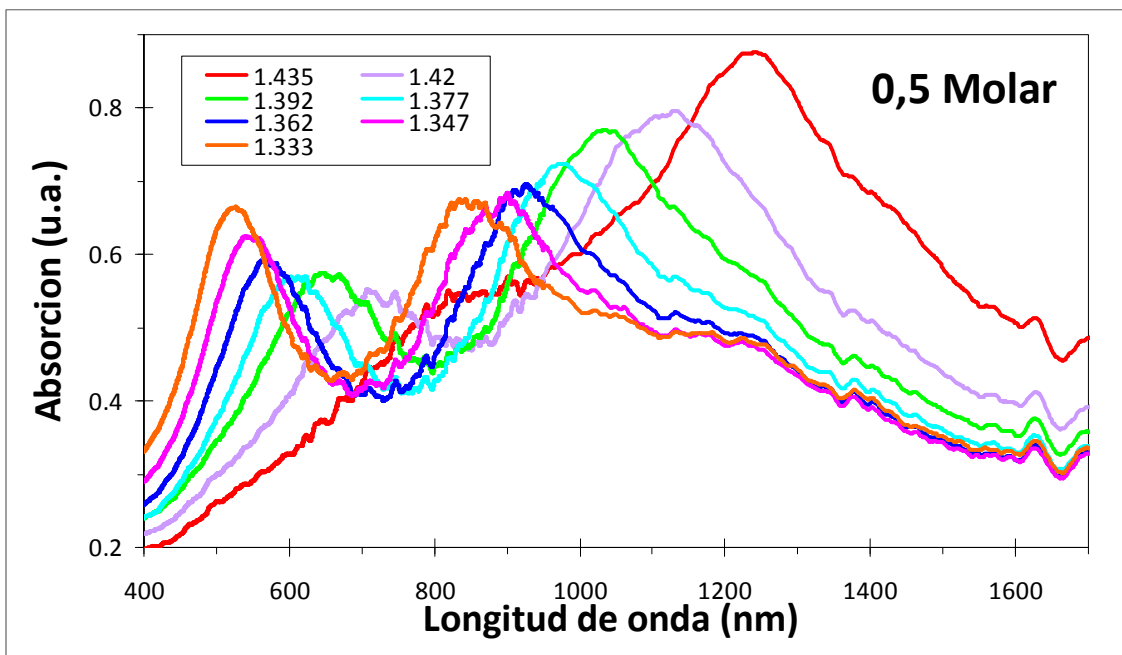


Figura 4.10: Espectros de absorción de los dispositivos fabricados utilizando la disolución 0,05 Molar

En el dispositivo fabricado con la disolución de 0.2 Molar se ha podido medir un espesor de capa de unos 180 nm. Este espesor en la capa depositada hace que no se pueda apreciar el pico TE y parte del pico TM puesto que todo el conjunto se ha movido unos 650 nm hacia el infrarrojo lejano.

Cabe destacar la aparición de un tercer pico de resonancia que según las simulaciones realizadas correspondería con el segundo pico TE, que comienza a emerger en la zona de los ultravioleta. La grafica correspondiente al espectro de este sensor en la figura 4.11 muestra este hecho.

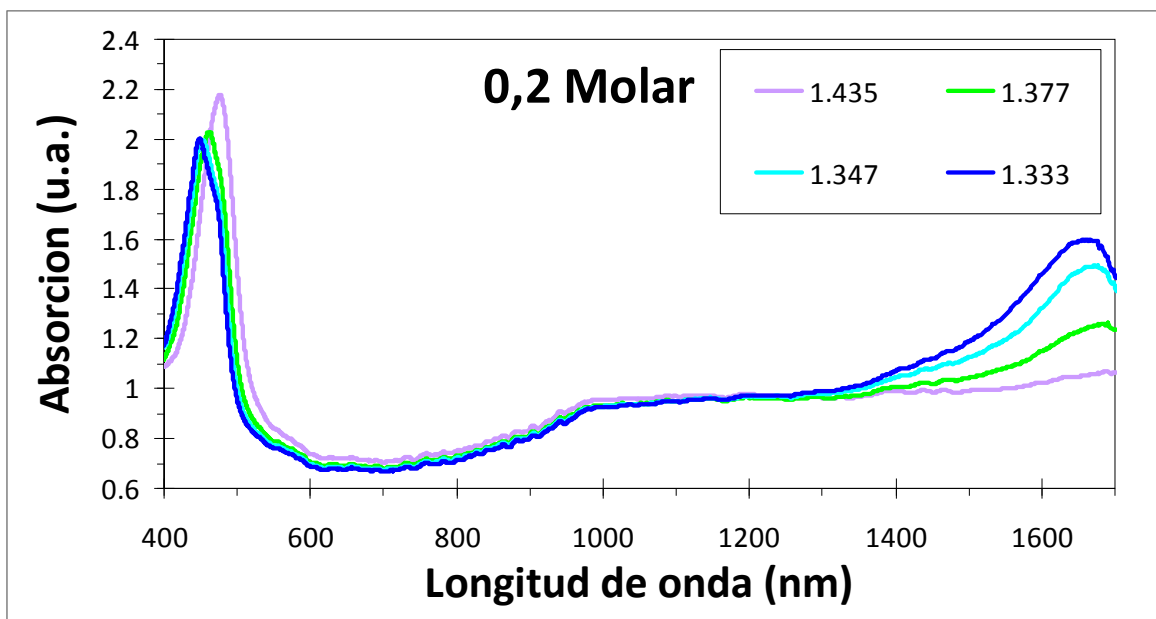


Figura 4.11: Espectros de absorción de los dispositivos fabricados utilizando la disolución 0,2 Molar

De aquí se deduce que se pueden conseguir espesores mayores de capa aumentando la molaridad de la disolución utilizada en la deposición, produciendo un ahorro de tiempo en el proceso de deposición. También se han podido conseguir los mismos espesores con una molaridad más baja a cambio de aumentar el número de capas depositadas sobre el sustrato.

4.4) Estudio de la influencia de la velocidad de retirada en la deposición

Para poder observar la importancia de la velocidad de retirada del sustrato en el proceso de deposición se fabricaron diferentes recubrimientos de In_2O_3 con la disolución de 0,2 Molar pero cambiando únicamente la velocidad de retirada del sustrato.

El experimento se realizó con una velocidad de 4 cm/s como referencia y otra velocidad de 1,28 cm/s. Así, todos los parámetros de la deposición quedaban de la siguiente manera:

Parámetros de deposición:

- Molaridad → 0,2
- Numero de Capas → 10
- Velocidad de bajada → 1,28 cm/s
- Tiempo de remojo → 1'
- **Velocidad de subida** → **4 cm/s y 1,28 cm/s**
- Tiempo de calcinado → 20'
- Temperatura de calcinado → 500° C
- Tiempo de Curado final → 4h

Los resultados obtenidos muestran cómo el grosor de la capa depositada crece cuando se aumenta la velocidad de retirada hasta el punto de que se obtiene una diferencia de casi 100 nm en la capa depositada (Figura 4.12).

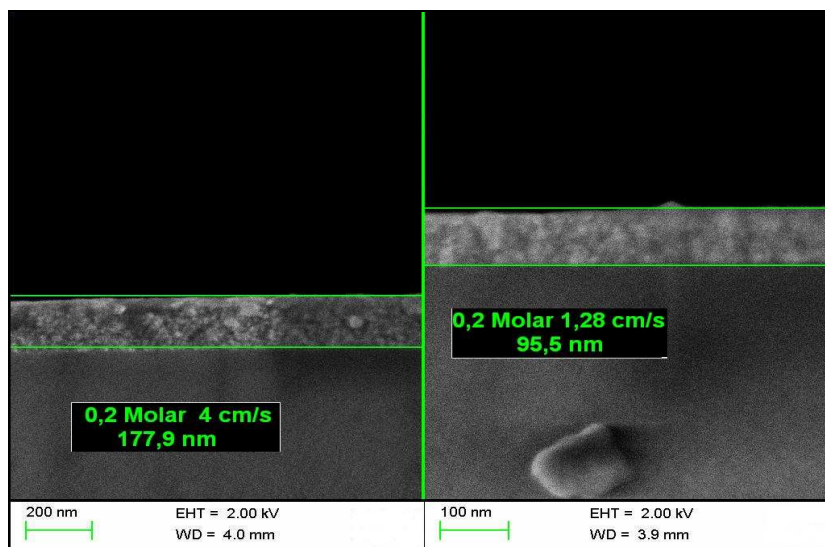


Figura. 4.12: Comparación del grosor de capas cambiando la velocidad de retirada.

Además del aumento de grosor de la capa, también se observa que con una velocidad menor de retirada del sustrato, la capa depositada en el sustrato resulta mucho mas uniforme. Esto se debe a que al reducir la velocidad de extracción, los iones de indio se asientan de forma más ordenada sobre la fibra, produciendo una capa mas compacta después de la oxidación.

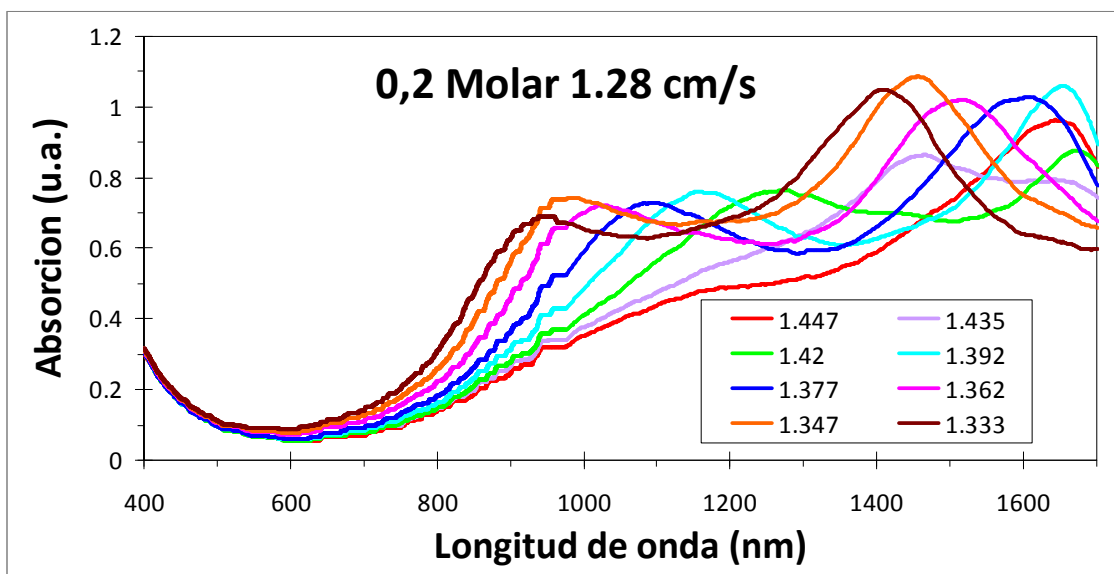


Figura 4.13: Espectros de absorción de los dispositivos fabricados utilizando la disolución 0,2 Molar y una extracción del sustrato de 1,28 cm/s

Comparando las figuras 4.11 y 4.13 se observa como la diferencia de espesores entre ambos dispositivos provocada por el cambio en la velocidad de extracción del sustrato, provoca el desplazamiento de los picos de resonancia. Además se observa que el espectro electromagnético es similar al dispositivo fabricado anteriormente con una disolución de 0,1 molar y 14 capas (Figura 4.4), pero con unos picos de resonancia mas marcados gracias a que el recubrimiento fabricado con una menor velocidad de extracción es mas homogéneo.

4.5) Estudio de la influencia de la concentración de surfactante en la fabricación de los recubrimientos

Otro elemento que se estudió fue la cantidad de surfactante “Tween 80” que se añade a la disolución. La misión de este componente es la de espesar la disolución, para con ello mejorar el proceso de deposición.

Así pues, se fabricaron diferentes recubrimientos con una disolución que contuviese una cantidad mayor de “Tween 80”. Se probó con una cantidad de 3 ml en 50 ml de disolución, (tres veces más de lo utilizado anteriormente).

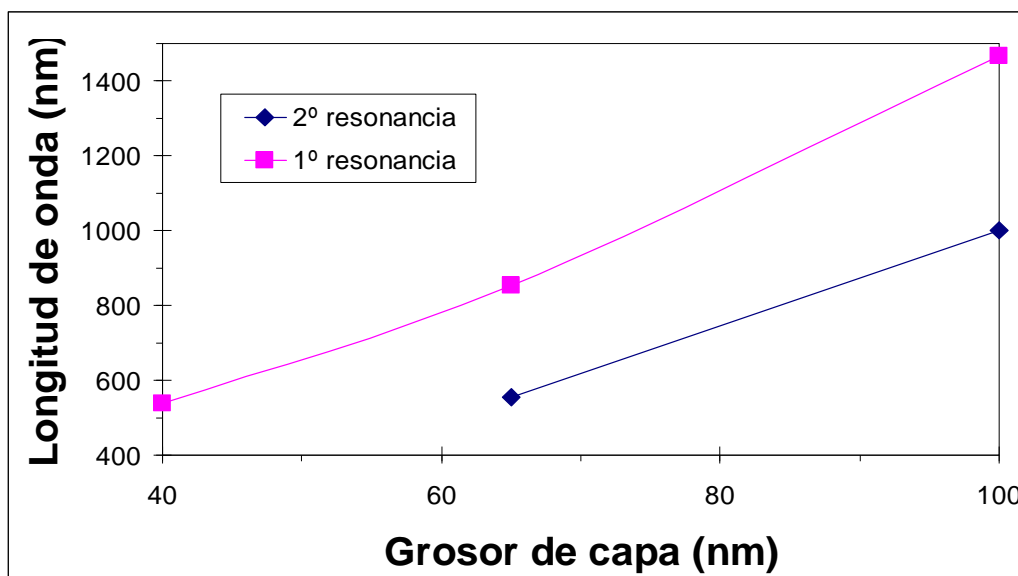


Figura. 4.14: Aparición de las resonancias en función del grosor de capa para recubrimientos con 3ml de Tween80

Los resultados obtenidos para estos dispositivos (Figura 4.14) muestran que se sigue conservando la relación lineal de aparición de los picos que encontrábamos anteriormente con la salvedad de que el dispositivo fabricado tiene mucho más ruido y presenta unos picos más anchos y menos marcados (Figura 4.15). A su vez el grosor de las muestras ha cambiado con relación a los estudios anteriores, aumentando de unos 50 nm que mostraban los recubrimientos fabricados con 1 ml de Tween80 a unos 90nm con los fabricados con 3 ml de Tween80.

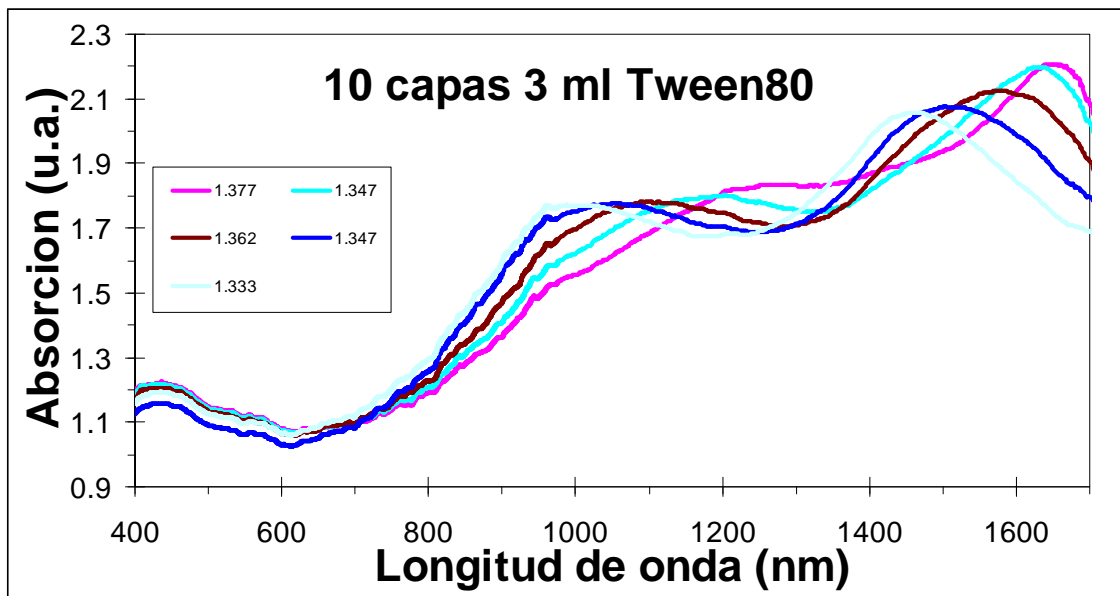


Figura. 4.15: Espectros de absorción de los dispositivos fabricados con de 3 ml de Tween80

4.6) Estudio sobre espesores gruesos

Con el objetivo de poder visualizar el segundo pico TE de resonancia se decidió realizar una deposición con un número elevado de capas que permitiese aumentar el grosor de la capa depositada sobre el sustrato, y así el espectro se moviese hacia el infrarrojo y se pudiesen observar estos picos con los espectrómetros.

Para poder visualizar el segundo pico TE se determinó la cifra de unos 400 nm como el espesor de capa a alcanzar, que según las simulaciones que aparecen en la figura 4.16 situarían el pico en torno a los 900 nm en el espectro electromagnético. Se estableció que para conseguir unos espesores semejantes se fabricasen dispositivos de 14 y 18 capas utilizando una disolución de 0,2 Molar.

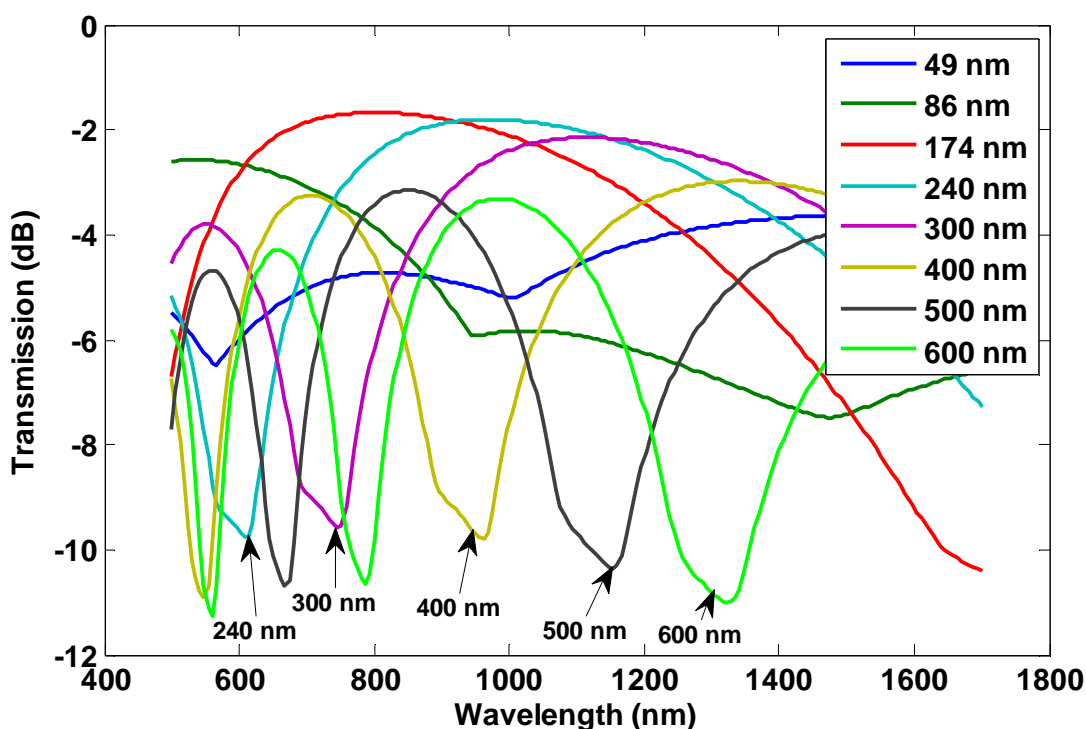


Figura. 4.16: Simulación del espectro de absorción en función del espesor de capa

Parámetros de deposición:

- Molaridad → 0,2
- **Numero de Capas** → **14 y 18**
- Velocidad de bajada → 1,28 cm/s
- Tiempo de remojo → 1'
- Velocidad de subida → 4 cm/s
- Tiempo de calcinado → 20'
- Temperatura de calcinado → 500° C
- Tiempo de Curado final → 4h

A pesar del número de capas y de la molaridad de la disolución solo se consiguieron espesores de 213 nm para los dispositivos de 14 capas y 255 nm para los de 18 capas, que fueron insuficientes para poder visualizar el pico con claridad. Además se observó un descenso del crecimiento conforme aumentaba el número de capas.

Como solución al problema anterior de crecimiento se optó por el aumento en la velocidad de extracción para conseguir espesores mayores. El único problema que se encontró en este caso fue que con el robot no se podían realizar extracciones controladas a más de 4 cm/s, con lo que las extracciones se llevaron a cabo a mano, sin poder controlar con precisión la velocidad de subida.

Con esta técnica se consiguieron grosores de más de 700 nm, pero las capas depositadas presentaban una superficie muy poco uniforme, como aparece en la figura 4.17.

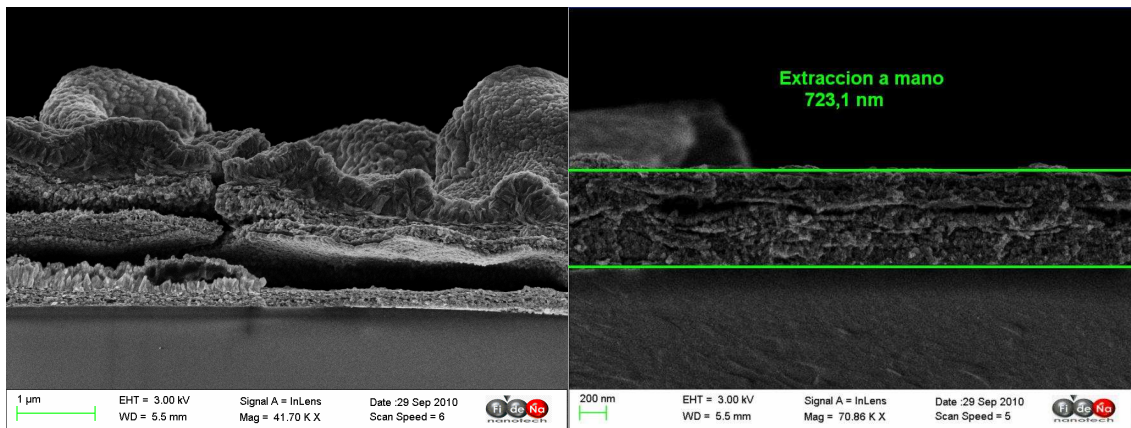


Figura. 4.17: Detalle de la capa depositada

Otro efecto que tiene un aumento en la velocidad de extracción, es el aumento en la anchura del pico en su espectro. Este fenómeno se puede observar perfectamente en su espectro electromagnético en la figura 4.18.

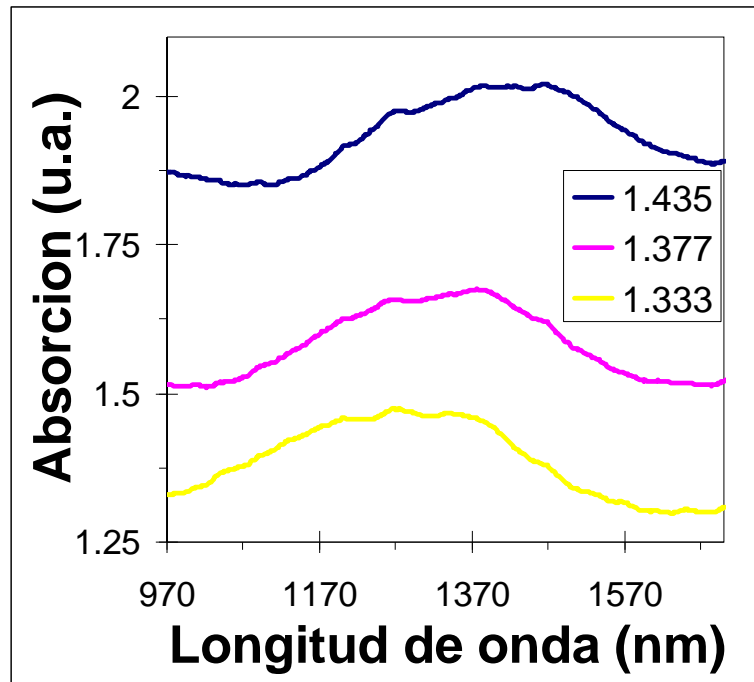


Figura. 4.18: Absorción del dispositivo extraído a mano

En conclusión los resultados obtenidos experimentalmente corroboran las simulaciones realizadas en las que los modos de polarización no se pueden observarse por separado, produciéndose un solapamiento entre ellos.

Por otro lado, y debido a que el espesor del recubrimiento no es muy homogéneo, se produce un aumento de la absorción y los niveles de ruido como se observa en la figura 4.18.

5) COMPARACION ENTRE In_2O_3 e ITO

En este capítulo se va a comparar la respuesta de varios dispositivos fabricados con oxido de indio con otros fabricados con ITO con la misma técnica. Para ello se van a construir tres dispositivos diferentes por cada material, con espesores de recubrimiento de In_2O_3 de 49 nm, 86 nm y 174 nm respectivamente y se compararan en la con los obtenidos con ITO de espesores de recubrimiento de 115 nm, 220 nm y 440 nm.

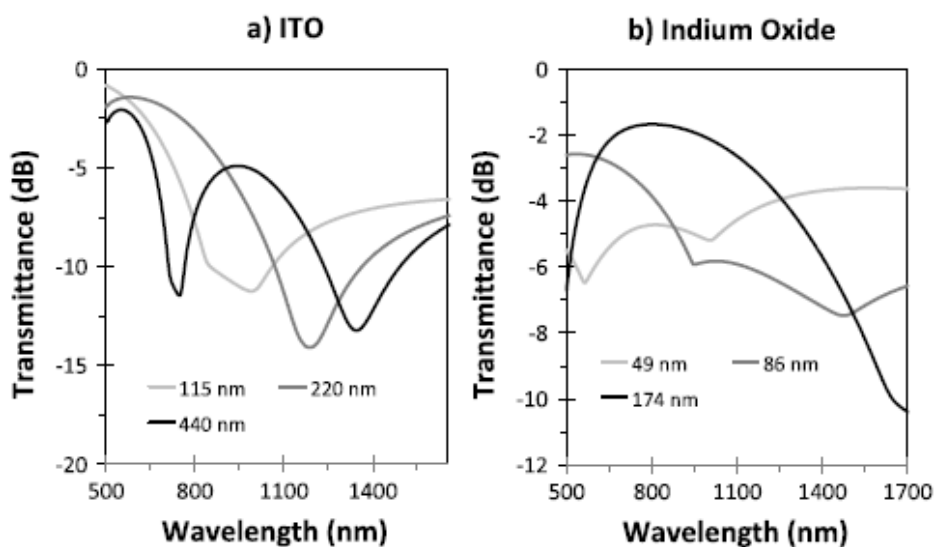


Figura. 5.1: Simulaciones de los espectros de transmisión en función del grosor de capa para recubrimientos con ITO y con In_2O_3 . [13]

En la figura 5.1 se muestran las simulaciones de los espectros de transmisión obtenidos para los dispositivos comentados anteriormente. En todos los casos, los dispositivos se han simulado para un índice de refracción externo de 1,321 (agua). Estos resultados se pueden comparar con la figura 5.2 que muestra los resultados experimentales obtenidos para los mismos dispositivos.

Se puede apreciar en la comparación de ambas figuras (figura 5.1 y figura 5.2), la similitud entre los datos obtenidos mediante la simulación y los obtenidos experimentalmente.

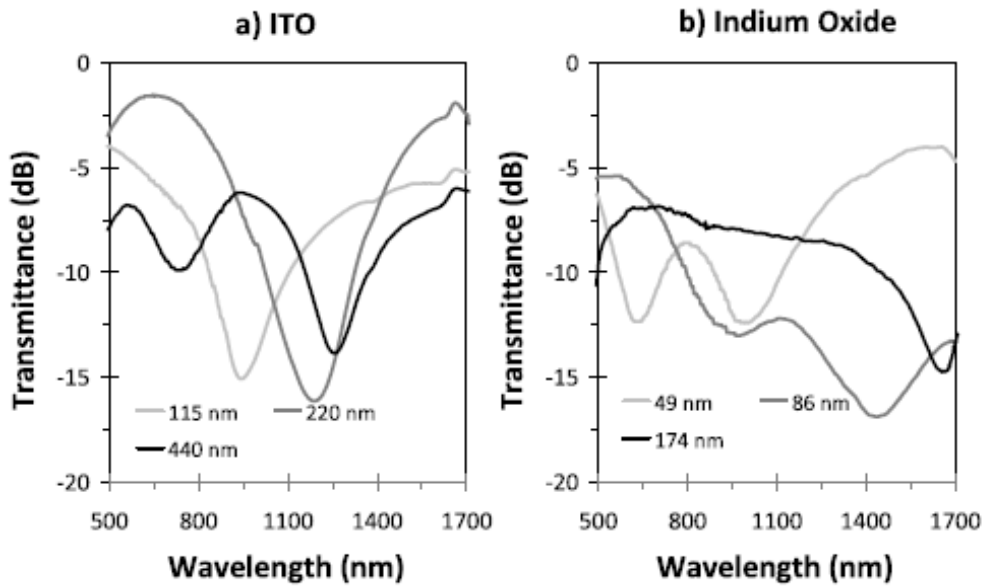


Figura. 5.2: Espectros de transmisión en función del grosor de capa obtenidos experimentalmente [13]

Una conclusión que se puede extraer de la figura 5.2 es que en el ITO las resonancias LMR están mucho más distanciadas entre sí que en el óxido de indio, y solo cuando se aumenta mucho el espesor de la capa de ITO (440 nm) se puede llegar a observar la segunda LMR. Por el contrario en el óxido de indio con tan solo 49 nm ya se observan las dos LMR en el rango de 500 nm - 1700 nm.

Como ya se ha explicado en el capítulo anterior en el que se detallaban los modelos teóricos del ITO y del In_2O_3 , en los espectros obtenidos de los dispositivos fabricados con In_2O_3 se observan los dos modos TE y TM de polarización mientras que en el ITO se observa un solo pico debido a la contribución de ambos modos.

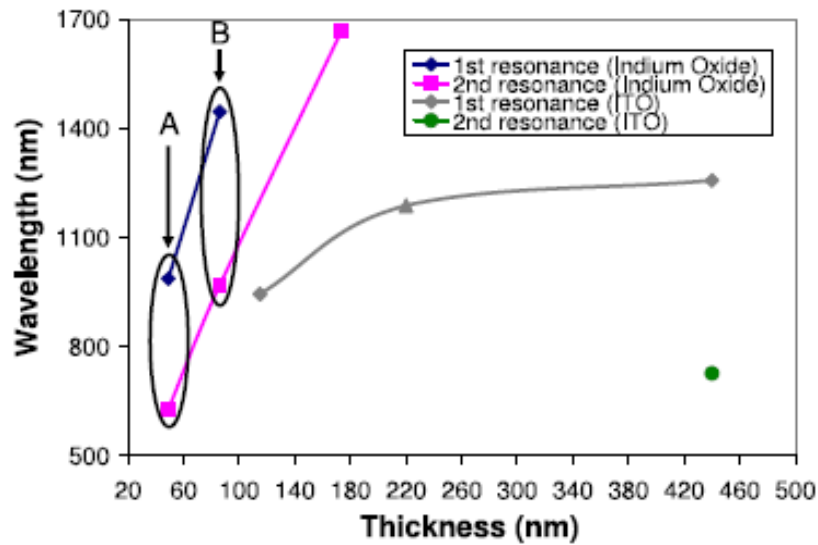


Figura. 5.3: Resonancias del ITO y In_2O_3 en función del espesor de capa depositada. [13]

Otra diferencia que se puede observar entre el ITO y el oxido de indio se aprecia en la figura 5.3. Aquí se ve como el oxido de indio mantiene la relación lineal entre el grosor de capa y la longitud de onda de las resonancias, mientras que el ITO no conserva esta linealidad. Este fenómeno ocurre, como ya se ha visto en el capítulo 2, porque en el caso del oxido de indio se satisfacen las condiciones para los modos con pérdida en el rango 500nm-1700nm.

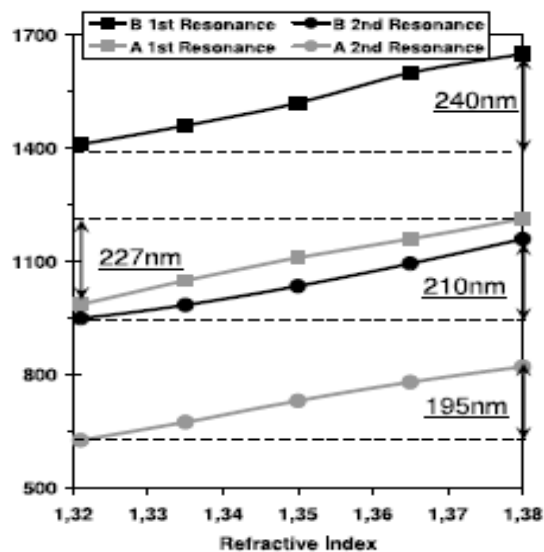


Figura. 5.4: Resonancias obtenidas con un recubrimiento de In_2O_3 con espesores de 49 nm(A) y otro de 86 nm (B)[13]

Además de esto, el óxido de indio presenta unas sensibilidades superiores a los 1520 nm/ RIU obtenidos en el caso del ITO. En la figura 5.4 aparecen representadas las sensibilidades de las resonancias para el óxido de indio. Estas son de 3.296 nm / RIU para el pico TE y para el TM de 3.847 nm / RIU en el dispositivo de 49 nm. En los dispositivos recubiertos de 86 nm se obtiene una sensibilidad de 3.333 nm / RIU para el TE, mientras que se obtienen 4.000 nm / RIU para TM.

6) APLICACIONES

El objetivo de este capítulo era comprobar la sensibilidad que presentan los dispositivos fabricados con óxido de indio a parámetros como son la humedad, temperatura, o la presencia de algunos gases como amoníaco, CO₂, etc.

Para la realización de todas las pruebas siguientes se utilizó un dispositivo con un recubrimiento de In₂O₃ de 86 nm de espesor.

6.1) Cámara climática

La cámara climática permite el control de los parámetros de temperatura y humedad mediante el programa informático “Winkratos”. Con este software se programaron dos pruebas consistentes en variaciones de un parámetro manteniendo el otro constante.

6.1.1) Sensibilidad a la Humedad Relativa

Con esta prueba estudiará la respuesta del dispositivo a cambios en la humedad del aire en el que está presente el sensor. Para ello se programarán dos ciclos de cambios de humedad que oscilan del 20% de humedad al 80% con subidas de la humedad del 10%, manteniendo constante la temperatura a 20° C. Los intervalos de estabilización tendrán una duración de 30 minutos para que las variaciones de humedad se estabilicen y otros 30 minutos de mantenimiento.

En la figura 6.1 y figura 6.2 se puede observar la respuesta del dispositivo a las variaciones en la humedad relativa (RH). La existencia de dos picos, hace que haya un pico de resonancia en el rango de cada espectrómetro, permitiendo analizarlos de forma independiente.

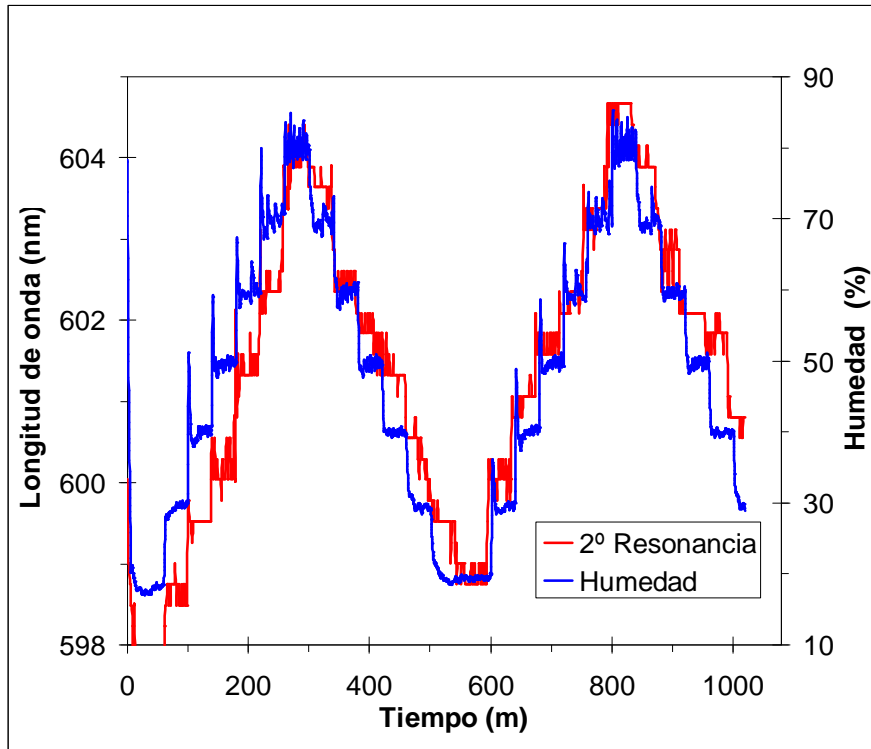


Figura. 6.1: Respuesta de la resonancia TM (Rojo) en función de la humedad relativa presente (Azul)

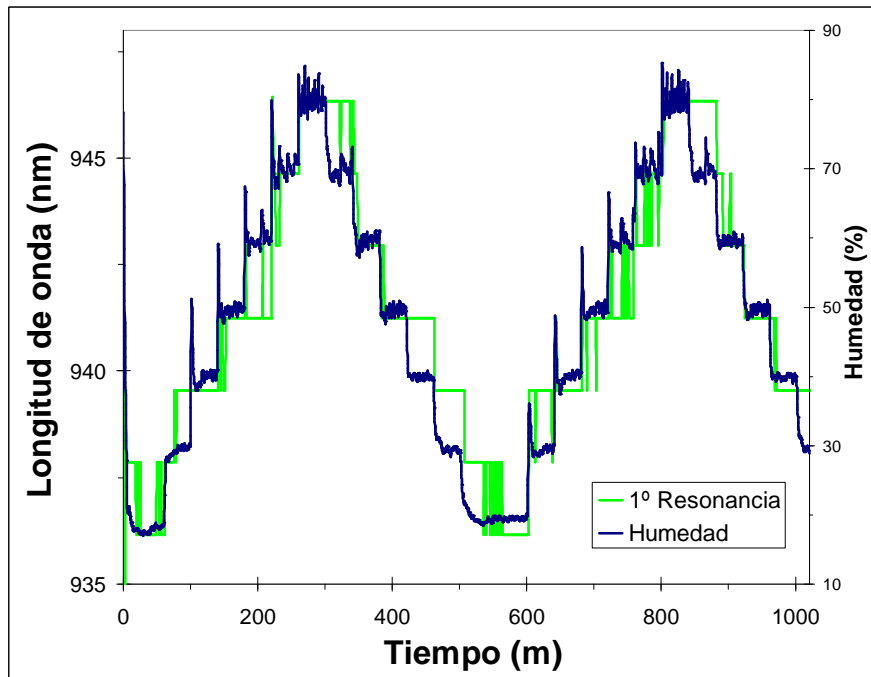


Figura. 6.2: Respuesta de la resonancia TE (Verde) en función de la humedad relativa presente (Azul)

Como se puede observar en las figuras anteriores el dispositivo reacciona acorde a los cambios producidos en la humedad, mostrando una sensibilidad de 10 nm en la primera resonancia y de 5 nm en la segunda resonancia, para variaciones de humedad entre el 20 y el 80%. Con una sensibilidad de $83,3 * 10^{-3}$ nm / % RH para la 2º resonancia y $166.6 * 10^{-3}$ nm / % RH para la 1º resonancia.

Se puede afirmar que el dispositivo fabricado es sensible a la humedad, aunque la sensibilidad obtenida es demasiado baja para poder utilizarlo de forma comercial. Para que el dispositivo se pudiese comercializar, se necesitaría depositar sobre el In_2O_3 algún otro material que variase su índice de refracción en función de la humedad.

6.1.2) Sensibilidad a la Temperatura

En esta prueba se utiliza el mismo montaje que en la anterior, con el único cambio de que hay que variar el programa de la cámara climática para que manteniendo una humedad constante del 30% realice los ciclos de subida y bajada de la temperatura en un rango que variará desde los 20° C a los 80° C con escalones de 10° C y tiempos de estabilización y mantenimiento de 30 minutos.

Los resultados obtenidos se presentan en la figura 6.3 y figura 6.4 donde se puede observar, como en este caso no se ha obtenido correlación alguna entre los cambios de temperatura y el espectro del sensor.

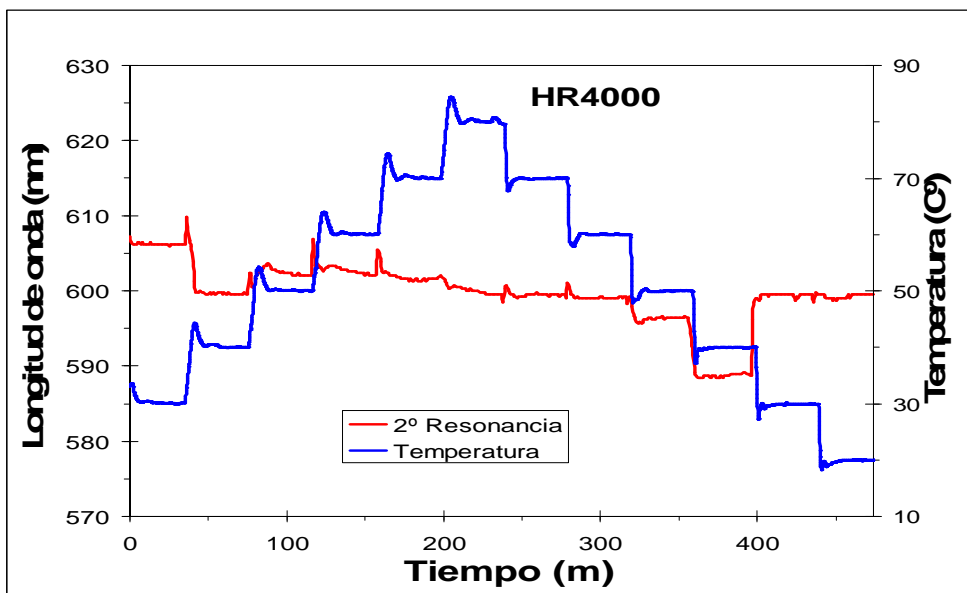


Figura. 6.3: Respuesta del dispositivo en el HR4000 (Rojo) en función de la temperatura presente (Azul).

Aunque se producen variaciones en las resonancias no hay correlación entre la respuesta del sensor y la variación de la temperatura. Además las variaciones son de unos pocos nanómetros (2-3). Esto es debido a que aunque la humedad debería mantenerse constante, se producen unos pequeños desajustes en ella producidos por el cambio de temperatura en la cámara.

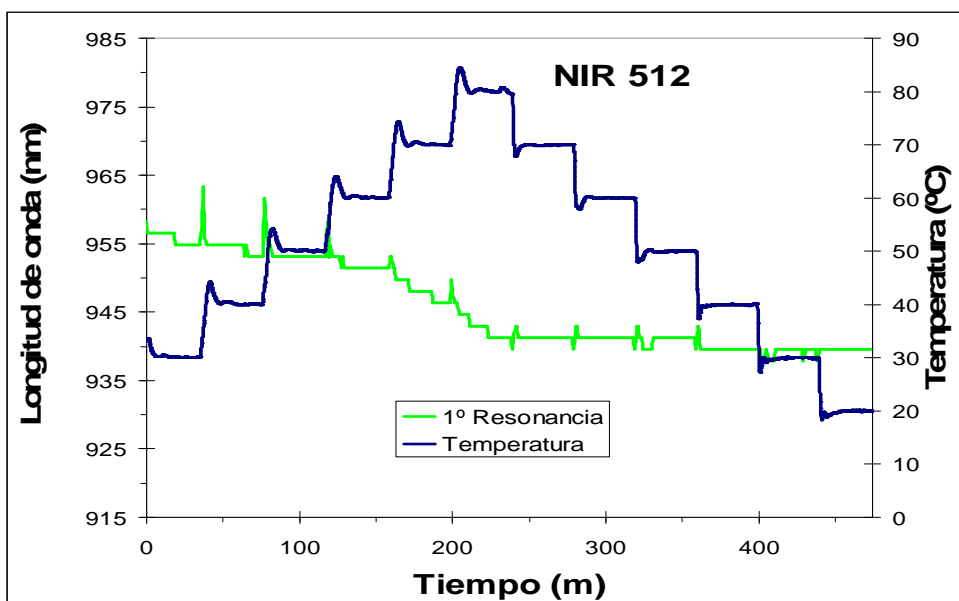


Figura. 6.4: Respuesta del dispositivo en el NIR 512 (Verde) en función de la temperatura presente (Azul).

Se puede descartar la temperatura como factor que influye en el dispositivo, pues las variaciones obtenidas son muy pequeñas como para tenerlas en cuenta. Aún así habría que realizar pruebas a temperaturas más altas para comprobar si el dispositivo se mantiene igual o varía sus propiedades.

6.2) Sensibilidad a gases y compuestos orgánicos (VOCs) volátiles

En este apartado se van a presentar los resultados obtenidos en las pruebas a las que se ha sometido el dispositivo a la presencia de diferentes sustancias, como gases (CO₂, NO₂, etc.) y VOCs (acetona, metanol, etc.)

6.2.1) CEM

Utilizando el sistema CEM se probó con dos gases distintos, realizando periodos de exposición del sensor al gas seleccionado y periodos en los que solo había concentración de nitrógeno.

6.2.1.1) Sensibilidad al Amoniac

La mezcla de amoniac que se utilizó para la prueba resultó de una mezcla al 80% de la botella de amoniac con nitrógeno al 99%, con lo que se obtuvo una mezcla de amoniac con una concentración de 9700 ppm.

En la figura 6.5 se puede observar la gráfica de respuesta del dispositivo, en la que se observa en azul la concentración de amoniac y la respuesta del sensor en verde. Aunque la variación es tan solo de 1,5 nm la gráfica muestra que el tiempo de respuesta es relativamente pequeño, manteniéndose después muy estable.

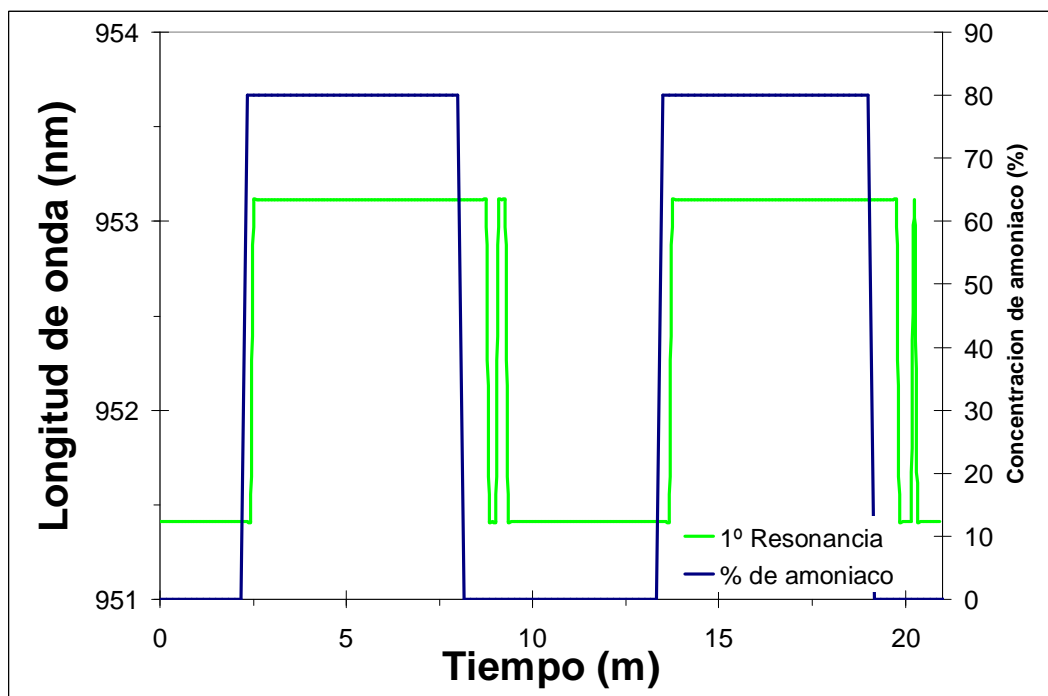


Figura. 6.5: Respuesta del dispositivo a la presencia de amoníaco

Se puede descartar el dispositivo para aplicarlo con fines comerciales, pues aunque la respuesta del dispositivo se muestra bastante estable, las variaciones obtenidas apenas superan los 1,5nm conseguidos para unas concentraciones altas del gas.

6.2.1.2) Sensibilidad al CO₂

La mezcla de CO₂ que se utilizó para la prueba se compuso de una mezcla al 12,5 % de CO₂ y nitrógeno. En la figura 6.6 se puede observar la grafica de respuesta del dispositivo ante los ciclos realizados entre N₂ y CO₂.

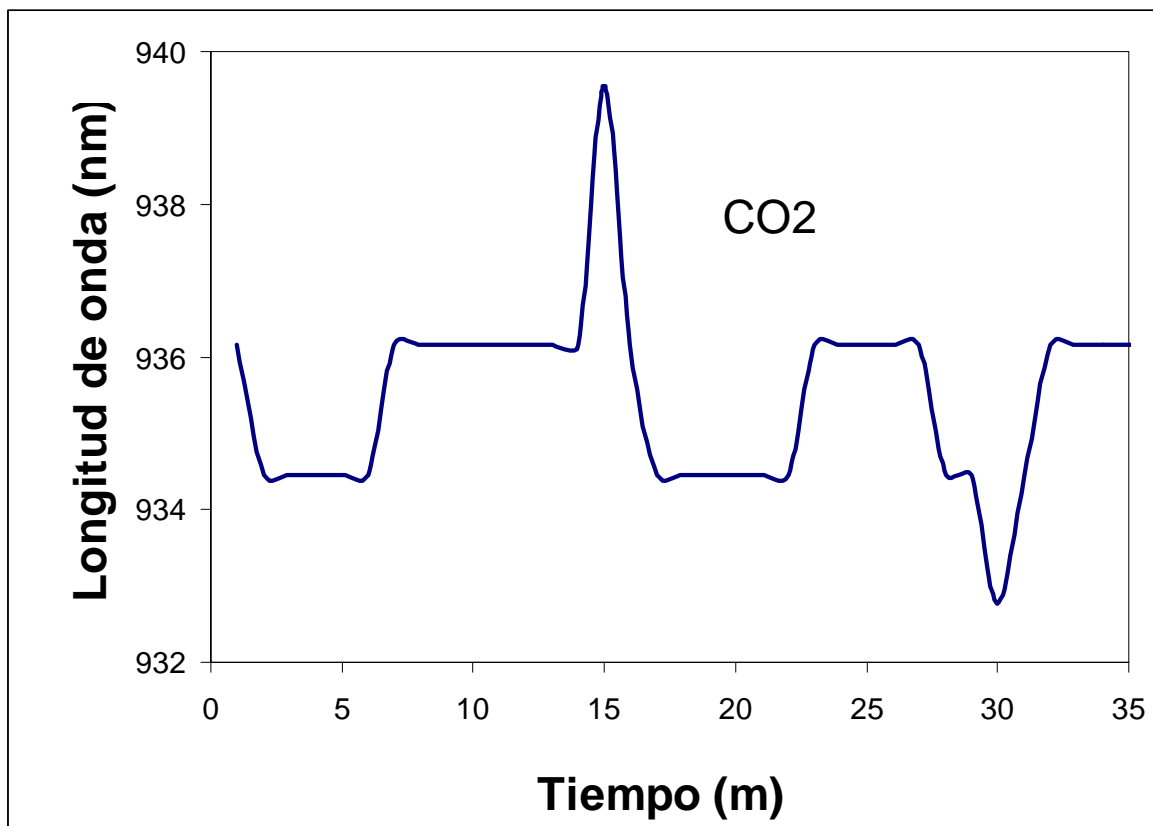


Figura. 6.5: Respuesta del dispositivo a la presencia de CO₂

Cabe destacar la aparición de los picos en los minutos 15 y 30. Esto es debido a una mala regulación de la mezcla, provocando un aumento o una reducción en la concentración de los gases que circulan por la cámara de gases.

La sensibilidad que el dispositivo presenta a este gas es de 0.16 nm/% de CO₂ sensibilidad demasiado baja para poder utilizarse de forma comercial,

6.2.2) Sensibilidad a diferentes VOCs

Para este apartado se utilizó la misma configuración que el anterior pero no se conectó el CEM a la cámara de gases, sino que en su lugar se taponaron la entrada y salida de gases.

Para exponer al dispositivo a otro tipo de sustancias volátiles se utilizó otra técnica que consistía en añadir 50µl (aprox.1000ppm) de la sustancia en la cámara sellada y esperar a su evaporación para después medir la deriva producida en el pico de la resonancia.

Las sustancias utilizadas en estas pruebas fueron: Metanol al 99,9 %, Etanol al 99,5 %, Amoniacó con 1 mol/l, Acetona al 99,4 % e Isopropyl alcohol al 99,7%. Las variaciones de cada uno de ellos respecto al pico de resonancia al aire se muestran en la Tabla 6.1

| Isopropyl | Amoniacó | Acetona | Metanol | Etanol |
|------------------|-----------------|----------------|----------------|---------------|
| 22 | 18 | 12 | 8 | 7 |

Tabla. 6.1: Variaciones en nm con respecto al pico de resonancia al aire.

Como se puede observar en la tabla anterior, el dispositivo muestra sensibilidad a varias sustancias teniendo desplazamientos mayores ante la presencia de Amoniacó o Isopropyl-alcohol.

Cabe destacar el resultado obtenido del amoniacó, pues con menos ppm de concentración se ha conseguido un desplazamiento mayor. Esto es debido a que al evaporar 50µl de amoniacó con 1 mol/l, a parte de producirse la evaporación del amoniacó, también se produce la evaporación del agua que contiene, influyendo de esta manera la humedad generada en el dispositivo.

7) CONCLUSIONES FINALES

En esta sección final se comentará a modo resumen los principales resultados obtenidos en este proyecto relacionándolos entre ellos para dar una visión general del trabajo realizado.

La primera parte del proyecto se ha centrado en conseguir depositar con éxito óxido de indio en la fibra óptica, a la vez que se adquiría una metodología de trabajo correcta en la utilización de equipos y sustancias del laboratorio.

Una vez conseguido el objetivo de depositar satisfactoriamente óxido de indio en la fibra se han realizado diversos estudios sobre ésta, de los que se han podido extraer las siguientes conclusiones:

- Se ha observado la aparición de LMRs en los espectros de las fibras depositadas con óxido de indio. Este fenómeno permite al dispositivo ser capaz de medir cambios en el índice de refracción externo.
- Se ha podido comprobar con el estudio de capas que conforme aumentamos el número de capas depositadas en el sustrato el grosor de la capa crece de forma lineal hasta un número de capas cercano a 14, en donde el crecimiento parece estancarse.
- El estudio de la molaridad también revela que un aumento en la molaridad de la disolución utilizada en la deposición también produce un aumento en el espesor de la capa.
- Con el calcinado posterior dado a los portales depositados se ha comprobado que la resistividad de la capa de óxido de indio aumentaba considerablemente en un orden superior a cuatro, a la vez que también aumentaba la transparencia de los portales.

- Las imágenes obtenidas con el microscopio SEM han confirmado que una extracción del sustrato rápida provoca un aumento en el grosor de la capa, perdiendo a su vez homogeneidad.
- Se ha mostrado que el óxido de indio, a diferencia del ITO, permite observar los dos modos de polarización de las LMR y realizar así medidas con dos referencias.
- La construcción de sensores con óxido de indio resulta tener más sensibilidad que los realizados con ITO, llegando esta a 6925,7 nm/RIU y mejorando en el doble los dispositivos de ITO en el rango de 1.32 a 1.38.
- Se ha conseguido visualizar los segundos picos de las polarizaciones TE y TM que, como aparecía en las simulaciones, se solapan creando un solo pico más ancho.
- Los dispositivos fabricados han sido expuestos a variaciones de humedad, temperatura, flujos de distintos gases y VOCs. El sensor ha mostrado una alta correlación en la respuesta a los ciclos de humedad, sensibilidad a diversas sustancias y poca interferencia de la temperatura en su respuesta en el rango de 20° C a 80° C.

Se puede concluir diciendo que se ha fabricado un refractómetro utilizando un material nuevo, que tiene una gran sensibilidad y que por sus cualidades lo convierten un buen candidato para servir de base en la fabricación de futuros sensores.

8) LINEAS FUTURAS

A continuación se intentará exponer las posibles líneas futuras y aspectos a desarrollar de este proyecto.

- Fabricar sensores basados en recubrimientos sensibles depositados sobre el In_2O_3 , los cuales modifiquen su índice de refracción con la sustancia a medir. Esto abre las puertas a un inmenso campo de aplicaciones mediante la utilización de materiales poliméricos, encimas, anticuerpos, etc.
- Realizar la deposición de fibra con un aparato que permita una velocidad de retirada mayor que 4cm/s. a velocidad constante con el objetivo de conseguir espesores mayores pero mas homogéneos.
- Estudiar cuál sería la longitud mínima de fibra mediante la cuál se observarían LMR.
- Establecer un mejor proceso de curado en nitrógeno para estabilizar la deposición.
- Depositar oxido de indio con otros métodos de deposición, Sputtering, spin-coating, etc.
- Depositar otro tipo de óxidos metálicos sobre fibra óptica con el objetivo de mejorar las características de los de In_2O_3 .
- Depositar sobre diferentes tipos de fibras como HCF, PCF, LPGs., etc.
- Fabricar un dispositivo portátil interrogador óptico que integre este tipo de sensores basados en LMR.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFÍA

- [1] http://es.wikipedia.org/wiki/Ley_de_Snell
- [2] 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.
- [3] 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.
- [4] R. C. Jorgenson, S. S. Yee, "A fiber-optic chemical sensor based on surface Plasmon resonance," *Sensors and Actuators B*, vol. 12, pp. 213-220, 1993.
- [5] R. Slavik, J. Homola, R. Brynda, "A miniature fiber optic surface plasmon resonance sensor for fast detection of staphylococcal enterotoxin B", *Biosens. Bioelectron.*, vol. 17, pp. 591-595, 2002.
- [6] M. Marciniak, J. Grzegorzewski, M. Szustakowski, "Analysis of lossy mode cut-off conditions in planar waveguides with semiconductor guiding layer," *IEEE Proceedings J.*, vol. 140, pp. 247-251, 1993.
- [7] Tesis Doctoral: "Contribución al desarrollo de sensores de fibra óptica basados n recubrimientos micro y nanoestructurados". Carlos Ruiz Zamarreño. (2009).
- [8] T. E. Batchman, G. M. McWright, "Mode coupling between dielectric and semiconductor planar waveguides," *IEEE J. Quantum Electron.*, vol. 18, pp. 782-788, 1982.
- [9] R. F. Carson, T. E. Batchman, "Multimode phenomena in semiconductor-clad dielectric optical waveguide structures," *Applied Optics*, vol. 29, pp. 2769-2780, 1990.
- [10] Y. Yang, et al. "Refractive indices of textured indium tin oxide and zinc oxide thin films," *Thin Solid Films*, vol. 510, pp. 95-101, 2006.
- [11] I. Hamberg, A. Hjortsberg, C. G. Granqvist, "High quality transparent heat reflectors of reactively evaporated indium tin oxide," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 40, pp. 362-364, 1982.
- [12] S. Laux, et al., "Room-temperature deposition of indium tin oxide thin films with plasma ion assisted evaporation," *Thin Solid Films*, vol. 335, pp. 1-5, 1998.

- [13] I Del Villar¹, C R Zamarreño, P Sanchez, M Hernaez, C F Valdivielso, F J Arregui and I R Matias “Generation of lossy mode resonances by deposition of high-refractive-index coatings on uncladded multimode optical fibers” *J. Opt.* 12 (2010) 095503 (7pp).
- [14] Y. Xu, N. B. Jones, J. C. Fothergill, C. D. Hanning, “Analytical estimates of the characteristics of surface Plasmon resonance fibre-optic sensors,” *J. Mod. Opt.*, vol. 47, pp. 1099-1110, 2000.
- [15] A. K. Sharma, B. D. Gupta, “On the sensitivity and signal to noise ratio of a step-index fiber optic surface plasmon resonance sensor with bimetallic layers,” *Opt. Comm.*, vol. 245, pp. 159-169, 2005.
- [16] Y. Xu, A. Cottenden, N. B. Jones, “An approximate theoretical model of surface plasmon resonance optical waveguide and fibre-optic sensors,” *Opt. Quantum Elec.*, vol. 37, pp. 1129-1140, 2005.
- [17] H. Suzuki, M. Sugimoto, Y. Matsui, J. Kondoh, “Effects of gold film thickness on spectrum profile and sensitivity of a multimode-optical-fiber SPR sensor,” *Sensors and Actuators B*, vol. 132, pp. 26-33, 2008.
- [18] B. D. Gupta, C. D. Singh, “Influence of skew rays on the sensitivity of signal-to-noise ratio of a fiberoptic surface-plasmon-resonance sensor,” *Applied Optics*, vol. 46, pp. 4563-4569, 2007.
- [19] J. Homola, *Surface Plasmon Resonance Based Sensors* (Springer, Berlin), 2006.
- [20] B. Culshaw, A. Kersey, “Fiber-optic sensing: A historical perspective,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 26, pp. 1064-1078, 2008.
- [21] O. S. Wolfbeis, “Fiber-optic chemical sensors and biosensors,” *Anal. Chem.* vol. 76, pp. 3269-3284, 2004.
- [22] Agrawal G P 2001 *Nonlinear Fiber Optics* 3rd edn (New York:Academic) p 8
- [23] Del Villar I, Matias I R, Arregui F J and Lalanne P 2005 *Opt.Express* 13 56–69
- [24] Oechsner, H., “Sputtering-a review of some recent experimental and theoretical aspects”, *Applied Physics* 8 (3), pp. 185-198
- [25] Patil, P.S., “Versatility of chemical spray pyrolysis technique”, *Materials Chemistry and Physics* 59 (3), pp. 185-198

- [26] Brinker, C.J., Hurd, A.J., Schunk, P.R., Frye, G.C., Ashley, C.S., “Review of sol-gel thin film formation”, *Journal of Non-Crystalline Solids* 147-148 (C), pp. 424-436
- [27] Batchman T E and McWright G M 1982 IEEE J. Quantum Electron. 18 782–8
- [28] R. Ota et al., “Indium-tin-oxide films prepared by dip coating using an ethanol solution of indium chloride and tin chloride,” *Surf. Coat. Tech.* 169, (2003) 521-524.
- [29] K. M. MANESH, P. SANTOSH, A. GOPALAN, K-P. LEE, “Electrospun poly(vinylidene fluoride)/poly(aminophenylboronic acid) composite nanofibrous membrane as a novel glucose sensor”. *Analytical Biochemistry* 360 (2007) 189-195.
- [30] <http://nano.mtu.edu/documents/Electrospinning.swf>
- [31] C. Cantalini, W. Wlodarskib, H.T. Sunb, M.Z. Atashbarb, M. Passacantando, A.R. Phanic, S. Santucci, “Investigation on the cross sensitivity of NO₂ sensors based on In₂O₃ thin films prepared by sol-gel and vacuum thermal evaporation”, *Thin Solid Films* 350 (1999) 276-282

PRESUPUESTO

En este capítulo se ha realizado una estimación del presupuesto del presente Proyecto Fin de Carrera en el caso de ser considerado como un proyecto de investigación dentro de una empresa. En él se tiene en cuenta el coste del personal encargado de realizarlo y el coste de todo el material empleado.

1.- COSTE DE PERSONAL

En el coste de personal se consideran los salarios de las personas que participan en la realización del proyecto considerando también las cargas sociales añadidas.

1.1.- Salario base

Se consideran los sueldos de un futuro ingeniero y un responsable que dedica un 20% de su trabajo en tareas de asesoramiento y revisión.

| | Meses | Sueldo / Mes (€) | Total (€) |
|-------------------------------|-------|------------------|--------------|
| Ingeniero de Telecomunicación | 10 | 1500 | 18000 |
| Responsable asesor | 10 | 600 | 7200 |
| TOTAL | | | 25200 |

1.2.- Cargas sociales

Se consideran las siguientes cargas sociales:

| | Porcentaje |
|------------------------------|-------------------|
| Indemnización despido | 3% |
| Seguros de accidente | 5% |
| Subsidio familiar | 3% |
| Subsidio vejez | 5% |
| Abono días festivos | 10% |
| Días de enfermedad | 2% |
| Plus de cargas familiares | 3% |
| Gratificación extraordinaria | 10% |
| Otros conceptos | 8% |
| TOTAL | 49% |

1.3.- Salarios efectivos

Al salario mensual del ingeniero y del asesor del proyecto se debe añadir el conjunto de cargas sociales anteriormente citadas.

| | Salario base (€) | Cargas sociales (€) | Salario total (€) |
|-------------------------------|-------------------------|----------------------------|--------------------------|
| Ingeniero de telecomunicación | 18000 | 8820 | 26820 |
| Responsable asesor | 7200 | 3528 | 10728 |
| TOTAL | | | 37548 € |

2.- COSTE DE MATERIALES

En el coste de material se incluye el alquiler o compra de equipos de laboratorio, el material fungible y la edición del proyecto.

2.1.- Material de laboratorio

| | Cantidad | Precio unitario (€) | Importe (€) |
|--|----------|---------------------|---------------|
| Fibra bifurcada | 1 | 120.2 | 120.2 |
| Bote de vidrio con tapón 250ml | 4 | 4.8 | 19.2 |
| Cable de conexión | 2 | 3.94 | 7.88 |
| Cinta adhesiva de PVC, rollo de 20m | 2 | 0.98 | 1.96 |
| Conector FC/PC hembra-hembra | 4 | 7.21 | 28.84 |
| Conector SMA hembra-hembra | 6 | 14 | 84 |
| Etanol 96%, botella 1 litro | 1 | 7.93 | 7.93 |
| Fibra óptica FT-200-EMT, 200 metros | 1 | 146.25 | 146.25 |
| Jeringuilla 5 ml | 30 | 0.9 | 27 |
| Latiguillo de fibra óptica multimodo | 1 | 32.25 | 32.25 |
| Portaobjetos de laboratorio | 15 | 0.3 | 4.5 |
| Protector de empalmes | 18 | 1.05 | 18.9 |
| Botella de H ₂ SO ₄ 98 % | 1 | 24.6 | 24.6 |
| Botella de H ₂ O ₂ | 1 | 12.56 | 12.56 |
| Vaso de precipitados, 40ml | 10 | 1.2 | 12 |
| Vaso de precipitados, 80ml | 5 | 1.68 | 8.4 |
| Vaso de precipitados, 200ml | 5 | 1.95 | 9.75 |
| Vaso de precipitados, 1000ml | 2 | 2.5 | 5 |
| Guantes de látex, caja 100 unidades | 1 | 20.92 | 20.92 |
| Parafilm | 1 | 58.00 | 58.00 |
| TOTAL (€) | | | 650.14 |

2.2.- Sustancias Químicas

| | Cantidad | Precio unitario (€) | Importe (€) |
|--------------------------------------|----------|---------------------|---------------|
| Tween-80 1 | 1 | 23.80 | 23.80 |
| Etanol 96% | 1 | 7.93 | 7.93 |
| In ₂ O ₃ (50g) | 1 | 450.00 | 450.00 |
| Acetona PANREAC botella 1 litro | 1 | 11.90 | 11.90 |
| TOTAL (€) | | | 493.63 |

2.3.- Equipos de laboratorio

| | Cantidad | Precio unitario (€) | Importe (€) |
|---------------------------------------|----------|---------------------|-----------------|
| Cortadora de fibra óptica Ericsson | 1 | 2358.37 | 2358.37 |
| Espectrómetro HR4000, alquiler 1 hora | 350 | 6.01 | 2103.5 |
| Espectrómetro NIR512, alquiler 1 hora | 350 | 6.01 | 2103.5 |
| Fuente de alimentación continua | 1 | 400.69 | 400.69 |
| Fusionadora de fibra, alquiler 1 hora | 20 | 30 | 600 |
| Microscopio SEM, alquiler 1 hora | 300 | 50 | 1500 |
| Horno | 1 | 950 | 950 |
| Máquina de plasma | 1 | 3000 | 3000 |
| Robot + Controladora | 1 | 5950 | 5950 |
| Ordenador personal | 1 | 1300 | 1300 |
| Máquina de agua ultrapura | 2 | 6000 | 6000 |
| SEM alquiler 1 hora | 5 | 300 | 1500 |
| AFM alquiler 1 hora | 1 | 200 | 200 |
| TOTAL (€) | | | 27966.06 |

2.4.- Material de oficina

Durante el desarrollo del proyecto ha sido necesario cierto material de oficina constituido básicamente por discos magnéticos y ópticos, bibliografía, fotocopias, diverso material de oficina y edición de la memoria. El coste de todo ello se estima en 150 euros.

2.5.- Resumen

| | |
|-------------------------|-------------------|
| Material de laboratorio | 650.14 € |
| Sustancias químicas | 493.63 € |
| Equipos de laboratorio | 27966.06 € |
| Material de oficina | 150 € |
| TOTAL | 29259.83 € |

3.- RESUMEN

Los costes calculados en los apartados anteriores forman parte de l Presupuestote Ejecución Material, sobre el que se calculan gastos generales y beneficio industrial, y al cual se le aplica el I.V.A.

| | | |
|--|----------|-------------------|
| Coste de personal | | 37548 € |
| Coste de material | | 29259.83 € |
| PRESUPUESTO DE EJECUCIÓN MATERIAL (PEM) | | 66807.83 € |
| Gastos generales | 16%(PEM) | 10689.25 € |
| Beneficio industrial | 10%(PEM) | 6680.78 € |
| PRESUPUESTO SIN I.V.A. | | 84177.08 € |
| I.V.A. | 18% | 15151.87 € |
| COSTE TOTAL | | 99328.95 € |

El coste total del proyecto asciende a la cantidad de NOVENTA Y NUEVE MIL TRESCIENTOS VEINTIOCHO (99328) euros y NOVENTA Y CINCO céntimos de euro.

ANEXO 1

Anexo1: Funciones en Matlab

En este apartado se va a comentar las funciones diseñadas para el tratamiento de los datos obtenidos. Las funciones creadas tratan en un primer término de agrupar los datos obtenidos de varias fuentes para poder operar con ellos de forma conjunta.

Función: Juntar_txt.m

```
[A] = textread('HR4000-12capas.txt');
[C] = textread('NIR-12capas.txt');

[M N]=size(A);
[M1 N1]=size(C);
B=[];
matriz_final=[];
I=zeros(3,N);
B(1:3034,1)=A(1:3034,1);
C1(1:430,1)=C(71:500,1);
D(:,1)=[B(:,1);C1(:,1)];
matriz_final(:,1)=D(:,1);

for i=1:N/2
    u=2*i;
    B(1:3034,i+1)=A(1:3034,u);
    C1(1:430,i+1)=C(71:500,u);
end

for k=3:N/2+1

    for j=1:2
        suavizar(:,j)=B(:,k);
    end

    se = strel('line', 90, 90);
    closeBW = imclose(suavizar,se);
    suavizar1 =imopen(closeBW,se);

    dif=suavizar1(3034,1)-C1(1,k);
    C1=C1+dif;
    D(:,k)=[suavizar1(:,1);C1(:,k)];

    for h=1:2
        juntos(:,h)=D(:,k);
    end

    sel = strel('line', 40, 90);
    closeBW = imclose(juntos,sel);
    suavizar2 = imopen(closeBW,sel);

    L = watershed(suavizar2);
    rgb = label2rgb(L,'jet',[.5 .5 .5]);
    P=rgb(:,1);
    indices= find(P==128);

    l=length(indices);

    if l>0
        for z=1:l
            if D(indices(z),1)>400
                picos(z,k-1)=D(indices(z),1);
            end
        end
    end

    matriz_final(:,k-1)=juntos(:,1);

end
```

Esta función se ha utilizado para agrupar los datos obtenidos de los espectrómetros Hr4000 y NIR512, para así obtener un rango continuo de datos en el espectro electromagnético que va desde los 450 nm a 1700 nm.

Para aplicar la función basta con sustituir el nombre de los archivos que queremos enlazar y en la variable “matriz_final” obtenemos una matriz compuesta por los datos de los dos espectrómetros ya preparada para su manipulación.

Además de la matriz resultante, también se realiza una búsqueda de los picos que presentan las señales recogidas por los espectrómetros, y que son producidos por las

resonancias LMR. Esta función tiene la ventaja de que puede encontrar más de un pico de resonancia, necesario por la aparición del fenómeno de doble resonancia con el In_2O_3 .

La primera parte de la función consta de las iniciaciones de las variables que se van a utilizar a lo largo del programa, posteriormente se realiza una selección de los datos que se va a utilizar, puesto que longitudes de onda por debajo de los 400 nm y superiores a los 1700 nm no interesan.

El cuerpo fundamental del programa lo conforma el bucle “for k=3:N/2+1” que calcula la diferencia entre los datos tomados de los dos archivos para luego juntarlos en la variable “D”.

Para la detección de los picos se utiliza una función llamada “watershed” que es la que marca los picos. Para validar los picos obtenidos y verificar que estos son los que realmente se querían se realiza un suavizado a la función y se introducen las condiciones que queremos que cumplan nuestros picos. De esta forma podemos realizar una búsqueda localizada en una región concreta del espectro electromagnético.

Función: Espectromod.m

```

N=35 ;
for n=1:N+1
    filename=strcat('NIR_',num2str(n-
1,'%05.0F'),' .txt');
    h=fopen(filename);
    x=textscan(h,'%s
%s','Headerlines',17);
    fclose(h);
    EjeY=x{1};
    EjeZ=x{2};
    C(n,:)=EjeZ;
end
D=str2double(C);
X=str2double(EjeY);
D=(D/1000)';
[M N]=size(D);
D=D(1:M-5, :);
X=X(1:M-5)/100;

```

Esta función se utilizó para agrupar los archivos generados por el software “Espectra Suite” en la realización de las pruebas en la cámara climática. Durante la realización de estas pruebas se generaba un fichero de datos cada intervalo de tiempo programado, con lo que el número de archivos resultaba elevado para su tratamiento individual.

La finalidad de este programa es la de recoger los datos de los ficheros “txt” para poder convertirlos a un formato con el que poder manipularlos y agruparlos todos juntos.

En la variable N hay que introducir el número de archivos que se poseen, esto indicara el número de iteraciones que tiene que realizar el programa. El tratamiento de los archivos se realiza de forma individual, de manera que la lectura y conversión de los datos de un archivo se realiza de forma íntegra antes de comenzar con el siguiente archivo.

Como variables finales obtenemos en “D” la matriz que contiene los datos de todos los archivos, y “x” es la variable que se utiliza para albergar los datos de las longitudes de onda. Estas variables se han guardado a lo largo del proyecto como “Matrizjunta” y “eje” para luego poder utilizar estos datos con otras funciones.

Función: Picos.m

```

load('eje.mat');
load('Matrizjunta.mat');

[M N]=size(D);

for i=1:N
for j=1:2
    suavizar(:,j)=D(:,i);
end

    se = strel('line', 90, 90);
    closeBW = imclose(suavizar,se);
    suavizar1 = imopen(closeBW,se);

for h=1:2
    juntos(:,h)=D(:,i);
end

    sel = strel('line', 40, 90);
    closeBW = imclose(juntos,sel);

    suavizar2 = imopen(closeBW,sel);

    L = watershed(suavizar2);
    rgb = label2rgb(L,'jet',[.5 .5
.5]);
    P=rgb(:,1);
    indices= find(P==128);

    l=length(indices);

    if l>0
        for z=1:l
            if X(indices(z),1)>400
&& X(indices(z),1)<700
                pic(i)=X(indices(z));
            end
        end
    end
end
end

```

La función “Picos.m” se ha utilizado siempre después de utilizar la función “Espectromod.m” ya que necesita de los datos generados por esta para su funcionamiento.

Esta función es realmente una modificación de la función “Juntar_txt.m” que solo utiliza el modulo de búsqueda de picos, pues realmente los datos ya están todos agrupados al haber sido tratados con anterioridad en la función “Espectromod.m”.

Con este programa lo que pretende obtener datos sobre los desplazamientos de los picos en función del tiempo guardados en la variable “pic”. Para la posterior visualización de los datos se pueden utilizar funciones como “plot” o “stem” o realizar su representación en otros programas como puede ser el Excel.

ANEXO 2

Anexo2: Lista de publicaciones

En este apartado se muestran las contribuciones científicas tanto en revistas como en congresos internacionales derivadas de las investigaciones realizadas a lo largo de la realización del proyecto.

A.2.1) Publicaciones en Revistas Internacionales

1. I Del Villar, C. R. Zamarreño, P. Sánchez, M. Hernaez, C. F. Valdivielso, F. J. Arregui and I. R. Matias, “Generation of lossy mode resonances by deposition of high-refractive-index coatings on uncladded multimode optical fibers”, *Journal of Optics*, **12** (2010) 095503 (7pp)
2. Zamarreno, C.; Sánchez, P.; Hernaez, M.; Del Villar, I.; Fernandez-Valdivielso, C.; Matias, I.; Arregui, F., “Dual-Peak Resonance-Based Optical Fiber Refractometers”, *Photonics Technology Letters, IEEE*, 2010, LPT.2010.2082517
3. Ignacio Del Villar, Carlos R. Zamarreño, Pedro Sánchez, Miguel Hernaez, Carlos F. Valdivielso, Francisco J. Arregui and Ignacio R. Matias, ” Design rules for generation of single peak or dual peak resonances with thin-film coated multimode optical fiber”, *Optics Letters* (enviado)
4. Carlos R. Zamarreño, Pedro Sánchez, Miguel Hernaez, Ignacio Del Villar, Carlos Fernandez-Valdivielso, Ignacio R. Matías and Francisco J. Arregui, “Study of LMR-based Indium Oxide Coated Optical Fiber Refractometers” *IEEE Sensors Journal* (enviado)

A.2.2) Contribuciones en Congresos Internacionales

1. C. R. Zamarreño, I. Del Villar, P. Sánchez, M. Hernaez, C. Fernandez, I. R. Matias, F. J. Arregui, “Lossy-mode resonance based refractometers by means of indium oxide coatings fabricated onto optical fibers” *EWOFS Oporto* 8 - 10 Octubre 2010
2. C. R. Zamarreño, P. Sánchez, M. Hernaez, I. Del Villar, C. Fernandez-Valdivielso, I. R. Matias, F.J. Arregui, “LMR-based optical fiber refractometers based on transparent conducting and semiconducting oxide coatings: a comparative study” *WSOF Oaxaca City, México* October 13 - 15, 2010