

# upna

Universidad Pública de Navarra  
Nafarroako Unibertsitate Publikoa

**Public University of Navarra**

Technical High School of Industrial and Telecommunications  
Engineers

Electric and Electronical Engineering Department

***Design and development of optical structures towards  
optical fiber sensors fabrication***

PhD dissertation by

**Joaquín Ascorbe Muruzábal**

Advisor

**Dr. Jesús María Corres Sanz**

Pamplona, Navarra, Spain

March 2018



# upna

Universidad Pública de Navarra  
Nafarroako Unibertsitate Publikoa

**Universidad Pública de Navarra**

Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales y de  
Telecomunicación

Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica

***Diseño y desarrollo de estructuras ópticas para la  
fabricación de sensores de fibra óptica***

Memoria de tesis redactada por

**Joaquín Ascorbe Muruzábal**

Director de tesis

**Dr. Jesús María Corres Sanz**

Pamplona, Navarra, España

Marzo 2018



TESIS DOCTORAL: “DESIGN AND DEVELOPMENT OF OPTICAL STRUCTURES TOWARDS OPTICAL FIBER SENSORS FABRICATION”

Autor: Joaquín Ascorbe Muruzábal

Director: Dr. Jesús María Corres Sanz

Tribunal nombrado para evaluar la citada Tesis Doctoral:

Presidente: \_\_\_\_\_

Secretario: \_\_\_\_\_

Vocal: \_\_\_\_\_

Revisores externos:

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Acuerda otorgar la calificación de:

\_\_\_\_\_

En Pamplona, a \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 20\_\_



## ACKNOWLEDGEMENTS

The development of this work has been possible thanks to the economic efforts made by the Public University of Navarra (UPNA) and by the sponsoring of the Spanish Ministry of Economy and Competitiveness, through the investment in the following projects: CYCIT FEDER TEC2013-43679-R and TEC2016-79367-C2-2-R. This work was also supported by the Government of Navarre through the project with reference 2017/PI044 and by Fundación CAN through the project CAN2014-03756.

Acknowledgements are due also to Fundación Fuentes Dutor for the research grant of 2014 and to Nadetech Innovations S.L. for the development of the necessary equipment for the automation of the processes.

## RECONOCIMIENTOS

La realización de este trabajo ha sido posible gracias a las aportaciones económicas recibidas por parte de la Universidad Pública de Navarra (UPNA), así como del patrocinio de la UPNA y del Ministerio de Economía y Competitividad, a través de los proyectos CICYT fondos FEDER TEC2013-43679-R y TEC2016-79367-C2-2-R. Este trabajo fue posible también gracias al proyecto concedido por el gobierno de Navarra, con referencia 2017/PI044 y a la financiación otorgada por la Fundación CAN a través del proyecto CAN2014-03756.

Agradecimientos, asimismo, para la fundación Fuentes Dutor por la beca otorgada en el año 2014 en su decimosexta convocatoria, así como para Nadetech Innovations S.L. por el desarrollo del equipamiento necesario para automatizar los procesos.



*A mi padre*



## AGRADECIMIENTOS

Aprovecho este lugar para agradecer a todas aquellas personas que, de una manera u otra, han hecho posible la realización de esta tesis doctoral. Son muchas las personas que me han acompañado durante el transcurso de este periodo, por lo que espero no dejarme a nadie. En primer lugar, quiero agradecer a mi familia, por el apoyo continuo que me han brindado. Además son los que han tenido que aguantar los malos momentos, más que nadie. Especial mención para mi madre y mi hermana por su ayuda con las traducciones y correcciones de los textos. También quiero agradecer a mis amigos, que siempre estaban dispuestos a ayudar a la hora de desconectar.

Por supuesto, también debo agradecer el hecho de haber llegado hasta aquí a los muchos componentes del grupo de Sensores. Mi mayor agradecimiento hacia Jesús Corres, Patxi Arregui e Ignacio Matías, que me dieron la oportunidad de meterme en este terreno, sin que ni yo mismo supiera que me interesaba. También ha sido inestimable la ayuda de muchos otros compañeros, profesores, doctores y demás, entre ellos Ignacio del Villar, Javier Goicoetxea, Carlos, Abián, Pedrinho y Aitor, sin olvidarme de Santi, David y Miguel, que le ponen la guinda al grupo. Obviamente, no puedo dejar de mencionar a los compañeros de fatigas, en especial Diego, Pablo y Nerea, sin los que esto no hubiera sido lo mismo. Gracias a todos por haber contribuido a crear ese ambiente de trabajo.

También quiero mostrar mi gratitud con el grupo de optoelectrónica (INESC-TEC) de la Universidad de Oporto por su acogida. Gracias a Luis Coelho, a Orlando Frazão y a José Luis Santos por permitirme trabajar con ellos. También agradecer al resto de los componentes del grupo (Catarina, Joao, Diana...) su ayuda en el día a día.



---

## RESUMEN

---

Actualmente existe una gran variedad de opciones para el sensado mediante métodos ópticos y, más concretamente, para el desarrollo de sensores utilizando fibra óptica. Aunque la mayoría de los principios físicos utilizados para el desarrollo este tipo de sensores ya han sido ampliamente estudiados, se siguen desarrollando nuevos métodos que faciliten su fabricación o que mejoren sus características. Gracias a una mayor accesibilidad a nuevas tecnologías para la manipulación de la fibra óptica, un mayor conocimiento de las técnicas para la deposición de recubrimientos de espesor nanométrico y el estudio de nuevos materiales, la investigación en este campo continúa siendo de gran interés y sigue ofreciendo resultados novedosos. Esta tesis estudia la generación de fenómenos ópticos mediante un material que actúa a la vez como capa sensible a un parámetro de interés, con el objetivo de mejorar la sensibilidad de este tipo de dispositivos mediante métodos de fabricación asequibles y repetitivos. Como fenómenos ópticos se han estudiado interferómetros Fabry-Pérot, redes de difracción de Bragg, redes de difracción de periodo largo y resonancias de modos con pérdidas. Los interferómetros Fabry-Pérot, estudiados para el sensado de humedad y detección de gases, fueron el paso previo para el desarrollo posterior de redes de difracción de Bragg en punta de fibra. Estas fueron fabricadas mediante el uso de un único material cuyas constantes ópticas se modificaron mediante la variación de los parámetros del proceso de deposición. Las redes de difracción de periodo largo fueron desarrolladas en fibra monomodo estándar estrechada con ácido, mediante la ablación láser periódica de un nano-recubrimiento depositado previamente. En el caso de las resonancias de modos con pérdidas, se estudió su generación en fibra monomodo con cladding reducido mediante ataque químico con ácido, así como su utilización en aplicaciones no estudiadas previamente, como son sensores de campo magnético o filtros sintonizables eléctricamente.



---

## ABSTRACT

---

Currently there is a wide variety of options for sensing by optical methods and, more specifically, for the development of sensors using fiber optic. Although the vast majority of the physical phenomena used for the development of this kind of sensors have been widely studied, new methods that make easier the fabrication process or that improve their performance are still appearing. An easier access to new technologies for optical fiber manipulation, a great knowledge of the techniques for nanometer-thick coatings deposition as well as the study of new materials have made that research on this field keep attracting great interest and keep offering novel results. This work studies the generation of optical phenomena by using the same material that will act as the sensitive layer, with the goal of enhancing the sensitivity of these devices by means of affordable and repetitive methods. The optical phenomena studied here were Fabry-Pérot interferometers, fiber Bragg gratings (FBGs), long-period fiber gratings (LPGs) and lossy mode resonances (LMRs). The study of Fabry-Pérot interferometers, which were fabricated towards humidity sensor and gas detection devices, was the first step towards the fabrication of Bragg gratings built onto the end facet of standard multimode optical fiber. These FBGs were developed by using only one material, whose optical properties were modified by changing the sputtering parameters. LPGs were developed by the periodic laser ablation of a thin-film overlay previously deposited onto a cladding-etched single mode optical fiber. Finally, LMR-based sensors were developed onto cladding-etched single mode optical fiber as the new supporting platform and they were used for new applications, such as magnetic field sensors and tunable wavelength filters.



# Índice

<b>Capítulo 1. Introducción .....</b>	<b>25</b>
1.1. Antecedentes .....	25
1.1.1. Interferómetros Fabry-Pérot .....	28
1.1.2. Redes de difracción de Bragg .....	29
1.1.3. Redes de difracción de periodo largo sobre fibra .....	29
1.1.4. Resonancias de modos con pérdidas.....	30
1.2. Objetivos del trabajo. ....	31
1.3. Desarrollo y organización del trabajo. ....	34
Bibliografía .....	34
<b>Capítulo 2. Fabricación de sensores mediante recubrimientos en punta de fibra.....</b>	<b>43</b>
2.1. Introducción .....	43
2.2. Interferómetros de Fabry-Pérot. ....	45
2.2.1. Introducción y base teórica.....	45
2.2.2. Montaje experimental para la fabricación .....	47
2.2.3. Análisis teórico.....	48
2.2.3.1. Espesor del recubrimiento .....	48
2.2.3.2. Índice de refracción del recubrimiento.....	50
2.2.4. Sensor de humedad relativa.....	51
2.2.5. Estudio del comportamiento como detector de gases (amoníaco y óxido nítrico).....	55
2.3. Redes de difracción de Bragg.....	59
2.3.1. Introducción.....	59
2.3.2. Montaje experimental .....	60

2.3.3. Análisis teórico .....	61
2.3.3.1. Diferencia entre los índices de refracción .....	63
2.3.3.2. Número de periodos .....	64
2.3.3.3. Longitud del periodo .....	67
2.3.3.4. Coeficiente de extinción .....	70
2.3.4. Resultados experimentales.....	71
2.3.4.1. Fabricación: método A (variación de la presión) .....	71
2.3.4.2. Fabricación: método B (variación en la composición del gas) .....	75
2.3.4.3. Aplicación como refractómetro .....	77
2.3.4.4. Sensor de humedad relativa.....	78
2.4. Redes de difracción de Bragg con defectos.....	81
2.5. Conclusiones y líneas futuras.....	85
Bibliografía .....	89
<b>Capítulo 3. Dispositivos basados en redes de difracción de periodo largo sobre fibra óptica.....</b>	<b>95</b>
3.1. Introducción .....	95
3.2. Estructura propuesta: análisis de las posibilidades existentes..	99
3.3. Análisis teórico: LPG sobre CE-SMF .....	103
3.4. Método de fabricación de la estructura .....	111
3.5. Montaje experimental.....	113
3.6. Aplicación como refractómetro.....	113
3.6.1. Dispositivo A (espesor 55 nm y periodo 200 $\mu\text{m}$ ).....	113
3.6.2. Dispositivo B (espesor 65 nm y periodo 160 $\mu\text{m}$ ).....	116
3.7. Aplicación como sensor de humedad.....	118

3.8. Conclusiones y líneas futuras .....	123
Bibliografía .....	125
<b>Capítulo 4. Dispositivos basados en resonancias de modos con pérdidas. ....</b>	<b>133</b>
4.1. Introducción. ....	133
4.2. Resonancias de modos con pérdidas en fibra óptica monomodo estrechada con ácido.....	139
4.2.1. Fabricación del dispositivo .....	140
4.2.1.1. Ataque químico con ácido fluorhídrico .....	140
4.2.1.2. Recubrimiento mediante sputtering.....	140
4.2.2. Montaje experimental .....	141
4.3. Análisis teórico.....	141
4.3.1. Influencia del diámetro de la fibra y de las variaciones del índice del recubrimiento. ....	143
4.3.2. Espesor del recubrimiento. ....	145
4.3.3. Índice de refracción exterior. ....	146
4.4. Estudio experimental como refractómetro. ....	147
4.5. Sensor de humedad relativa.....	149
4.6. Dispositivos eléctricamente sintonizables.....	152
4.6.1. Fabricación del dispositivo .....	153
4.6.2. Montaje experimental .....	156
4.6.3. Resultados.....	157
4.7. Aplicación de los LMRs como sensores de campo magnético .....	159
4.7.1. Introducción.....	159

4.7.2. Resultados experimentales.....	160
4.8. Conclusiones y líneas futuras .....	163
Bibliografía .....	166
<b>Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras.....</b>	<b>173</b>
5.1. Conclusiones .....	173
5.2. Líneas futuras .....	180
<b>Chapter 6. Conclusions and future research lines.....</b>	<b>183</b>
6.1. Conclusions .....	183
6.2. Future research lines .....	189
<b>ANEXO 1. Lista de publicaciones.....</b>	<b>193</b>





# Capítulo 1. Introducción

## 1.1. Antecedentes

Los sensores electrónicos siguen copando la mayor parte del mercado, que continúa en expansión debido, por ejemplo, a la aparición de nuevos productos de amplio consumo, como los *smartphones* y las *tablets*, y a la incorporación de nuevos sensores en mercados bien establecidos, como el de la automoción. Sin embargo, los sensores de fibra óptica resultan de utilidad en aplicaciones en las que los sensores electrónicos no son aptos debido a condiciones de riesgo, como pueden ser entornos inflamables, mediciones en medios fluidos o con altas interferencias electromagnéticas [1]. Las primeras investigaciones sobre sensores basados en fibra óptica se desarrollaron hace ya unos 40 años [2] y estaban dedicados a la medición de sonido [3], presión [4], temperatura [5], campo magnético [6], rotación [7], corriente [8], etc. Actualmente, se está generando un nicho de mercado para los sensores de fibra óptica y alguna de las topologías, tales como el giróscopo o las redes de difracción de Bragg, ya están plenamente implantados.

La medición de diversos parámetros mediante fibra óptica es una tecnología bien establecida hoy en día, especialmente en sectores como la ingeniería civil, donde se utiliza para la monitorización del estado de estructuras [9]; en el sector energético, donde demuestra su utilidad para la detección de fugas en tuberías dedicadas al transporte de gas y/o petróleo [10]; también en el sector eléctrico comienza a implantarse esta tecnología para la monitorización del estado de líneas, detección de faltas o como herramienta para el mantenimiento predictivo de equipos [11]. Algunas de las características de los sensores de fibra óptica, como su inmunidad electromagnética, la capacidad de medir de manera remota o la posibilidad de obtener

medidas distribuidas con una localización precisa, están ayudando a la penetración de este tipo de sensores en el sector eléctrico.

La investigación en el campo de los sensores de fibra óptica se ha diversificado y, además de haberse introducido en el sector industrial, también se está introduciendo en el sector químico para la medición de concentraciones de compuestos químicos, especialmente en medios fluidos, e incluso en el campo de la biología, en la medición de anticuerpos para el diagnóstico de diferentes enfermedades [12].

En este breve repaso de la evolución del mercado de los sensores de fibra óptica se ha mencionado una serie de características que hacen estos sensores atractivos para la investigación y para la industria. Entre dichas ventajas se encuentran las que se enumeran a continuación [1,13]:

- Inmunidad a interferencias electromagnéticas (EMI) y a interferencias de radiofrecuencia (RFI).
- Intrínsecamente seguros en ambientes explosivos.
- Sin riesgo de incendio / chispa.
- Aislamiento eléctrico y ausencia de bucles de tierra, haciendo por tanto innecesario el uso de dispositivos de aislamiento.
- Bajo volumen y peso ligero.
- Posibilidad de fabricar sensores puntuales (tamaño mínimo). Se pueden usar para detectar parámetros en regiones inaccesibles sin perturbación de las señales transmitidas.
- Permiten la detección remota al ubicar la electrónica de control para la fuente de luz y para el detector lejos del sensor.
- Gran ancho de banda ofreciendo la posibilidad de multiplexar varios sensores o realizar mediciones distribuidas.
- Son químicamente inertes por lo que se pueden emplear en procesos químicos y en instrumentación biomédica.
- Robustos, resistentes a ambientes hostiles (temperatura, presión...).

Existe una gran variedad en cuanto a las diferentes estructuras ópticas que se han desarrollado para la fabricación de sensores. La primera gran clasificación es entre sensores extrínsecos e intrínsecos. En los intrínsecos, la luz no sale al exterior de la guía, sino que el medio externo actúa sobre la fibra y esta cambia alguna característica de la luz que viaja a través de ella. Dentro de este tipo de sensores son claros ejemplos aquellos dedicados a la medición de parámetros físicos tales como presión, temperatura o deformación. Por el contrario, en los sensores extrínsecos la luz sale al exterior, donde interactúa con el parámetro a medir [2].

Otra clasificación posible se basa en la técnica de modulación. La luz puede ser modulada en intensidad, en longitud de onda, en su estado de polarización o en fase [14,15]. La modulación en intensidad es la técnica más simple, pero menos robusta [16]. Una mayor confianza en la respuesta se obtiene con la modulación en longitud de onda, que puede ser fácilmente medida con un espectrómetro o un analizador de espectros [17]. Mediante la modulación en fase se consiguen, en general, grandes sensibilidades. El desfase suele transformarse en cambios de intensidad, mediante comparación con una referencia, de manera que pueda ser medida con un detector [13,16]. Las medidas por cambio en el estado de polarización se pueden hacer mediante montajes polarimétricos o interferométricos [18] y son ampliamente utilizadas para sensores de campo magnético [19].

Tanto los sensores basados en modulación de fase como aquellos basados en modulación de longitud de onda, ambos estudiados en este trabajo, pueden fabricarse mediante una gran variedad de estructuras basadas en fibra óptica. Para obtener una modulación en fase se puede recurrir, por ejemplo, a interferómetros de tipo Fabry-Pérot [20], Mach-Zehnder [21] o Michelson [22]. La modulación en longitud de onda se puede realizar mediante estructuras tan diversas como redes de Bragg o *fiber Bragg gratings* (FBGs) [23], redes de periodo largo o *long period gratings* (LPGs) [24], *surface plasmon resonances* (SPRs) [25], o *lossy mode resonances* (LMRs) [26].

En relación con algunas de las estructuras ópticas mencionadas anteriormente, hay que añadir que, en general, para la medición de parámetros químicos, se hace necesaria la adición de un material sensible a la variable de interés que quiere ser medida. Existe una gran variedad de métodos disponibles para recubrir la fibra con dichos materiales. Entre otros, cabe mencionar los métodos de vía húmeda, como el *dip-coating*, el auto-ensamblado electrostático (ESAM) o *layer-by-layer* (LbL), métodos de deposición química de vapor o de deposición física de vapor, como la pulverización catódica (*sputtering*).

### 1.1.1. Interferómetros Fabry-Pérot

Un interferómetro Fabry-Pérot está constituido por dos superficies semi-reflectantes colocadas a una distancia fija. Un haz de luz monocromática que incida con un ángulo arbitrario respecto de la normal a las superficies reflectantes sufrirá múltiples reflexiones entre ambas superficies. Entonces, los haces reflejados interferirán con los haces transmitidos dentro del espacio determinado por ambas superficies (étalon) generando un patrón de interferencia [27].

Gran parte de los interferómetros que se pueden encontrar en la literatura consisten en la utilización de dos fibras que difieren en el tamaño de su núcleo o en algún otro parámetro constructivo [28–30]. Sin embargo, en este tipo de interferómetros también se produce una interferencia modal, que puede dificultar el análisis y, por tanto, la optimización de este tipo de sensores.

Mediante técnicas más complejas, como el micro-mecanizado mediante láser pulsado en femtosegundos [31] o el fresado mediante haz de iones [32], es posible retirar material de la fibra y generar una micro-cavidad que genere la interferometría.

Por otro lado, resulta habitual encontrar también interferómetros mediante recubrimientos en punta [33,34], pero que consisten en una estructura multicapa y en los que, generalmente, la capa sensible es la intermedia, lo que puede afectar negativamente a la sensibilidad.

### 1.1.2. Redes de difracción de Bragg

Habitualmente, las FBGs se fabrican mediante grabado por láser ultravioleta (UV) en fibras con el núcleo dopado [35,36]. Este fenómeno físico fabricado de esta manera resulta útil para la generación de filtros y para la fabricación de sensores de variables físicas tales como deformación [37] y temperatura [38]. Sin embargo, y debido a que la luz no se ve forzada a guiarse por el *cladding*, la interacción con el campo evanescente es nula y, por tanto, no hay afectación debido al medio exterior. A pesar de este hecho es posible generar sensores para ciertos parámetros como la humedad, mediante el uso de materiales higroscópicos [39], la concentración de hidrógeno [40], de dióxido de carbono [41] o sensores de campo magnético mediante el uso de materiales magnetostrictivos [42]. Para conseguir sensibilidades que puedan competir con otro tipo de estructuras es necesario reducir el diámetro del *cladding* [40,43–45].

### 1.1.3. Redes de difracción de periodo largo sobre fibra

Enlazando con la estructura explicada anteriormente se llega a la siguiente estructura estudiada, las redes de difracción de periodo largo o LPGs. Estos dispositivos se fabrican habitualmente de forma similar a las FBGs, pero aumentando la longitud del periodo [46,47] lo que produce un acoplamiento entre el modo fundamental y modos del *cladding* que permite la interacción con el medio exterior [47]. Esta diferencia en la manera de acoplar modos mejora las características de las LPGs como sensores notablemente, aunque mantiene una dependencia con la temperatura. En cualquier caso, existen técnicas para subsanar este problema [48] que permiten, además, la multi-detección de distintos parámetros [49,50]. Estas y otras propiedades, como sus bajas pérdidas de inserción y por reflexión, así como unas técnicas de interrogación económicas, hacen esta estructura adecuada para la fabricación de sensores [51].

Sin embargo, por sí mismas, las LPGs no son sensibles a parámetros químicos específicos y requieren la adición de una capa exterior que sí lo sea [52]. Más recientemente se han desarrollado

nuevos métodos para la fabricación de LPGs corrugadas [53] mediante técnicas de reducción del revestimiento de la fibra que ofrecen resultados prometedores en la medición de variables mecánicas [54], especialmente teniendo en cuenta la simplicidad del proceso de fabricación [55]. También se han construido LPGs con técnicas como la fotolitografía [56] o la deposición a través de una máscara [57].

#### 1.1.4. Resonancias de modos con pérdidas

Los LMRs son un tipo de resonancias electromagnéticas conocidas, al menos, desde la década de los ochenta [58–60], aunque su aplicación al campo de los sensores sobre fibra óptica se demoró un tiempo [61]. Los primeros sensores fabricados aprovechando esta clase de resonancias se desarrollaron sobre fibra multimodo (MMF) de 200  $\mu\text{m}$  con *cladding* de plástico [61–68]. Esta fibra permite retirar de manera sencilla el revestimiento de manera que se tiene acceso al núcleo de la fibra. Sin embargo, el hecho de trabajar con fibra MMF hace que la banda de atenuación tenga un gran ancho de banda [69], lo que empeora la resolución del sensor.

Desde entonces se han estudiado diversas técnicas para reducir la anchura espectral de la resonancia obtenida. Uno de los primeros métodos estudiados consiste en el uso de fibra monomodo estrechada (*taper*) con probada efectividad aunque la sección estrechada deja de comportarse como monomodo [70,71] lo que influye en el ancho de banda de la resonancia. La manera más eficaz, en cuanto a repetitividad y sensibilidad, ha resultado el uso de fibra D-shape y luz polarizada en modo transversal magnético o eléctrico [72–74]. Sin embargo, la utilización de este tipo de fibras —*tapered* y *D-shape optical fibers*— requiere disponer de equipamiento específico y un cuidadoso proceso de fabricación.

Los sensores basados en LMRs han sido estudiados en profundidad como refractómetros [65,74–76], como sensores de humedad [26,77,78] y también en otras aplicaciones como la medición de pH [63,79,80] y la detección de compuestos volátiles [67,81], usando

como plataforma fibra MMF de 200  $\mu\text{m}$  de núcleo y utilizando distintos materiales [65,73,78,82,83].

## 1.2. Objetivos del trabajo.

En general, los distintos diseños desarrollados durante la realización de este estudio podrían considerarse, y son, una mezcla de estructuras ya conocidas fabricadas mediante métodos ya utilizados en otras aplicaciones. Es decir, se han combinado fenómenos físicos, propiedades de los materiales y técnicas de deposición y de manipulación de materiales para generar nuevos dispositivos aplicados al campo de la sensórica. Entre los objetivos de estas combinaciones está la posibilidad de disminuir los costes asociados a los equipos necesarios para la fabricación de estos dispositivos en el ámbito de la investigación o el prototipado. Es evidente que a la hora de fabricar un sensor, no será lo mismo si se hace desde un punto de vista comercial o desde el punto de vista de la investigación. Por eso, aquí se ha intentado trabajar siempre con fibra estándar y manipularla mediante técnicas de bajo coste. Otro de los objetivos considerados es la obtención de dispositivos que agrupen las principales características deseadas en un sensor: sensibilidad y resolución y, para ello, se ha optado por modificar la plataforma donde se genera el fenómeno físico concreto.

La mayoría de los sensores desarrollados habitualmente generan un fenómeno óptico modificando parámetros de la propia fibra, mediante, por ejemplo, grabado por láser para generar FBGs o LPGs [23,24], o combinando diversos tipos de fibra para la generación de una interferometría [84]. El trabajo presentado aquí ha tratado de demostrar la posibilidad de generar fenómenos ópticos con los recubrimientos que serán utilizados posteriormente como material sensible y la aplicación de estructuras o fenómenos ópticos, previamente estudiados, a nuevas aplicaciones. Para lograrlo, se hace necesario el uso de equipos de deposición que permitan un control preciso del espesor y de las propiedades ópticas del material que conforma el recubrimiento.

Teniendo en cuenta la multitud de opciones para el diseño y desarrollo de sensores basados en fibra óptica mencionados anteriormente, los resultados presentados en esta tesis se han centrado, por lo general, en la utilización de fibra óptica estándar recubierta con óxidos metálicos mediante la técnica del *sputtering*. Usando únicamente la fibra y su recubrimiento es posible generar varias estructuras que den lugar a diversos fenómenos ópticos. De todos ellos, se han estudiado con mayor profundidad los siguientes: interferómetros Fabry-Pérot y redes de difracción de Bragg con recubrimientos en punta de fibra, dispositivos basados en redes de difracción de periodo largo (LPG) y resonancias de modos con pérdidas (LMRs).

Los dispositivos fabricados mediante recubrimientos depositados en punta de fibra presentan uno de los métodos de fabricación más sencillos a la hora de preparar la fibra y la estructura generada es una de las más robustas posibles, lo que facilita su utilización. Sin embargo, las ventajas no acaban aquí, ya que este tipo de interferómetros ofrecen la posibilidad de multiplexar fácilmente varios sensores [85] y las nano-cavidades generadas permiten medir en medios líquidos utilizando volúmenes mínimos. También pueden resultar extremadamente útiles cuando se quiere medir en espacios cerrados herméticamente, ya que son capaces de introducirse produciendo la mínima perturbación posible.

Con la intención de fabricar sensores más robustos que puedan ser de utilidad en espacios más pequeños, se estudiará la fabricación de interferómetros Fabry-Pérot generados mediante recubrimientos únicos en punta de fibra y su utilización como sensores de humedad relativa y para la detección de determinados gases. Un posible campo de aplicación de estos sensores sería la medición de humedad y/o concentraciones de gases como el oxígeno en envases de comida u otros recipientes sellados.

Posteriormente, y con el objetivo de desarrollar dispositivos que presenten mayor resolución en longitud de onda se plantea el estudio de otro tipo de dispositivos fabricados también mediante el

recubrimiento de la punta de la fibra. Esta estructura consistirá en FBGs generadas con un solo material por el que se transmitirá y se reflejará la luz. Teniendo en cuenta que las FBGs no están específicamente diseñadas para su uso como sensor de variables químicas, aquí se plantea la posibilidad de generar la FBG mediante la deposición periódica de capas con distintas propiedades ópticas generadas con un único material. De esta manera, el *grating* está en contacto con el medio exterior y se ve afectado por él, de manera que la FBG cambia sus condiciones y, por tanto, también variará la longitud de onda a la que se produce la reflexión. Este es un enfoque específico para la generación de sensores. Finalmente, se estudiará la posibilidad de implantar defectos en la red con el objetivo de mejorar el factor de calidad de la banda asociada al defecto. Además, esto permitiría la generación de sensores multi-parámetro incluidos en una única cabeza sensora.

Continuando con redes de difracción, se llega a la siguiente a estructura estudiada, basada en *long period gratings*. El objetivo principal es conseguir que el material sensible sea el que genera el propio fenómeno óptico que produce la banda de atenuación en las LPGs. En el caso de estudio que nos ocupa, que sea el material sensible el que produzca el acoplamiento entre el modo fundamental y los modos de *cladding*, se desarrollarán LPGs a través de la ablación periódica mediante láser del recubrimiento depositado en una fibra monomodo estrechada con ácido. De esta manera, si el índice del material o su espesor se ven modificados como respuesta a algún estímulo exterior, esto afectaría a los propios parámetros del *grating*, haciendo que las condiciones para el acoplamiento se produzcan a otra longitud de onda, siendo posible medir estas variaciones.

Se espera que el hecho de generar las LPGs mediante esta técnica mejore la sensibilidad respecto de aquellas obtenidas mediante las técnicas convencionales, ya que en su proceso de fabricación están incluidas varias de las técnicas estudiadas anteriormente para la mejora de la sensibilidad de esta estructura.

En el caso de los LMR, se estudiará la generación de resonancias en fibra monomodo estándar estrechada con ácido, para mejorar las características que se obtienen al utilizar fibra multimodo. En la búsqueda de nuevas aplicaciones se analizará su uso como plataforma para filtros sintonizables eléctricamente y se realizará un estudio exploratorio como sensor de campo magnético.

### 1.3. Desarrollo y organización del trabajo.

Los resultados que se han obtenido durante la realización del trabajo se expondrán según el orden de la lista anterior. Cada capítulo constará de una introducción, en la que se tratará de explicar brevemente el fenómeno óptico en el que están basados los dispositivos correspondientes y se hará una breve relación de los resultados previos presentes en la bibliografía, remarcando las diferencias respecto del trabajo presentado. Posteriormente, se presentará un estudio teórico, donde se analizarán los principales factores que afectan a la estructura en cuestión. Finalmente, se procederá a explicar los resultados obtenidos para cada estructura. La aplicación genérica de estos dispositivos ha sido como refractómetros o como sensores de humedad, lo que permite realizar una comparativa de las diferentes estructuras estudiadas. Sin embargo, hay casos particulares de estructuras cuyo estudio previo ha facilitado su utilización en otras aplicaciones.

### Bibliografía

1. Fernando, G. F.; Webb, D. J.; Ferdinand, P., "Optical-fiber sensors". *Mrs Bull.*, **2002**, 27, 359–364.
2. Culshaw, B.; Kersey, A., "Fiber-Optic Sensing: A Historical Perspective", *J. of Light. Technol.*, **2008**, 26, 1064–1078.
3. Cole, J. H.; Johnson, R. L.; Bhuta, P. G., "Fiber-optic detection of sound", *J. Acoust. Soc. Am.*, **1977**, 62, 1136–1138.
4. Budiansky, B.; Drucker, D. C.; Kino, G. S.; Rice, J. R., "Pressure sensitivity of a clad optical fiber", *Appl. Opt.*, **1979**, 18, 4085.
5. Hocker, G. B., "Fiber-optic sensing of pressure and temperature". *Appl. Opt.*, **1979**, 18, 1445.

6. Yariv, A.; Winsor, H. V., "Proposal for detection of magnetic fields through magnetostrictive perturbation of optical fibers", *Opt. Lett.*, **1980**, 5, 87.
7. Bergh, R. A.; Lefevre, H. C.; Shaw, H. J., "All-single-mode fiber-optic gyroscope", *Opt. Lett.*, **1981**, 6, 198.
8. Dandridge, A.; Tveten, A. B.; Giallorenzi, T. G., "Interferometric current sensors using optical fibres", *Electron. Lett.*, **1981**, 17, 523.
9. Chan, T. H. T.; Yu, L.; Tam, H. Y.; Ni, Y. Q.; Liu, S. Y.; Chung, W. H.; Cheng, L. K., "Fiber Bragg grating sensors for structural health monitoring of Tsing Ma bridge: Background and experimental observation", *Eng. Struct.*, **2006**, 28, 648–659.
10. Huang, S.-C.; Lin, W.-W.; Tsai, M.-T.; Chen, M.-H., "Fiber optic in-line distributed sensor for detection and localization of the pipeline leaks", *Sensors Actuators A Phys.*, **2007**, 135, 570–579.
11. Silva, R. M.; Martins, H.; Nascimento, I.; Baptista, J. M.; Ribeiro, A. L.; Santos, J. L.; Jorge, P.; Frazão, O., "Optical Current Sensors for High Power Systems: A Review", *Appl. Sci.* **2012**, 2, 602–628.
12. Pospíšilová, M.; Kuncová, G.; Trögl, J., "Fiber-optic chemical sensors and fiber-optic bio-sensors", *Sensors (Switzerland)* **2015**, 15, 25208–25259.
13. Udd, E., "Overview of fiber optic sensors", New York: Marcel Dekker, 2002
14. Grattan, K. T. V; Sun, T., "Fiber optic sensor technology: An overview", *Sensors Actuators, A Phys.* **2000**, 82, 40–61.
15. Udd, E., "An overview of fiber-optic sensors", *Rev. Sci. Instrum.* **1995**, 66, 4015–4030.
16. Krohn, David A., Trevor MacDougall, and Alexis Mendez, "Fiber optic sensors: fundamentals and applications", *Isa*, **2000**.
17. Hernaez, M.; Zamarreño, C. R.; Fernandez-Valdivielso, C.; Del Villar, I.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. Agarose optical fibre humidity sensor based on electromagnetic resonance in the infra-red region. *Phys. Status Solidi* **2010**, 7, 2767–2769.
18. Tambosso, T., "Magneto-optical fibre sensors for electrical industry: analysis of performances", *IEE Proc. J.*, **1988**, 135, 372–382(10).
19. Ascorbe, J.; Corres, J. M., "Magnetic Field Sensors Based on Optical Fiber", In *Fiber Optic Sensors: Current Status and Future Possibilities*; Matias, I. R.; Ikezawa, S.; Corres, J., Eds.; Springer International Publishing: Cham, **2017**; pp. 269–299.
20. Ascorbe, J.; Sanz, C.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R.; Mukhopadhyay, S. C., "High sensitivity extrinsic Fabry-Pèrot interferometer for humidity sensing", In *2015 9th International Conference on Sensing Technology (ICST)*; IEEE, **2015**; pp. 143–146.
21. Lu, P.; Men, L.; Sooley, K.; Chen, Q., "Tapered fiber Mach-Zehnder interferometer for simultaneous measurement of refractive index and temperature", *Appl. Phys. Lett.* **2009**, 94, 2007–2010.

22. Fu, X.; Zhang, J.; Wang, S.; Fu, G.; Liu, Q.; Jin, W.; Bi, W., "A refractive index sensor based on taper Michelson interferometer in multimode fiber", In *Advanced Sensor Systems and Applications VII*; International Society for Optics and Photonics, **2016**; Vol. 10025, p. 100251K.
23. Arregui, F. J.; Matías, I. R.; Cooper, K. L.; Claus, R. O., "Simultaneous measurement of humidity and temperature by combining a reflective intensity-based optical fiber sensor and a fiber bragg grating", *IEEE Sens. J.* **2002**, 2, 482–487.
24. Corres, J. M.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J., "Two-layer nanocoatings in long-period fiber gratings for improved sensitivity of humidity sensors", *IEEE Trans. Nanotechnol.* **2008**, 7, 394–400.
25. Gupta, B. D.; Verma, R. K., "Surface plasmon resonance-based fiber optic sensors: Principle, probe designs, and some applications", *J. Sensors* **2009**.
26. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J., "High sensitivity humidity sensor based on cladding-etched optical fiber and lossy mode resonances", *Sensors Actuators, B Chem.* **2016**, 233, 7–16.
27. Hernández, G. Fabry-perot interferometers; *Cambridge University Press*, **1988**.
28. Dash, J. N.; Jha, R. "Fabry-Perot based strain insensitive photonic crystal fiber modal interferometer for inline sensing of refractive index and temperature". *Appl. Opt.* **2015**, 54, 10479–10486.
29. Costa, G. K. B.; Gouvêa, P. M. P.; Soares, L. M. B.; Pereira, J. M. B.; Favero, F.; Braga, A. M. B.; Palffy-Muhoray, P.; Bruno, A. C.; Carvalho, I. C. S. "In-fiber Fabry-Perot interferometer for strain and magnetic field sensing". *Opt. Express* **2016**, 24, 14690.
30. Murphy, K. A.; Gunther, M. F.; Vengsarkar, A. M.; Claus, R. "Quadrature phase-shifted, extrinsic Fabry-Perot optical fiber sensors", *Opt. Lett.*, **1991**, 16, 273–275.
31. Janik, M.; Koba, M.; Celebańska, A.; Bock, W. J.; Śmietana, M. "Sensing properties of micro-cavity in-line Mach-Zehnder interferometer enhanced by reactive ion etching". *Opt. Laser Technol.* **2018**, 103, 260–266.
32. André, R. M.; Pevec, S.; Becker, M.; Dellith, J.; Rothhardt, M.; Marques, M. B.; Donlagic, D.; Bartelt, H.; Frazão, O. "Focused ion beam post-processing of optical fiber Fabry-Perot cavities for sensing applications." *Opt. Express* **2014**, 22, 13102.
33. Huang, C.; Xie, W.; Yang, M.; Dai, J.; Zhang, B.; "Optical Fiber Fabry – Perot Humidity Sensor Based on Porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Film." *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2015**, 27, 2127–2130.
34. Huang, C.; Xie, W.; Lee, D.; Qi, C.; Yang, M.; Wang, M.; Tang, J. "Optical Fiber Humidity Sensor With Porous TiO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> / TiO<sub>2</sub> Coatings on Fiber Tip", *IEEE Photonics Technol. Lett.*, **2015**, 27, 1495–1498.
35. Hill, K. O.; Meltz, G., "Fiber Bragg Grating Technology Fundamentals and Overview", *J. Light. Technol.* **1997**, 15.

36. Hill, K. O.; Fujii, Y.; Johnson, D. C.; Kawasaki, B. S., "Photosensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filter fabrication." *Appl. Phys. Lett.* **1978**, *32*, 647–649.
37. Kersey, A. D.; Berkoff, T. A.; Morey, W. W." Fiber-optic Bragg grating strain sensor with drift-compensated high-resolution interferometric wavelength-shift detection". *Opt. Lett.* **1993**, *18*, 72.
38. Jung, J.; Nam, H.; Lee, B.; Byun, J. O.; Kim, N. S. "Fiber Bragg grating temperature sensor with controllable sensitivity". *Appl. Opt.* **1999**, *38*, 2752–2754.
39. Correia, S. F. H.; Antunes, P.; Pecoraro, E.; Lima, P. P.; Varum, H.; Carlos, L. D.; Ferreira, R. A. S.; André, P. S. "Optical Fiber Relative Humidity Sensor Based on a FBG with a Di-Ureasil Coating". *Sensors* **2012**, *12*, 8847–8860.
40. Dai, J.; Yang, M.; Yu, X.; Lu, H. "Optical hydrogen sensor based on etched fiber Bragg grating sputtered with Pd/Ag composite film". *Opt. Fiber Technol.* **2013**, *19*, 26–30.
41. Shivananju, B. N.; Yamdagni, S.; Fazuldeen, R.; Sarin Kumar, A. K.; Hegde, G. M.; Varma, M. M.; Asokan, S. "CO 2 sensing at room temperature using carbon nanotubes coated core fiber Bragg grating". *Rev. Sci. Instrum.* **2013**, *84*, 65002.
42. Madhav, K. V; Kumar, K. R.; Srinivas, T.; Asokan, S., "Fiber Bragg Grating Magnetic Field Sensor". *Instrumentation and Measurement Technology Conference, IMTC 2006. Proceedings of the IEEE; IEEE*, **2006**; pp. 2042–2044.
43. Dai, J.; Yang, M.; Li, X.; Liu, H.; Tong, X. "Magnetic field sensor based on magnetic fluid clad etched fiber Bragg grating". *Opt. Fiber Technol.* **2011**, *17*, 210–213.
44. Bennion, K. Z. and X. C. and L. Z. and I. "Implementation of optical chemsensors based on HF-etched fibre Bragg grating structures." *Meas. Sci. Technol.* **2006**, *17*, 1140.
45. Shivananju, B. N.; Yamdagni, S.; Fazuldeen, R.; Kumar, A. K. S.; Nithin, S. P.; Varma, M. M.; Asokan, S. "Highly Sensitive Carbon Nanotubes Coated Etched Fiber Bragg Grating Sensor for Humidity Sensing". *IEEE Sens. J.* **2014**, *14*, 2615–2619.
46. Vengsarkar, A. M.; Lemaire, P. J.; Judkins, J. B.; Bhatia, V.; Erdogan, T.; Sipe, J. E. "Long-period fiber gratings as band-rejection filters." *J. Light. Technol.* **1996**, *14*, 58–64.
47. Bhatia, V.; Vengsarkar, A. M." Optical fiber long-period grating sensors". *Opt. Lett.* **1996**, *21*, 692–694.
48. Han, Y.-G.; Lee, S.; Kim, C.-S.; Kang, J.; Chung, Y.; Paek, U.-C. "Simultaneous measurement of temperature and strain using dual long-period fiber gratings with controlled temperature and strain sensitivities". *Opt. Express* **2003**, *11*, 476–481.
49. Ye, C. C.; James, S. W.; Tatam, R. P. "Simultaneous temperature and bend sensing with long-period fiber gratings." *Opt. Lett.* **2000**, *25*, 1007–9.

50. Ascorbe, J.; Coelho, L.; Santos, J. L.; Frazao, O.; Corres, J. M. "Temperature Compensated Strain Sensor Based on Long-Period Gratings and Microspheres". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2018**.
51. Villar, I. Del; Matías, I. R.; Arregui, F. J.; Lalanne, P. "Optimization of sensitivity in Long Period Fiber Gratings with overlay deposition". *Opt. Express* **2005**, 13, 56–69.
52. Rees, N. D.; James, S. W.; Tatam, R. P.; Ashwell, G. J. "Optical fiber long-period gratings with Langmuir–Blodgett thin-film overlays." *Opt. Lett.* **2002**, 27, 686.
53. Cui, Z.; Zhang, W.; Liu, F.; Zhang, H.; Bai, Z.; Geng, P.; Gao, S. "Asymmetrically corrugated long-period gratings by burning fiber coating and etching cladding". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2013**, 25, 1961–1964.
54. Lin, C. Y.; Wang, L. A.; Chern, G. W. C. "Corrugated long-period fiber gratings as strain, torsion, and bending sensors". *J. Light. Technol.* **2001**, 19, 1159–1168.
55. Park, S.; Kwon, O. J.; Han, Y. G. "A novel fabrication technique of corrugated long-period fiber gratings for mass production and its transmission characteristic as applied mechanical force". *2010 Asia Commun. Photonics Conf. Exhib. ACP* **2010**, 94–95.
56. Fu, M. Y.; Lin, G. R.; Liu, W. F.; Wu, C. W. "Fiber-optic humidity sensor based on an air-gap long period fiber grating". *Opt. Rev.* **2011**, 18, 93–95.
57. Lee, C.-L.; Weng, Z.-Y.; Lin, C.-J.; Lin, Y. "Leakage coupling of ultrasensitive periodical silica thin-film long-period grating coated on tapered fiber". *Opt. Lett.* **2010**, 35, 4172–4.
58. Quail, J. C.; Simon, H. J., "Second-harmonic generation with phase-matched long-range and short-range surface plasmons", *J. Appl. Phys.* **1984**, 56, 2589–2591
59. Sarid, D., "Long-Range Surface-Plasma Waves on Very Thin Metal Films", *Phys. Rev. Lett.* **1981**, 47, 1927–1930.
60. Yang, F.; Sambles, J. R., "Determination of the optical permittivity and thickness of absorbing films using long range modes", *J. Mod. Opt.* **1997**, 44, 1155–1163.
61. Del Villar, I.; Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R., "Lossy mode resonance generation with indium-tin-oxide-coated optical fibers for sensing applications", *J. Light. Technol.* **2010**, 28, 111–117.
62. Hernández, M.; Villar, I. Del; Zamarreño, C. R.; Sánchez, P.; Fernández-valdivielso, C.; Arregui, F. J.; Matias, I. R., "Design rules for lossy mode resonance based sensors", *Appl. Opt.* **2012**, 51, 4298–4307
63. Zamarreño, C. R.; Hernández, M.; Del Villar, I.; Matías, I. R.; Arregui, F. J. "Optical fiber pH sensor based on lossy-mode resonances by means of thin polymeric coatings." *Sensors Actuators, B Chem.* **2011**, 155, 290–297.

64. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Optical fiber current transducer using lossy mode resonances for high voltage networks". In *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*; **2014**; Vol. 9157.
65. Sanchez, P.; Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Optical fiber refractometers based on Lossy Mode Resonances by means of SnO<sub>2</sub> sputtered coatings". *Sensors Actuators B Chem.* **2014**, 202, 154–159.
66. Corres, J. M.; Ascorbe, J.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Tunable electro-optic wavelength filter based on lossy-guided mode resonances". *Opt. Express* **2013**, 21.
67. Elosúa, C.; Vidondo, I.; Arregui, F. J.; Bariain, C.; Luquin, A.; Laguna, M.; Matías, I. R. "Lossy mode resonance optical fiber sensor to detect organic vapors". *Sensors Actuators, B Chem.* **2013**, 187, 65–71.
68. Del Villar, I.; Zamarreño, C. R.; Sanchez, P.; Hernaez, M.; Valdivielso, C. F.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Generation of lossy mode resonances by deposition of high-refractive-index coatings on uncladded multimode optical fibers". *J. Instrum.* **2010**,
69. Del Villar, I.; Socorro, A. B.; Hernaez, M.; Corres, J. M.; Zamarreño, C. R.; Sanchez, P.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Sensors Based on Thin-Film Coated Cladding Removed Multimode Optical Fiber and Single-Mode Multimode Single-Mode Fiber: A Comparative Study." *J. Sensors* **2015**.
70. Socorro, A. B.; Del Villar, I.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Lossy mode resonances dependence on the geometry of a tapered monomode optical fiber." *Sensors Actuators A Phys.* **2012**, 180, 25–31.
71. Socorro, A. B.; Del Villar, I.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Spectral width reduction in lossy mode resonance-based sensors by means of tapered optical fibre structures." *Sensors Actuators, B Chem.* **2014**, 200, 53–60.
72. Ruiz Zamarreño, C.; Zubiate, P.; Sagües, M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Experimental demonstration of lossy mode resonance generation for transverse-magnetic and transverse-electric polarizations". *Opt. Lett.* **2013**, 38, 2481.
73. Zubiate, P.; Zamarreño, C. R.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "D-shape optical fiber refractometer based on TM and TE lossy mode resonances." In *23rd International Conference on Optical Fibre Sensors*. Vol. 9157. International Society for Optics and Photonics, **2014**.
74. Zubiate, P.; Zamarreño, C. R.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J., "High sensitive refractometers based on lossy mode resonances (LMRs) supported by ITO coated D-shaped optical fibers", *Opt. Express* **2015**, 23, 8045.
75. Torres, V.; Beruete, M.; Sánchez, P.; Del Villar, I., "Indium tin oxide refractometer in the visible and near infrared via lossy mode and surface plasmon resonances with Kretschmann configuration", *Appl. Phys. Lett.* **2016**, 108, 43507.

76. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Cladding etched single mode optical fiber refractometer based on Lossy Mode Resonances". *Proc. Int. Conf. Sens. Technol. ICST* **2016**.
77. Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Sanchez, P.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Optical fiber humidity sensor based on lossy mode resonances supported by TiO<sub>2</sub>/PSS coatings". *Procedia Eng.* **2011**, 25, 1385–1388.
78. Del Villar, I.; Arregui, F. J.; Zamarreño, C. R.; Corres, J. M.; Bariain, C.; Goicoechea, J.; Elosua, C.; Hernaez, M.; Rivero, P. J.; Socorro, A. B.; Urrutia, A.; Sanchez, P.; Zubiate, P.; Lopez, D.; De Acha, N.; Ascorbe, J.; Matias, I. R. Optical sensors based on lossy-mode resonances. *Sensors Actuators, B Chem.* **2017**, 240, 174–185.
79. Zubiate, P.; Zamarreno, C. R.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "D-shape optical fiber pH sensor based on Lossy Mode Resonances (LMRs)". In *2015 IEEE SENSORS; IEEE*, **2015**; pp. 1–4.
80. Socorro, A. B.; Villar, I. Del; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Tapered Single-Mode Optical Fiber pH Sensor Based on Lossy Mode Resonances Generated by a Polymeric Thin-Film". *IEEE Sens. J.* **2012**, 12, 2598–2603.
81. Tiwari, D.; Mullaney, K.; Korposh, S.; James, S. W.; Lee, S.-W.; Tatam, R. P. "An ammonia sensor based on Lossy Mode Resonances on a tapered optical fibre coated with porphyrin-incorporated titanium dioxide". *Sensors Actuators B Chem.* **2017**, 242, 645–652.
82. Sanchez, P.; Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Del Villar, I.; Fernandez-Valdivielso, C.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Lossy mode resonances toward the fabrication of optical fiber humidity sensors." *Meas. Sci. Technol.* **2012**, 23, 14002.
83. Rivero, P. J.; Urrutia, A.; Goicoechea, J.; Arregui, F. J. "Optical fiber humidity sensors based on Localized Surface Plasmon Resonance (LSPR) and Lossy-mode resonance (LMR) in overlays loaded with silver nanoparticles." *Sensors Actuators B Chem.* **2012**, 173, 244–249.
84. Socorro, A. B.; Del Villar, I.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Mode transition in complex refractive index coated single-mode–multimode–single-mode structure". *Opt. Express* **2013**, 21, 12668.
85. Rao, Y. J. "Recent progress in fiber-optic extrinsic Fabry-Perot interferometric sensors". *Opt. Fiber Technol.*, **2006**, 12, 227–237.





## Capítulo 2. Fabricación de sensores mediante recubrimientos en punta de fibra

### 2.1. Introducción

Este capítulo está centrado en la fabricación de sensores mediante recubrimientos, realizados por *sputtering*, en punta de fibra. Existen una serie de ventajas inherentes a la propia estructura cuyo estudio se desarrollará a continuación. Entre ellas cabe mencionar la sencillez del proceso de fabricación, la robustez de la estructura y el tamaño del dispositivo resultante. A diferencia de lo que ocurre en los sensores de campo evanescente, aquí la luz atraviesa el material e interactúa con el medio exterior, aunque el mayor interés es que la interacción ocurra principalmente por los cambios que este pueda provocar en el recubrimiento. Como principal desventaja de este tipo de estructuras está el hecho de que la potencia que llega al espectrómetro es inferior a la que llegaría con un montaje en transmisión.

Desde el punto de vista de su utilización, los sensores fabricados mediante recubrimientos en punta de fibra podrían emplearse para todas las aplicaciones de los sensores intrínsecos en transmisión y otras en los que estos últimos no son útiles o eficientes, como, por ejemplo, para la detección de elementos/compuestos químicos por fluorescencia [1] o la medición en entornos herméticos de pequeño volumen, como por ejemplo, *blisters* de medicamentos o envases de comida precocinada. Sin embargo, hay ciertas aplicaciones en las que algunos sensores en transmisión han demostrado una mejor actuación, especialmente cuando se pretende medir cambios en el índice de refracción del medio exterior. De cualquier manera, ya han sido desarrollados sensores interferométricos de este tipo para la medición de temperatura [2], humedad [3], pH [4,5] o detección de compuestos químicos [6], entre otros. Aquí, el análisis se centra en sensores

fabricados mediante recubrimientos en punta de fibra realizados con un único material mediante la técnica de *sputtering*. El uso de esta técnica de deposición permite disminuir los tiempos asociados a la fabricación si se compara con otros métodos, como por ejemplo el auto-ensamblado electrostático, además de que ofrece mayor repetitividad y permite controlar y modificar con mayor precisión parámetros tales como el espesor o las propiedades ópticas. Otros factores que se desean modificar respecto a trabajos anteriores es el uso de fibras especiales, como fibras de cristal fotónico o fibras huecas [4], para la generación de la interferometría. En estos casos, la interferencia modal que se produce genera una respuesta espectral adecuada, produciendo interferencias a múltiples longitudes de onda. Sin embargo, no se considera que sea la estructura óptima ya que no ofrece los mejores resultados en términos de sensibilidad.

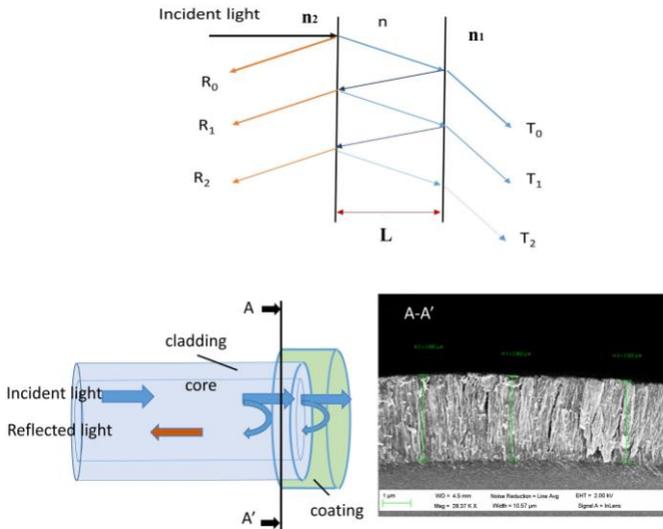
El estudio inicial de estos interferómetros, construidos como se ha mencionado, se considera un paso previo necesario para la comprensión del comportamiento del material. Esto facilitará su posterior aplicación en la segunda estructura desarrollada en este capítulo, que consiste en la generación de un reflector distribuido de Bragg (DBR) en la punta de la fibra mediante recubrimientos realizados con un único material. El concepto de DBR ya ha sido estudiado con anterioridad [7,8], aunque su aplicación a la sensórica no está muy extendido y su generación mediante un único material no había sido estudiada hasta la fecha.

En este capítulo se estudiarán dos estructuras similares en su fabricación, pero diferentes en su principio de funcionamiento, y a las que se les realizará un estudio teórico previo a su fabricación con el objetivo de conocer cómo afectan los parámetros constructivos a la respuesta en su aplicación como sensores.

## 2.2. Interferómetros de Fabry-Pérot.

### 2.2.1. Introducción y base teórica.

Los interferómetros de Fabry-Pérot y de Fizeau son confundidos habitualmente debido a las similitudes entre ambos. Un interferómetro Fabry-Pérot está constituido por dos superficies semi-reflectantes colocadas a una distancia fija. Un haz de luz monocromática que incida con un ángulo arbitrario respecto de la normal a las superficies reflectantes sufrirá múltiples reflexiones entre ambas superficies. Entonces, los haces reflejados interferirán con los haces transmitidos dentro del espacio determinado por ambas superficies (*étalon*) generando un patrón de interferencia (ver Fig. 2.1).



**Fig. 2.1** Esquema del principio de funcionamiento de una nanocavidad Fabry-Pérot.

Este patrón depende de la distancia entre las superficies, del índice de refracción del medio entre ellas así como de la longitud de onda de la luz incidente [8]. El interferómetro de Fizeau es muy similar, pero

no tiene en cuenta las múltiples reflexiones internas que se producen dentro de la cavidad. Así, la ecuación de interferencia de dos haces está expresada por la Ec. 2.1 [9]

$$I(x, y) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(\phi_1 - \phi_2) \quad (2.1)$$

donde  $I$  es la irradiancia,  $\phi$  es la fase del haz en radianes y los subíndices 1 y 2 se refieren a cada uno de los haces que interfieren. También es posible expresar la reflectancia del interferómetro ( $R_{FP}$ ) en función de los coeficientes de reflexión de la interfaz fibra/recubrimiento ( $R_1$ ) y de la interfaz recubrimiento/aire ( $R_2$ ) que conforman el interferómetro mediante la siguiente ecuación (Ec. 2.2) [10–12]:

$$R_{FP} = \frac{R_1 + R_2(1 - A_1)^2 e^{-4\alpha L} - 2\sqrt{R_1 R_2}(1 - A_1)e^{-2\alpha L} \cos(\theta)}{1 + R_1 R_2 e^{-4\alpha L} + 2\sqrt{R_1 R_2} e^{-2\alpha L} \cos(\theta)} \quad (2.2)$$

donde  $L$  es la longitud de la cavidad,  $\alpha$  es el coeficiente de absorción del material y  $A_1$  es un factor asociado a la dispersión del medio [13]. Los coeficientes  $R_1$  y  $R_2$  pueden determinarse aproximadamente por la ley de Fresnel, que para el caso de incidencia perpendicular se expresa mediante la Ec. 2.3, y el desfase total en el interferómetro ( $\theta$ ) se calcula mediante la Ec. 2.4 [10],

$$R_1 = \left(\frac{n_1 - n}{n_1 + n}\right)^2 ; R_2 = \left(\frac{n_2 - n}{n_2 + n}\right)^2 \quad (2.3)$$

$$\theta = \frac{4\pi n L}{\lambda} \quad (2.4)$$

donde  $n_1$ ,  $n_2$  y  $n$  son los índices de refracción de la fibra, del medio externo y del recubrimiento respectivamente,  $L$  es la longitud de la cavidad y  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz incidente. En el caso de no tener en cuenta la absorción del material ni las pérdidas producidas por la dispersión del material, la Ec. 2.3 se podría expresar de la siguiente manera (Ec. 2.5):

$$R_{FP} = \frac{R_1 + R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\theta)}{1 + R_1 R_2 + 2\sqrt{R_1 R_2} \cos(\theta)} \quad (2.5)$$

Existen diversas maneras de obtener un interferómetro de Fabry-Pérot. Una forma simple es manteniendo un espacio entre dos fibras [13], aunque lo más habitual es mediante la combinación de distintos tipos de fibra [15,16]. Otro método que requiere un equipamiento más costoso es el micro-mecanizado de la fibra mediante láser pulsado (*femtosecond laser*) [17,18] o mediante *focused ion beam milling* [19]. Sin embargo, todos los procedimientos anteriores requieren la adición posterior de un material sensible [20], salvo que se quieran medir parámetros físicos.

La manera más sencilla de integrar el material sensible en la estructura óptica es mediante los recubrimientos en punta de fibra. Anteriormente ya se habían desarrollado estructuras similares [3,5,11,21]. Resulta frecuente encontrar interferómetros contruidos mediante estructuras multicapa, concretamente con tres capas, en las que la capa intermedia actúa de elemento sensible y las otras dos actúan como superficies semirreflectantes [21–23]. Mediante el trabajo desarrollado aquí se pretende demostrar que es posible generar este tipo de interferómetros mediante el uso de un único material y que las superficies semirreflectantes las constituyan las interfases entre secciones de distinto índice. Esta consideración permitirá optimizar el proceso de fabricación en cuanto al uso de materiales y en cuanto al tiempo del proceso, así como la respuesta espectral. En la siguiente sección se analizará la dependencia de esta estructura respecto a distintos parámetros utilizando las ecuaciones descritas en esta sección (Ec. 2.2, 2.3 y 2.4).

### 2.2.2. Montaje experimental para la fabricación

En los apartados posteriores se analizarán con profundidad dos dispositivos diferentes, fabricados ambos mediante recubrimientos en punta de fibra. La fibra óptica utilizada es fibra óptica estándar, tanto SMF como MMF. Para la fabricación de estas estructuras ópticas se utilizará, a lo largo de todo el capítulo, el montaje óptico de la Fig. 2.2. En la versión de este montaje para fibra MMF, una fuente de luz blanca halógena (ANDO AQ-4303B) introduce luz en uno de los

brazos de un *splitter* 2x1 (50:50) y la fracción reflejada es conducida por el otro brazo hacia un espectrómetro (HR-4000 o NIR-512 de OceanOptics). El brazo libre del *splitter* se conecta a través de un pasamuros de vacío con el latiguillo cuyo extremo será recubierto con el material seleccionado.

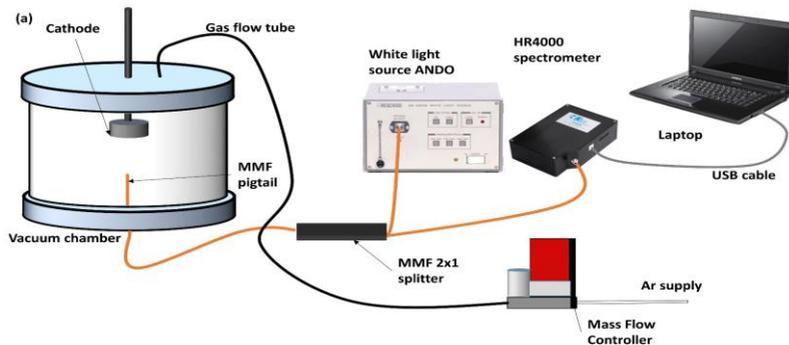


Fig. 2.2 Montaje experimental para la monitorización del proceso de fabricación de los interferómetros de Fabry-Pérot

### 2.2.3. Análisis teórico

Con el objetivo de ser capaces de prever el comportamiento de esta clase de interferómetros y fabricarlos de manera optimizada, se realizó un estudio teórico del fenómeno interferométrico mediante la aplicación de las ecuaciones anteriores, Ec. 2.3, 2.4 y 2.5. Se realizaron barridos en función de los parámetros relacionados con el espesor y el índice de refracción de los recubrimientos. El índice de la fibra se fijó en 1,48 y como material sensible a estudiar, se seleccionó el óxido de estaño, con índice de refracción de valor 1,95 y con coeficiente de extinción nulo.

#### 2.2.3.1. Espesor del recubrimiento

En primer lugar se analiza el proceso de fabricación y la generación del fenómeno interferométrico al ir aumentando el espesor

de la capa depositada. El espectro reflejado obtenido se muestra en la Fig. 2.3.

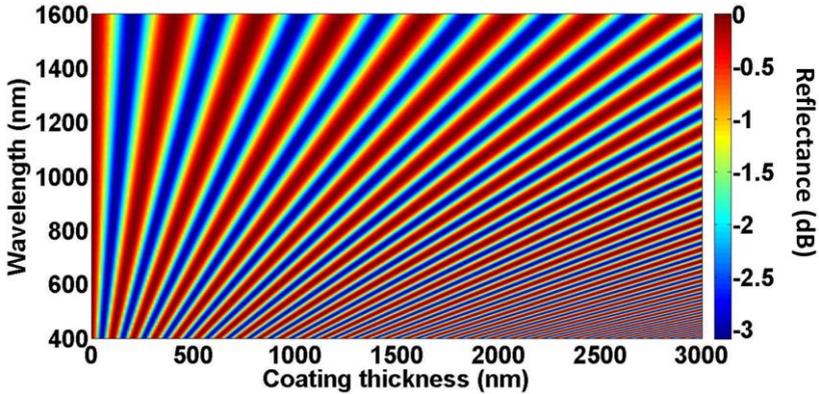


Fig. 2.3 Espectro reflejado obtenido por simulación al ir aumentando el espesor de la capa de óxido de estaño depositada en punta de fibra

Analizando con detalle la figura anterior se puede observar cómo, a partir de un espectro plano, se comienzan a generar picos de interferometría cuya anchura aumenta según se desplazan hacia longitudes de onda mayores. Además, se van generando nuevos picos cada vez, disminuyendo la distancia espectral entre picos. Por otro lado, es evidente el cambio en la pendiente con la que se desplazan los picos, que indica diferentes sensibilidades (en longitud de onda) para cambios de espesor. Se ha estudiado cuánto se desplazan los picos para variaciones del espesor mediante seguimientos de los picos de interferencia constructiva y también mediante el análisis del desfase, calculado mediante la aplicación de la transformada rápida de Fourier (FFT) al espectro reflejado, y cuyos resultados se resumen en la Tabla 2.1.

**Tabla 2.1** Parámetros utilizados para estudiar la sensibilidad en fase y en longitud de onda a cambios en la longitud de la cavidad y sensibilidad obtenida.

Esesor (nm)	$\Delta L(\%)$	$\Delta L(\text{nm})$	$\frac{\Delta\lambda(\text{nm})}{\Delta L(\%)}$	$\frac{\Delta\lambda(\text{nm})}{\Delta L(\text{nm})}$	$\frac{\Delta\phi(\text{rad})}{\Delta L(\%)}$	$\frac{\Delta\phi(\text{rad})}{\Delta L(\text{nm})}$
1000	$\pm 0,5\%$	$\pm 5$	12,86	1,286	-0,2134	-0,0213
2000	$\pm 0,25\%$	$\pm 5$	6,31	0,315	-0,299	-0,0149
3000	$\pm 0,16\%$	$\pm 5$	5,75	0,184	-0,557	-0,0178

Por lo observado en la Tabla 2.1 se puede concluir que el desplazamiento en longitud de onda de los puntos de interferencia constructiva o destructiva no es excesivamente útil para realizar comparativas, ya que este depende del camino óptico inicial de la cavidad. Expresándolo de otra manera, el desplazamiento en longitud de onda disminuye cuando aumenta el espesor de la cavidad porque también ha disminuido el rango espectral libre (*free spectral range* o FSR). Esto no implica que el dispositivo sea menos sensible, ya que al ser las bandas de menor anchura espectral, la resolución es mayor. Sin embargo, el análisis mediante la FFT, que permite medir el desfase, tiene en cuenta este factor, el FSR, es decir, analiza el comportamiento del interferómetro en términos relativos al FSR, por lo que se considera más adecuado para el análisis genérico de esta estructura. Teniendo en cuenta el cambio en la fase, la sensibilidad a cambios en el espesor aumenta cuanto mayor es el espesor.

### 2.2.3.2. Índice de refracción del recubrimiento

Otro efecto analizado es el producido por cambios en índice de refracción de la cavidad. Este será el efecto buscado a la hora de desarrollar este tipo de sensores, que el parámetro a medir afecte al material del recubrimiento modificándolo ópticamente. Se ha analizado cómo afectan los cambios del índice del recubrimiento para distintos valores medios de este manteniendo la variación absoluta de índice constante y para distintos valores del índice del medio externo

para un espesor fijo de 1000 nm. Algunos de los resultados obtenidos se recogen en la Tabla 2.2.

**Tabla 2.2** Parámetros utilizados para estudiar la sensibilidad en fase a cambios en el índice del recubrimiento y sensibilidad obtenida.

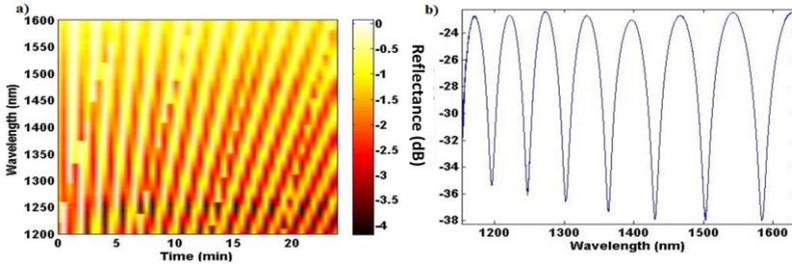
Índice medio de la nano-cavidad ( $\bar{n}$ )	$\Delta n$ (RIUs)	$n_{ext}$	$\frac{\Delta\phi(rad)}{\Delta n(RIUs)}$
1,8	$\pm 0,1$	1	-10,756
1,8	$\pm 0,1$	1,33	-10,832
1,9	$\pm 0,1$	1	-8,944
1,9	$\pm 0,1$	1,33	-8,972

De los resultados obtenidos se puede deducir que cuanto mayor sea el índice de refracción exterior y menor el de la cavidad mayor será la sensibilidad a cambios en índice del recubrimiento. También se puede decir que un mismo incremento porcentual en la longitud de la cavidad conduce a cambios mayores que si ese mismo incremento se produce en el índice de la cavidad. Teniendo en cuenta estos factores se llevó a cabo la construcción de estos interferómetros para el desarrollo de sensores, estableciendo un compromiso entre el tiempo de fabricación y la sensibilidad deseada, con el objetivo de estudiar su comportamiento ante variaciones de humedad y de concentración de gases.

#### 2.2.4. Sensor de humedad relativa.

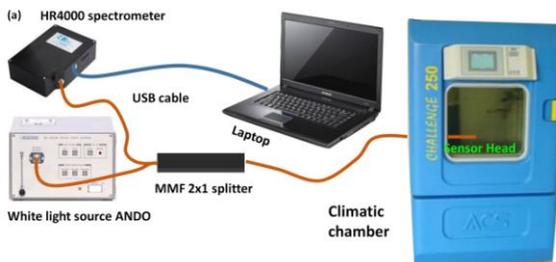
En esta sección se comentarán los resultados experimentales obtenidos mediante un interferómetro Fabry-Pérot construido mediante la deposición por *sputtering* de una capa de 3  $\mu\text{m}$  de espesor de óxido de estaño sobre la punta de una fibra SMF. Los parámetros utilizados para la fabricación fueron 180 mA de corriente y una presión en la cámara de vacío de 0,8 Pa, usando argón como gas para el proceso. El tiempo necesario para obtener un interferómetro de las

características deseadas fue de 24 minutos. El proceso fue monitorizado y los datos obtenidos se muestran en la Fig. 2.4.



**Fig. 2.4** (a) Evolución experimental del espectro reflejado y (b) espectro final a temperatura ambiente.

En la figura anterior se puede apreciar las similitudes con el espectro teórico representado en la Fig. 2.3. También es posible percatarse de que hay ciertas diferencias entre la potencia óptica reflejada obtenida durante la construcción y la que corresponde al espectro final. Esto es debido, aparte de las diferencias del entorno, a que para la monitorización en el *sputtering* la referencia tomada es el espectro reflejado por la fibra sin depositar, mientras que en el espectro final la referencia es el espectro transmitido por la fuente directamente al OSA. Una vez fabricado el interferómetro se procede a introducirlo en una cámara climática para su caracterización (ver Fig. 2.5).



**Fig. 2.5** Montaje experimental para la caracterización de los sensores por recubrimientos en punta de fibra

A continuación se muestran los resultados al cambiar la humedad a la que está sometido el interferómetro dentro de la cámara climática (ver Fig. 2.6).

Analizando esta figura se puede observar cómo cada pico de interferencia destructiva (mínimos) se desplaza hacia longitudes de onda mayores conforme aumenta la humedad. El sensor muestra una buena repetitividad. En la Fig. 2.7 se muestran los espectros reflejados para valores concretos de humedad.

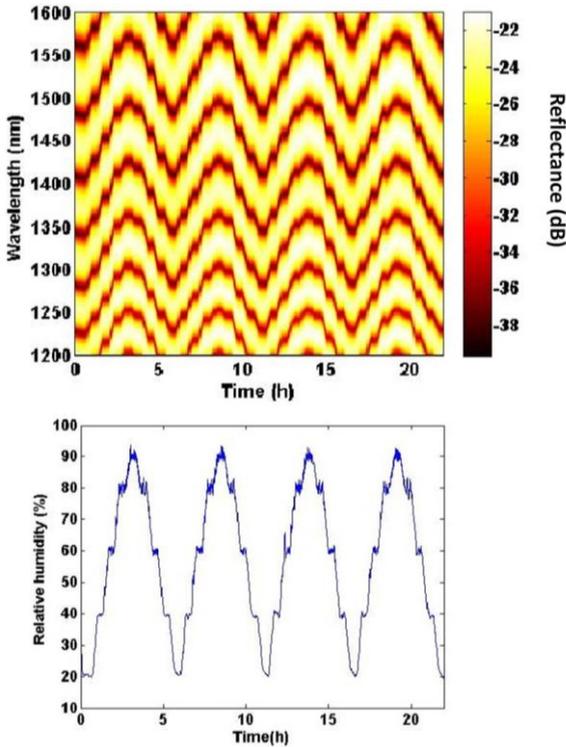


Fig. 2.6 Evolución experimental del espectro reflejado con la humedad (abajo).

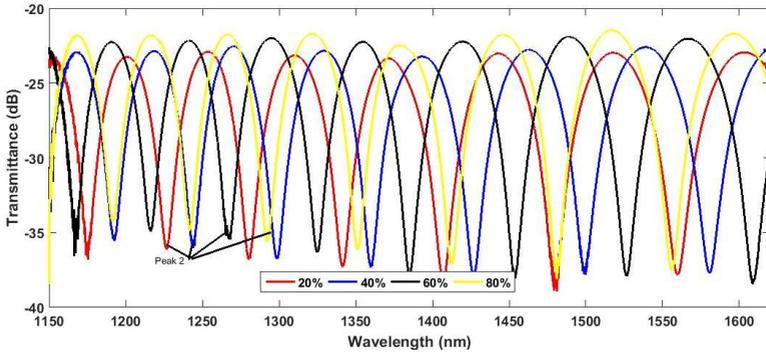


Fig. 2.7 Espectros para humedades del 20, 40, 60 y 80 %.

Para la caracterización del dispositivo se analizó la longitud de onda de cada punto de interferencia destructiva para cada valor de humedad, lo que queda plasmado en la Fig. 2.8. De los datos extraídos se puede decir que el desplazamiento en longitud de onda es mayor para los mínimos situados a mayores longitudes de onda. El comportamiento es lineal con una histéresis inferior a  $\pm 2.5\%$ . La máxima sensibilidad obtenida es para el pico situado a 1480 nm y esta es de 1,257 nm/%HR, mientras que la mínima sensibilidad es de 1,057 nm/%HR y corresponde al pico situado en 1175 nm. También se analizaron los datos obtenidos mediante la FFT y se obtuvieron unas variaciones de fase cercanas a  $2,5\pi$  radianes.

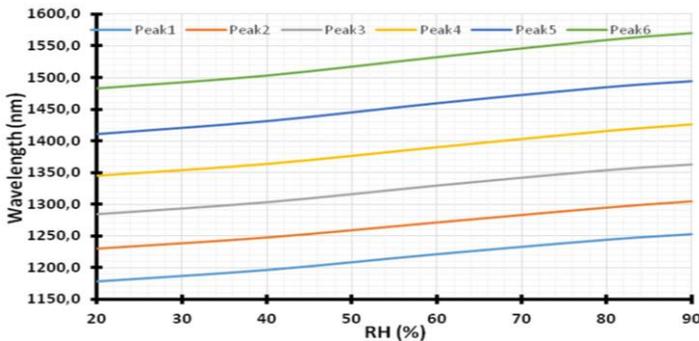


Fig. 2.8 Longitudes de onda de las interferencias destructivas en función de la humedad.

### 2.2.5. Estudio del comportamiento como detector de gases (amoníaco y óxido nítrico).

El siguiente estudio, usando esta misma estructura, se centró en el análisis de su funcionamiento como sensor para la detección de compuestos gaseosos, en particular, amoníaco y óxido nítrico.

El amoníaco es una sustancia altamente corrosiva y los principales efectos tras su exposición se dan en la piel, los ojos, la boca, en el sistema respiratorio y el digestivo [21,22]. Concentraciones superiores a 100 ppm pueden producir quemaduras en los ojos, lagrimeo, hinchazón de los párpados, abrasión de la córnea, visión borrosa e incluso ceguera permanente [23,24]. Por lo tanto, es esencial controlar las concentraciones de amoníaco, especialmente en las plantas de fabricación donde se usa gas amoníaco concentrado.

Por otro lado, la exposición de los animales al óxido nítrico causa somnolencia, pérdida del conocimiento y la muerte. El óxido nítrico se transforma en dióxido de nitrógeno en el aire, que es más tóxico y puede causar dificultades respiratorias graves. El dióxido de nitrógeno también puede causar irritación de los ojos, la nariz y la garganta [25,26]. El óxido de estaño había sido utilizado previamente para detectar óxido nítrico en sensores electrónicos [27] y para la medición de amoníaco [28,29] en sensores de fibra óptica.

En este caso, el dispositivo fue fabricado sobre fibra MMF (62,5/125), pero manteniendo las condiciones de fabricación. Esto permitió realizar mediciones en el rango VIS-NIR (400-900 nm). El montaje experimental se muestra en la Fig. 2.9. Se utilizó nitrógeno extra puro, amoníaco disuelto en nitrógeno (2020 ppm) y óxido nítrico también disuelto en N<sub>2</sub> (375 ppb), todos ellos adquiridos en Praxair. Se usaron dos reguladores de flujo másico (Bronkhorst EL-FLOW) para controlar el flujo másico de los gases mencionados anteriormente y luego se introdujeron en un mezclador de gas estático. Finalmente, la fibra óptica se insertó en un tubo de poliamida de 4 mm por donde fluía la mezcla de gas resultante. El flujo total se mantuvo constante en 250 ml/min.

A continuación se muestran las variaciones en las condiciones del interferómetro al cambiar la concentración del amoníaco. La Fig. 2.10 (a) representa los distintos espectros obtenidos para distintas concentraciones de amoníaco; los datos mostrados en la Fig. 2.10 (b) representan las variaciones en longitud de onda variando la concentración de amoníaco (de 0 a 400 ppm) de manera repetitiva para calcular el tiempo de respuesta; finalmente en la Fig. 2.10 (c) se muestra el comportamiento del dispositivo frente al amoníaco, representado por el desplazamiento en longitud de onda de uno de los picos de interferometría en función de la concentración de amoníaco.

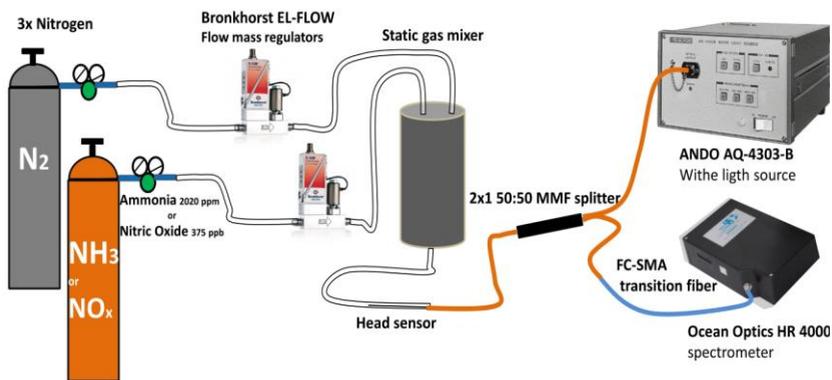
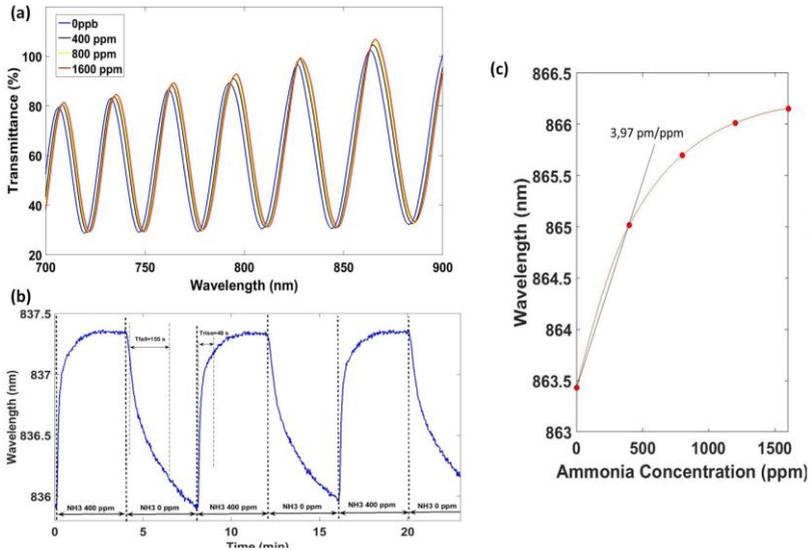


Fig. 2.9 Montaje experimental para la detección de gases.

El interferómetro funciona de manera similar a cuando se modificaba la humedad. El espectro se desplaza hacia longitudes de onda mayores, lo que significa que el índice de refracción del recubrimiento está aumentando. Este aumento en el índice de refracción es causado por la adsorción de amoníaco en la superficie de la cavidad de óxido de estaño. Estos cambios se corresponden con una sensibilidad máxima, para las condiciones de trabajo, de 4 pm/ppm.

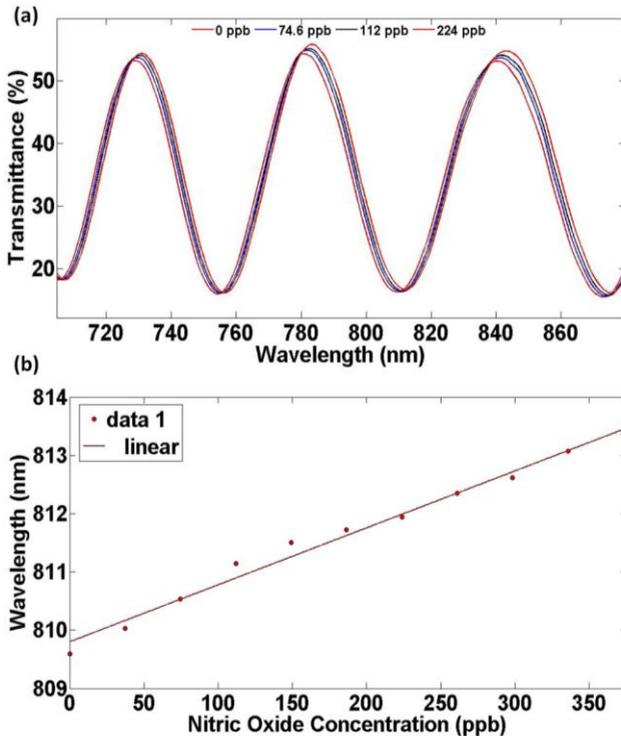


**Fig. 2.10** (a) Espectros para distintas concentraciones de  $\text{NH}_3$ , (b) respuesta dinámica del interferómetro y (c) caracterización del dispositivo en longitud de onda.

Por último, se comentarán los resultados relativos al tiempo de respuesta del dispositivo. Para este estudio se aplicaron ciclos de 0 ppm a 400 ppm al interferómetro. La duración de cada ciclo fue de 8 minutos. Existen grandes diferencias entre el tiempo de subida y el de bajada, lo que induce a pensar que el proceso de desorción es más lento que el de adsorción. Además, los tiempos de respuesta pueden depender de la concentración de gas y también es posible que dependan del espesor del recubrimiento. El dispositivo presenta un tiempo de adsorción de 67.5 segundos mientras que el tiempo de desorción es mayor que 155 segundos. Además, se apreció una deriva sobre la línea base que se achaca a una falta de tiempo respecto al necesario para conseguir la desorción completa, aunque no se descarta que pudiera estar produciéndose algún tipo de modificación química en el material.

Siguiendo el mismo procedimiento que antes, se analizó el comportamiento del interferómetro en función de la concentración de

óxido nítrico (ver Fig. 2.11). La sensibilidad del interferómetro al óxido nítrico es 10 pm/ppb, que es 2500 veces la sensibilidad obtenida para las concentraciones de amoníaco. Para el estudio del tiempo de respuesta se varió la concentración de óxido nítrico de manera escalonada de 0 a 224 ppb en pasos de 300 segundos de duración. El dispositivo presenta un tiempo de subida de 120 segundos, mientras que el tiempo de bajada es de 210 segundos. El tiempo de recuperación necesario para la desorción completa del óxido nítrico es en realidad menor que el necesario para la desorción de amoníaco, debido, probablemente, al uso de concentraciones más bajas.



**Fig. 2.11** (a) Espectros para distintas concentraciones de NO y (b) caracterización del dispositivo en longitud de onda.

## 2.3. Redes de difracción de Bragg

### 2.3.1. Introducción

Una red de difracción de Bragg o *distributed Bragg reflectors* (DBRs) es una estructura óptica que consiste en una perturbación periódica del índice de refracción de una guía de onda. Estas estructuras pueden fabricarse mediante distintas tecnologías y con distintos propósitos [7,31].

Los DBRs se fabrican habitualmente mediante la secuencia alterna de capas de dos materiales ópticos diferentes [7]. También pueden construirse redes de difracción de Bragg en fibra, *fiber Bragg grating* (FBG). Estas se construyen, generalmente, mediante la exposición del núcleo de la fibra óptica a un intenso patrón de interferencia óptica de luz ultravioleta [31].

Entre las aplicaciones principales de los DBR se encuentra su uso como espejo en las cavidades resonantes de los láseres [32]. Las FBGs tienen cabida en los láseres de fibra óptica, pero también en otras aplicaciones como amplificadores de Raman, filtros, multiplexación WDM, etc. [32]. Además, las FBGs han sido ampliamente estudiadas para su uso como sensores de parámetros físicos, tales como deformación [33] o temperatura [34], e incluso se pueden utilizar para el desarrollo de sensores de parámetros químicos [35–37] mediante el uso de materiales que sean capaces de deformar la fibra. Esta restricción ha hecho que no hayan tenido excesivo éxito a la hora de fabricar sensores químicos.

Como se ha mencionado antes, los DBR consisten en una estructura con variaciones periódicas del índice de refracción. Cada vez que la luz atraviesa la superficie de separación de estos dos medios, se produce la reflexión de una pequeña cantidad de luz [38]. Si el diseño del DBR es correcto, todas estas sucesivas reflexiones interfieren constructivamente, lo que da lugar a una fuerte potencia reflejada en torno a una longitud de onda, que debe cumplir la condición de Bragg, expresada por la Ec. 2.5 [39]

$$\frac{2\pi}{\Lambda} = 2 \frac{2\pi n}{\lambda} \cos(\theta) \quad (2.5)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz en el vacío,  $n$  es el índice de refracción medio del medio,  $\theta$  es el ángulo de incidencia y  $\Lambda$  es el periodo.

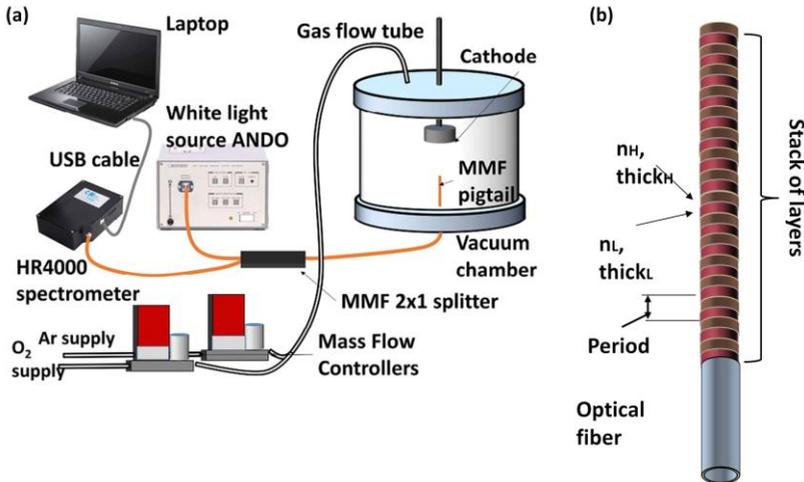
El principio de funcionamiento de los DBR y de las FBG no implica que haya acoplamiento entre el modo fundamental y los modos de *cladding*, o que la luz salga del núcleo. Esto significa que la interacción con el campo evanescente va a ser muy débil, salvo que se recurra a estrategias como el ataque con ácido, aunque el diámetro al que hay que llegar está muy próximo al valor del diámetro del núcleo [40]. Por esta razón la mayor parte de los sensores desarrollados utilizan materiales que se deformen [35–37] con el parámetro que se quiere medir, y esto, generalmente, no conduce a sensibilidades muy altas.

Con el objetivo de mejorar estas sensibilidades y de ampliar el campo de aplicación de este tipo de dispositivos en el ámbito de los sensores químicos se plantea la construcción del DBR directamente sobre la punta de fibra. Este concepto ya había sido explorado previamente [41,42] aunque sin llegar a obtener, de manera experimental, una función de transferencia válida para la posterior detección en longitud de onda. Además, aquí se propone la fabricación de esta estructura mediante el uso de un único material.

### 2.3.2. Montaje experimental

En esta sección se muestra el montaje para la fabricación de estos dispositivos, así como un esquema de la estructura propuesta. Para la generación de estas redes de difracción se usa el montaje de la Fig. 2.12, que para algunos experimentos, en los que se utilicen dos gases, requerirá dos controladores de flujo másico y para otros, en los que se modifique la presión, uno solo. El *grating* presenta el aspecto de la Fig. 2.12 (b) y se generará mediante cambios en la concentración de oxígeno durante el proceso de *sputtering* en unos casos y mediante

cambios de la presión de vacío mediante variaciones del flujo del gas en otros.



**Fig. 2.12** (a) Montaje experimental para la fabricación de redes de difracción en punta por cambios en la concentración de oxígeno durante el proceso de fabricación; (b) representación esquemática de la estructura generada.

En la figura anterior se puede observar la estructura propuesta, compuesta de una sucesión de capas de distinto índice de refracción. Cada pareja de capas conforma un periodo y fomenta la reflexión de la luz a una longitud de onda determinada. A continuación se analizará, mediante simulaciones, los principales parámetros que afectan a esta estructura, que son el espesor de cada capa, el número de periodos y el índice de refracción de cada capa.

### 2.3.3. Análisis teórico

Para el estudio paramétrico de esta estructura se utilizó un programa basado en el método conocido como análisis riguroso de acoplamiento de ondas (RCWA). El RCWA es un método que permite el análisis preciso de la difracción de ondas electromagnéticas en

estructuras periódicas mediante el cálculo de las soluciones exactas a las ecuaciones de Maxwell [41,43–45]. Las constantes ópticas y sus variaciones se han obtenido mediante elipsometría y también de publicaciones previas [46–49] para simular óxidos conductores transparentes.

Cada espectro obtenido se normalizó respecto al espectro de una fibra sin recubrir y el índice del material se supuso constante en todo el rango analizado. El valor del índice de refracción del núcleo de la fibra óptica se fijó como 1,48 de acuerdo a los datos obtenidos de Telnet-RI, mientras que el índice del medio externo se estableció en 1. El índice de la capa de menor índice (LRIL) ,  $n_L$ , se asumió como 1.7, mientras que el índice de la capa de índice alto (HRIL) ,  $n_H$ , se estableció como un 10% mayor que del LRIL, que está en el rango obtenido en [48]. Los espesores para cada capa se establecieron en 80 nm, que es un valor que permite obtener la resonancia en el rango de trabajo cuando se trabaja con óxido de estaño, que viene determinada por la ecuación 2.6,

$$\lambda_B = 2 \times (n_H \times \text{thick}_H + n_L \times \text{thick}_L) \quad (2.6)$$

donde  $\lambda_B$  es la longitud de onda de Bragg,  $n_H$  es el índice de refracción de una de las capas (la de mayor índice de refracción) que tiene un espesor  $\text{thick}_H$ , y de manera similar para la capa de menor índice se tiene un índice  $n_L$  y un espesor  $\text{thick}_L$ .

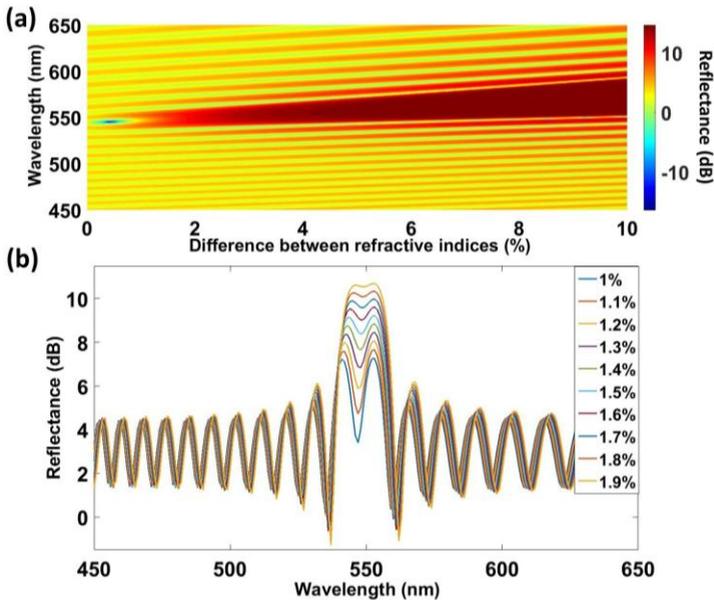
Los principales factores que afectan a esta estructura óptica son el espesor de cada capa, el número de períodos y el índice de refracción de cada capa. El efecto de la parte real e imaginaria del índice de refracción se estudió por separado. Para simular el comportamiento del dispositivo ante variables que afecten al recubrimiento, en concreto la humedad, se modificó el índice de cada capa en la misma proporción y se añadió una capa de agua. Se plantean seis situaciones que simularían cambios de baja a alta humedad [55] las cuales se resumen en la Tabla 2.3.

**Tabla 2.3** Parámetros utilizados para simular el efecto de cambios en la humedad ambiental

	$n_L$	$k_L$	$n_H$	$k_H$	Water layer (nm)
<b>A</b>	1.70	0.0256	1.7680	0.0266	0
<b>B</b>	1.72	0.0259	1.7888	0.0269	10
<b>C</b>	1.74	0.0262	1.8096	0.0272	20
<b>D</b>	1.76	0.0265	1.8304	0.0275	30
<b>E</b>	1.78	0.0268	1.8512	0.0278	40
<b>F</b>	1.80	0.0271	1.8720	0.0281	50

### 2.3.3.1. Diferencia entre los índices de refracción

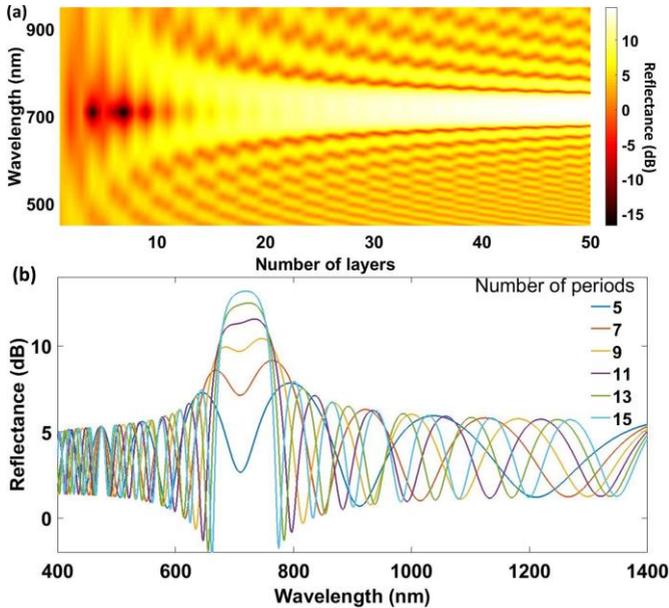
En primer lugar, se muestra cómo influye la diferencia entre la parte real de los índices de refracción de cada capa (ver Fig. 2.13). Estas simulaciones se realizaron con los siguientes parámetros: el índice de las capas pares ( $n_H$ ) se fijó a un valor de 1,7 mientras que para el de las impares ( $n_L$ ) se hizo un barrido desde 1,7 hasta 1,8683 en incrementos de 0.1%. El número de periodos se estableció en 50. Como se puede observar, el ancho de banda del pico reflejado aumenta si la diferencia entre los índices aumenta. En el caso límite en el que ambos índices fueran iguales, obtendríamos un interferómetro Fabry-Pérot. Si se considera un pico bien definido aquel en que la amplitud del pico reflejado es al menos el doble que la de los lóbulos laterales, la diferencia mínima necesaria entre índices es del 2%. Estas indicaciones pueden variar ligeramente según el número de periodos de la estructura. La potencia reflejada depende de la diferencia entre índices y tiende asintóticamente a su máximo de 14 dB para diferencias del 5%.



**Fig. 2.13** (a) Evolución del espectro reflejado para una diferencia de índices  $n_H$  y  $n_L$  del 0 a 10%; (b) espectros para diferentes valores de diferencia entre índices  $n_H$  y  $n_L$  del 1% al 1.9

### 2.3.3.2. Número de periodos

El siguiente parámetro a tener en cuenta es el número de periodos ( $N$ ). Cada periodo está constituido por dos capas diferentes (LRIL y HRIL). Para estas simulaciones, el índice de la capa impar se fijó a 1,7 y el de las pares a 1,87, y el grosor de cada periodo se ajustó a 80 nm. La Fig. 2.14 (a) muestra cómo el espectro reflejado se ve modificado de manera gradual según aumenta el número de periodos. La Fig. 2.14 (b) muestra el espectro para los primeros periodos.



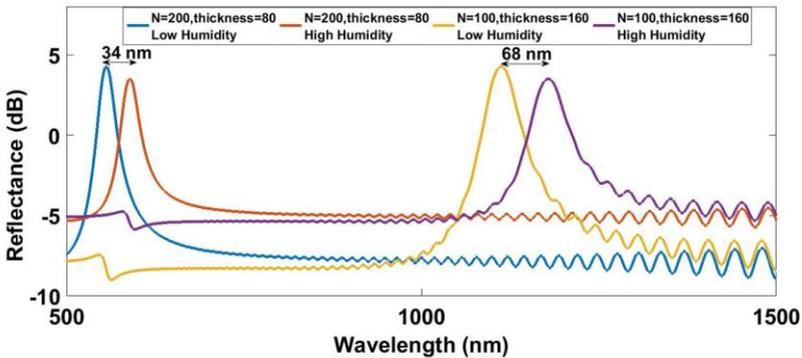
**Fig. 2.14** (a) Evolución del espectro reflejado conforme el número de períodos aumenta y (b) espectros reflejados para diferentes números de períodos: 5, 7, 9, 11, 13 y 15 períodos.

Se puede observar que se necesita un número mínimo de períodos para obtener un pico reflejado bien definido. Este número resulta ser unos 20 períodos para los parámetros utilizados en las simulaciones. Además se ha observado que aumentar el número de períodos por encima de cierto valor, 40 en el caso que nos ocupa, no conduce a una mejora notable. La potencia óptica reflejada aumenta 5 dB al pasar de 7 a 15 períodos, mientras que el aumento es de tan solo 0,5 dB, la décima parte, cuando se aumenta el número de períodos desde 20 a 50.

Sin embargo, el efecto de aumentar el número de períodos sí que resulta significativo cuando este se encuentra en el intervalo entre 5 y 20, ya que se produce un aumento importante de la potencia reflejada. Este hecho permite reducir el tiempo de integración del espectrómetro

y, consecuentemente, realizar medidas más rápidas. De todo lo mencionado anteriormente se deduce que el número de periodos debería ser inferior a 50 para obtener una banda de reflexión claramente definida, pero sin necesitar grandes tiempos de fabricación.

También se ha analizado cómo puede afectar el número de periodos y el espesor total a la sensibilidad. Para ello, se simularon dos dispositivos diferentes en dos situaciones (A y F de la tabla 2.3). El primero consta de 200 capas de 80 nm cada una, mientras que el otro fue simulado con 100 capas de 160 nm. Los resultados se muestran en la Fig. 2.15.



**Fig. 2.15** Espectros ópticos reflejados, obtenidos por simulación para las situaciones A y F de la Tabla 2.3, de dispositivos con distinto número de periodos y espesores de capa, pero con el mismo espesor total.

El dispositivo con mayor número de periodos de menor espesor proporciona un pico situado en 561 nm y muestra un desplazamiento en longitud de onda de 34 nm, mientras que el otro dispositivo, con menos capas de mayor espesor, está localizado en 1122 nm y se desplaza 68 nm. Por lo tanto, el pico situado a mayor longitud de onda muestra mayor sensibilidad. El espesor total y el número de periodos no influyen en este factor. En el próximo apartado se estudiará con más detalle cuál es la relación entre longitud de onda y sensibilidad.

### 2.3.3.3. Longitud del periodo

La Fig. 2.16 muestra el efecto de aumentar los espesores de ambas capas manteniéndolos iguales entre sí. Para estos resultados, el número de períodos se mantuvo constante, el índice de refracción de cada capa también se mantuvo constante ( $n_L = 1,7$ ,  $n_H = 1,87$ ) y el espesor de ambas capas se barrió de 70 a 150 nm para obtener el pico reflejado dentro del rango espectral de interés. A medida que aumenta el grosor, el pico reflejado se desplaza hacia longitudes de onda mayores y se ensancha. Un segundo pico, correspondiente al segundo orden de difracción, comienza a aparecer para espesores mayores que 110 nm. Debido en parte al ángulo de incidencia de la luz en la red de difracción, esta segunda banda de reflexión tiene una amplitud importante, pero en términos de sensibilidad es inferior a la de orden uno.

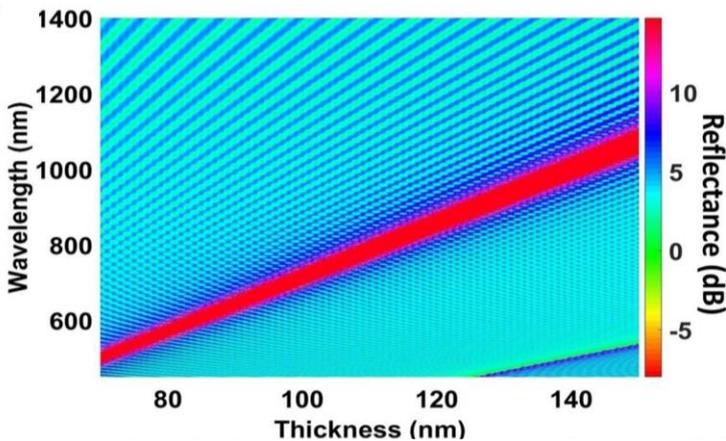
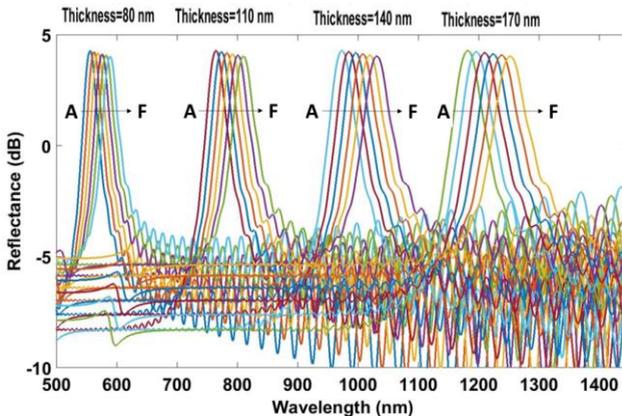


Fig. 2.16 Evolución del espectro simulado según aumenta el espesor de cada capa

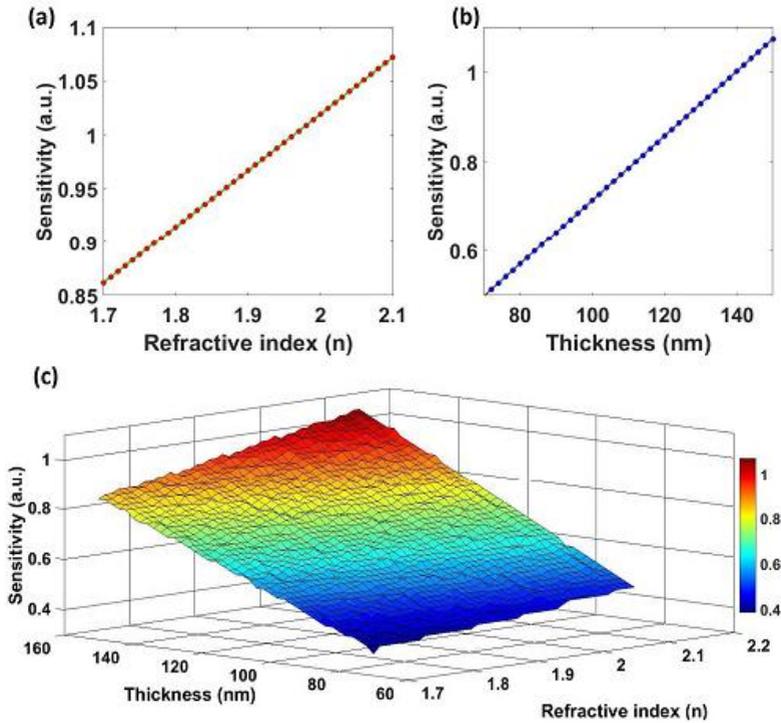
El efecto de tener diferentes espesores para las capas impares que para las pares es similar al efecto de ir aumentando la diferencia entre el índice de las capas. El factor de calidad del pico reflejado disminuye y este se sitúa a longitudes de onda ligeramente mayores a medida que aumenta la diferencia entre espesores.

También se ha estudiado cómo afecta a la sensibilidad el espesor de cada capa, parámetro que se preveía de gran importancia debido a los resultados de la sección anterior (ver Fig. 2.14). Para analizarlo con detalle se realizaron unas simulaciones en las que se mantuvo el número de periodos constante (50 periodos) y se modificó el espesor de cada semiperiodo, desde 80 nm hasta 170 nm. Para cada una de estas situaciones, se modificaron los índices de las capas de acuerdo a los valores de la Tabla 2.3. Los espectros obtenidos se muestran en la Fig. 2.17, donde se observa que para los mismos cambios del índice de la cavidad, el desplazamiento es cada vez mayor. Esto se analizará con más detalle a continuación.



**Fig. 2.17** Simulación del efecto de la humedad en el espectro reflejado para diferentes longitudes de periodo (80, 110, 140 y 170 nm)

Además de la longitud del periodo, también se ha estudiado cómo afecta a la sensibilidad el índice de refracción de las capas, teniendo en cuenta que el camino óptico, que es el producto del espesor por el índice de refracción, parece ser el factor que determina la sensibilidad de esta estructura. Los resultados de las simulaciones de estos dos factores se representan de manera conjunta en la Fig. 2.18.



**Fig. 2.18** Sensibilidad como función del (a) índice de refracción del recubrimiento y (b) espesor de cada capa. (c) Representación en tres dimensiones de la sensibilidad en función de los parámetros anteriores.

La figura anterior muestra la dependencia lineal de la sensibilidad con respecto a (a) el índice de refracción de la película y (b) respecto al espesor. La Fig. 2.18 (c) representa en un gráfico 3D la sensibilidad en función del índice y el espesor. Por la pendiente de la superficie de la Fig. 2.18 (c) se observa que el incremento de la sensibilidad es mayor para cambios en el espesor de cada capa que para cambio en el índice del material. Sin embargo, en términos relativos, la mejora es superior por el cambio de índice que por el cambio de espesor.

### 2.3.3.4. Coeficiente de extinción

Finalmente, el último factor estudiado es el hecho de tener un coeficiente de absorción ( $\alpha$ ) distinto de cero. El coeficiente de absorción depende del material y de la longitud de onda de la luz que está siendo absorbida. El valor de este coeficiente está relacionado con el del coeficiente de extinción ( $k$ ) y la longitud de onda ( $\lambda$ ) mediante la siguiente ecuación (Ec. 2.7) [48]:

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (2.7)$$

Para estas simulaciones se fijó el número de periodos en 50, la parte real del índice de refracción se estableció como 1,7 y la parte imaginaria se modificó desde 0 a 0,2. El índice de la capa HRIL se asumió que era un 10% mayor que el de la LRIL. Los resultados son los que aparecen representados en la Fig. 2.19. El coeficiente de extinción no tiene influencia en la sensibilidad. Se puede apreciar que para materiales sin absorción se obtendría un filtro paso-banda. Según aumenta el coeficiente de extinción hay una atenuación progresiva de la potencia reflejada, así como de la amplitud de los lóbulos laterales.

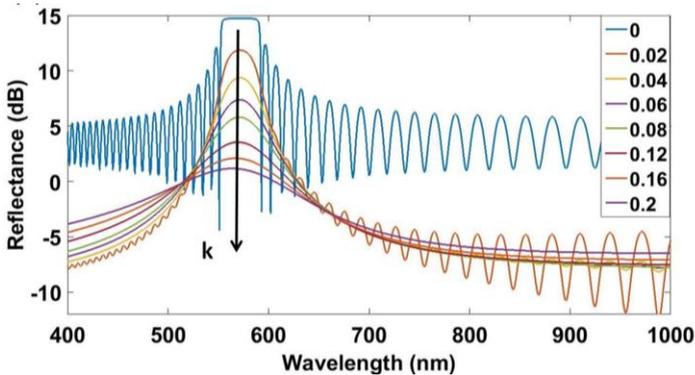


Fig. 2.19 Espectros reflejados obtenidos al simular distintos valores del coeficiente de extinción.

Hay una relación cuadrática entre la potencia óptica reflejada y el coeficiente de extinción. Para valores de  $k$  mayores que 0,2 el pico reflejado y los lóbulos laterales tienden a desaparecer. A partir de valores de  $k$  mayores que 0,5 se obtendría un espectro plano (contraste menor que 2 dB).

En conclusión, si se aumenta la longitud del periodo o el índice de refracción de cada semiperiodo, la banda de reflexión se produce a longitudes de onda mayores y esto conduce a mayores sensibilidades. El número de periodos mínimo es de 15 a 20 periodos y generar más de 50 periodos no conduce a ninguna mejora sustancial. El valor final de estos parámetros dependerá del material usado.

### 2.3.4. Resultados experimentales

Esta sección incluye resultados experimentales obtenidos mediante dos métodos diferentes y usando dos materiales distintos.

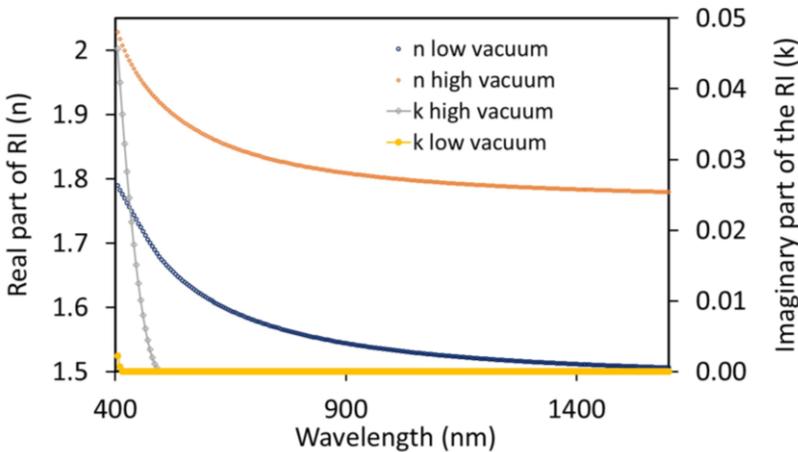
#### 2.3.4.1. Fabricación: método A (variación de la presión)

Este primer método consiste en modificar el flujo de gas de manera periódica durante el proceso de *sputtering*. En todos los experimentos en los que se utilizó este método el gas empleado era argón extra puro (Praxair). Aunque posteriormente se ha automatizado el proceso, los experimentos realizados aquí fueron hechos de manera manual mediante la apertura y cierre de una electroválvula que conectaba directamente el regulador de la botella de argón con el regulador de la máquina de *sputtering*.

El funcionamiento de este método ha sido posible gracias al volumen de la cámara de vacío y a los tiempos necesarios para la deposición de los espesores. En otras condiciones no sería posible cerrar completamente la válvula sino que habría que mantener un flujo de argón para poder seguir depositando. También es importante tener en cuenta el tiempo que le cuesta llegar de la situación de máxima presión a la de mínima presión. Este tiempo debe ser pequeño en comparación con el tiempo de deposición en cada situación y dependerá de la longitud de tubo entre la electroválvula y la cámara,

así como de la velocidad de extracción de la turbo-bomba molecular y del tamaño de la cámara, entre otros factores.

Utilizando este método se fabricaron tres dispositivos distintos, dos de ellos utilizando óxido de indio ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) y el tercero con óxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ). En la Tabla 2.4 se resumen los parámetros utilizados, que fueron extraídos, generalmente, después de unas pruebas preliminares para ver cuáles eran los tiempos requeridos para depositar capas de espesores similares en las condiciones de alta y baja presión. En la Fig. 2.20 se puede observar la variación producida en las constantes ópticas del  $\text{In}_2\text{O}_3$  al depositar en cada una de las dos situaciones.

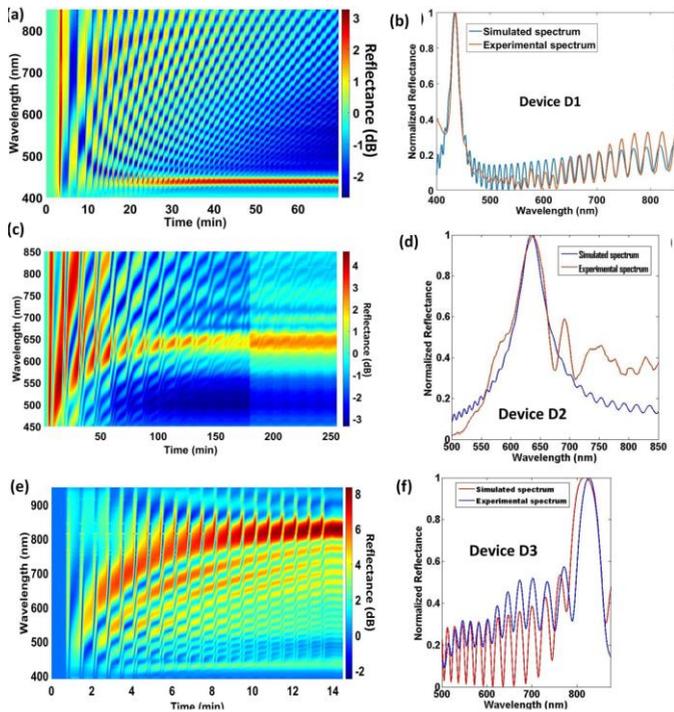


**Fig. 2.20** Constantes ópticas del óxido de indio depositado en alto y bajo vacío obtenidas por elipsometría (Uvisel-2 de HORIBA)

A continuación se muestran, en la Fig. 2.21 (a), (c) y (e), los gráficos que representan la evolución del espectro reflejado según se le van depositando los sucesivos periodos para los tres dispositivos mencionados anteriormente. A su derecha, Fig. 2.21 (b), (d) y (f), se pueden encontrar sus respectivos espectros finales y, superpuestos, sus espectros correspondientes obtenidos mediante simulación.

**Tabla 2.4** Parámetros utilizados para la fabricación de redes de difracción por cambios en la presión.

		N	P (mbar)	Voltage (V)	I (mA)	Time (s)
D1	LRIL	60	$7 \times 10^{-2}$	186	160	30
	HRIL		$< 2 \times 10^{-5}$	353	80	40
D2	LRIL	40	$1.5 \times 10^{-1}$	160	150	60
	HRIL		$< 2 \times 10^{-5}$	278	100	80
D3	LRIL	21	$1 \times 10^{-1}$	160	150	35
	HRIL		$< 2 \times 10^{-5}$	360	80	65

**Fig. 2.21** (a, c, e) Evolución experimental del espectro reflejado durante el proceso de generación de las redes de difracción de los dispositivos D1-D3 y (b, d, f) espectro final experimental (línea roja) y simulado (línea morada).

En la figura anterior es posible observar cómo con el método explicado se pueden obtener redes de difracción de Bragg, cuya longitud de onda se puede situar en el punto de interés con tan solo modificar el espesor de cada capa que viene determinado por el tiempo de proceso. Utilizando el óxido de indio se han generado una banda de reflexión localizada en 439 nm con un *full width at half maximum* (FWHM) de 20 nm y un contraste de 5 dB (dispositivo D1), y otra banda localizada en 639 nm con un FWHM de 96 nm y un contraste de 5 dB (D2). Estas diferencias en el FWHM pueden estar causadas por la dispersión del índice del material. El dispositivo fabricado con óxido de estaño tiene el pico situado en 828 nm con un FWHM de 49 nm y un contraste de 10 dB.

Mediante un método iterativo basado en la aproximación por mínimos cuadrados se obtuvieron los parámetros que mejor cuadraban los espectros obtenidos de manera experimental con aquellos obtenidos de manera teórica, mediante el método RCWA. De esta manera se demuestra que existe una combinación de parámetros físicos (constantes ópticas y espesores) que permitirían obtener los mismos espectros que los obtenidos experimentalmente. Estos parámetros se resumen en la Tabla 2.5.

**Tabla 2.5** Parámetros estimados de las capas que conforman los dispositivos D1-D3

		N	Thickness (nm)	n	k	$\lambda_B$ (nm)	FWHM(nm)
D1	LRIL	60	64	1.694	0.0253	439	20
	HRIL			1.714	0.0255		
D2	LRIL	40	93	1.716	0.0347	639	96
	HRIL			1.785	0.0361		
D3	LRIL	21	109	1.856	0.0334	829	49
	HRIL			1.921	0.0345		

### 2.3.4.2. Fabricación: método B (variación en la composición del gas)

Este segundo método consiste en la variación periódica del porcentaje de oxígeno utilizado durante el proceso de *sputtering* manteniendo el flujo de gas constante. Esta técnica se realizó de manera automática mediante la programación en Labview® de un programa que actuaba sobre dos controladores de flujo másico (Bronkhorst). Por uno de ellos fluía el argón mientras que el otro controlaba el flujo de oxígeno. Las variaciones en la composición del gas que permite el proceso de deposición por *sputtering* afectan a distintos factores de la película depositada [48], como, por ejemplo, al índice de refracción. Las diferencias para el caso del óxido de estaño pueden verse en la Fig. 2.22. Estas diferencias son inapreciables para la parte imaginaria, al contrario que en el caso del óxido de indio. Las variaciones en la parte real también son menores que en el caso estudiado en la sección anterior.

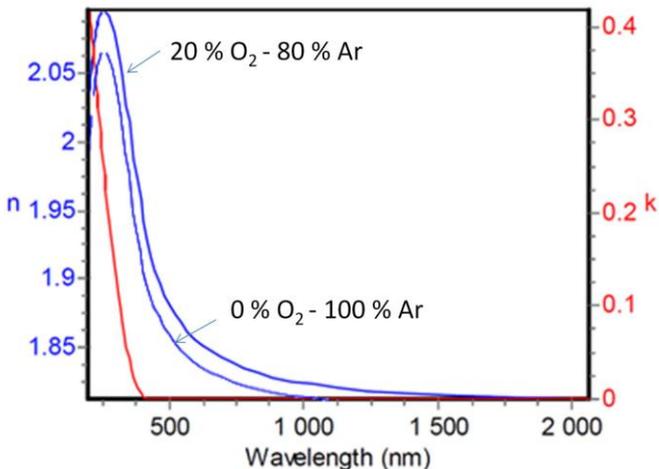


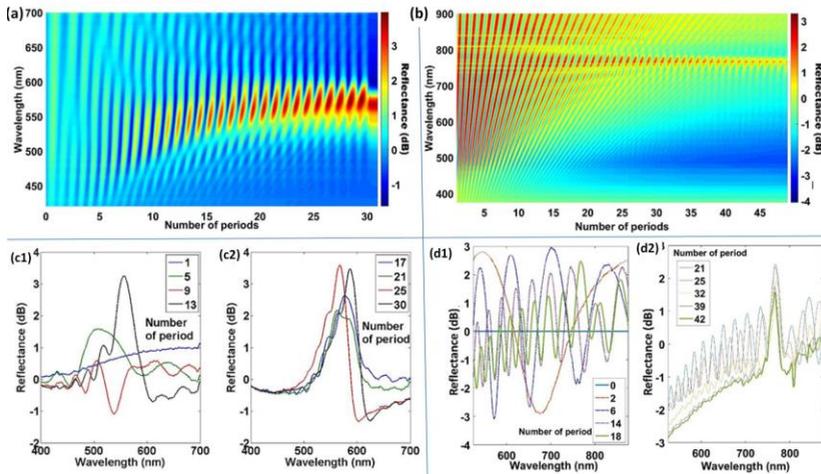
Fig. 2.22 Parte real y parte imaginaria del índice de refracción del óxido de estaño depositado con diferentes composiciones en el gas de proceso.

Al igual que en la sección anterior, correspondiente al proceso A, a continuación se muestran gráficas que muestran la evolución del espectro según aumenta el número de periodos. En todos los casos se utilizó óxido de estaño y la concentración de oxígeno se varió entre el cero y el veinte por ciento. Se construyeron dos dispositivos distintos (D1 y D2) para demostrar la posibilidad de situar la banda de reflexión en la longitud de onda de interés sin más que cambiar el tiempo de duración de cada semiperiodo.

**Tabla 2.6** Parámetros utilizados para la fabricación de redes de difracción por cambios en la en la composición del gas.

		O <sub>2</sub> flow (%)	Time (s)	Voltage (V)	I (mA)	P (mbar)	N
D1	LRIL	0	22	170	160	2x10 <sup>-2</sup>	24
	HRIL	20	20				
D2	LRIL	0	40	170	160	9x10 <sup>-3</sup>	20
	HRIL	20	40				

La siguiente figura, Fig. 2.23, representa la construcción de los dispositivos D1 y D2. La Fig. 2.23 (a) muestra cómo la banda de reflexión comienza a aparecer a partir del décimo periodo para D1 y cómo los siguientes periodos contribuyen a mejorar ligeramente la respuesta espectral. Esto puede apreciarse también en la Fig. 2.23 (c1) y en la Fig. 2.23 (c2) que muestra los espectros después de depositarles cierto número de periodos. De manera similar, la evolución del espectro durante la fabricación del dispositivo D2 aparece en la Fig 2.23 (b), mientras determinados espectros con distinto número de periodos aparecen en la Fig. 2.23 (d1) y (d2). La banda de reflexión del dispositivo D2 comienza a aparecer a partir del periodo vigésimo, y puede observarse cómo los siguientes periodos contribuyen a aumentar la potencia reflejada a la longitud de onda de Bragg, a la vez que disminuyen la potencia reflejada a otras longitudes de onda.



**Fig. 2.23** Evolución del espectro durante la fabricación del dispositivo (a) D1 y (b) D2. Espectros para distinto número de periodos del dispositivo (c1, c2) D1 y (d1, d2) D2.

En las gráficas anteriores pueden apreciarse diferencias notables en los espectros obtenidos, teniendo en cuenta que se usó el mismo material y el mismo método. Esto puede deberse a la dispersión del índice de refracción material así como a cambios en las propiedades ópticas del material según la posición relativa respecto al cátodo.

El dispositivo D1 tiene su banda de reflexión situada en 586 nm con un FWHM de 70 nm y un contraste de 4,75 dB, mientras que el D2, situado en 756 nm, posee un FWHM de solo 50 nm y un contraste de 7 dB. Una vez obtenidos estos dispositivos se procedió a su caracterización como refractómetro y como sensores de humedad.

### 2.3.4.3. Aplicación como refractómetro

El estudio de esta estructura como refractómetro consiste en sumergir el dispositivo en distintas disoluciones de glicerina en agua cuyos índices de refracción sean distintos. A continuación se presentan, en la Fig. 2.24 (a), los espectros reflejados para distintos índices de refracción y, en la Fig. 2.24 (b) la caracterización del

dispositivo, que presenta una sensibilidad promedio de 173 nm/RIU. El desplazamiento en longitud de onda de la banda de reflexión tiene un comportamiento lineal. Esta sensibilidad mejora la obtenida mediante otras estructuras construidas mediante recubrimientos en punta de fibra [50,51] y también mejora la sensibilidad de las FBGs estrechadas con ácido [52].

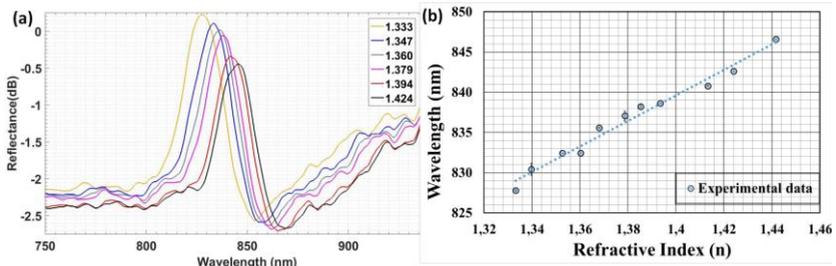
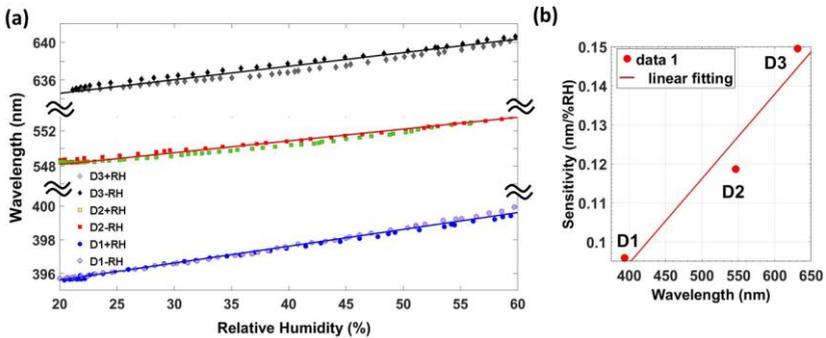


Fig. 2.24 (a) Representación de la longitud de onda de Bragg en función de la humedad relativa. (b) Sensibilidad a variaciones en la humedad según la longitud de onda de Bragg inicial.

#### 2.3.4.4. Sensor de humedad relativa

Finalmente se ha estudiado el funcionamiento de esta estructura como sensor de humedad. Para ello, los dispositivos fueron introducidos en una cámara climática (Angelantoni CHS-250) y sometidos de manera cíclica a variaciones de humedad y temperatura.

En primer lugar, en la Fig. 2.25, se comparan tres dispositivos fabricados con óxido de indio mediante el método inicial (cambios en la presión), con la banda de reflexión situada inicialmente en distintas longitudes de onda, para comprobar la dependencia de la sensibilidad con este parámetro ya que, según las simulaciones, los dispositivos con la banda de reflexión situada a mayor longitud de onda deberían ser más sensibles.



**Fig. 2.25** (a) Representación de la longitud de onda de Bragg en función de la humedad relativa. (b) Sensibilidad a variaciones en la humedad según la longitud de onda de Bragg inicial.

El comportamiento de estos dispositivos sigue una tendencia lineal con la humedad verificando el comportamiento esperado según las simulaciones. También concuerda el hecho de que la sensibilidad aumente con la longitud de onda de Bragg, la cual se desplaza hacia longitudes de onda mayores conforme aumenta la humedad, que también provoca una disminución de la potencia en todo el espectro. La sensibilidad toma valores entre 95 y 150 pm/% HR para longitudes de onda de Bragg entre 400 y 620 nm. La histéresis máxima observada es de  $\pm 2.7\%$  HR, que es un valor relativamente bajo y que quizás podría mejorarse mediante la disminución del número de periodos.

Por otro lado, del estudio dinámico de esta estructura se extrajo información sobre el tiempo de respuesta de estos dispositivos. Este estudio se realizó con dispositivos de 19 y 38 periodos, introduciendo los sensores en entornos al 33% y al 53% de humedad, alternativamente. El tiempo de subida resultó ser de 1,9 segundos y el de bajada de 1,4 segundos. No se apreciaron diferencias significativas entre los tiempos del dispositivo con 19 periodos de los obtenidos con el de 38 periodos. Sin embargo, para números de periodos elevados, mayor que cincuenta, sí que se observó una influencia del espesor total en el tiempo de desorción del agua, aunque estudios posteriores

demonstraron que no era necesario aumentar el número de periodos, como se comprobará en secciones posteriores.

El siguiente dispositivo estudiado fue fabricado con óxido de estaño por el método B (ver Fig. 2.23 (b)). Este dispositivo también muestra una respuesta lineal ante la humedad exterior, como se observa en la Fig. 2.26, con una sensibilidad de 430 pm/% HR y una histéresis máxima de  $\pm 5\%$  HR que se da para valores altos de humedad. Este resultado implica una mayor sensibilidad de esta estructura fabricada cuando está fabricada con óxido de estaño que cuando se usa óxido de indio. Esto corrobora que usando materiales con mayor índice se pueden obtener mayores sensibilidades.

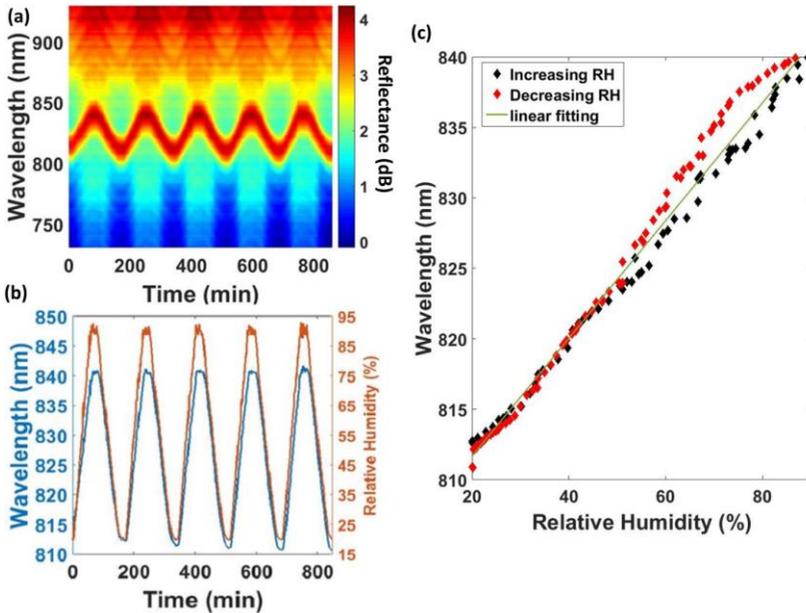


Fig. 2.26 (a) Evolución del espectro reflejado en función de la (b) humedad relativa y longitud de onda de Bragg. (c) Representación de la longitud de onda de Bragg en función de la humedad relativa.

## 2.4. Redes de difracción de Bragg con defectos.

Una vez demostrada la posibilidad de fabricar *gratings* en punta de fibra, se plantea la posibilidad de insertar defectos en la red (redes con desfase o *phase-shifted gratings*). Estos defectos introducen una interferencia contraria a la de la banda de reflexión que estará situada en la posición intermedia de la banda si el defecto se construye con los parámetros correctos [53,54] ( *$\pi$ -shifted grating*). En la literatura puede encontrarse este tipo de estructuras planteadas de forma teórica [41], pero en ningún caso habían sido desarrolladas de manera experimental.

Las ventajas asociadas a la inserción del defecto son dos: en primer lugar la obtención de una banda de atenuación con una anchura espectral inferior a la de la banda de reflexión, lo que aumentará la resolución de los sensores, y en segundo lugar la posibilidad de generar sensores para la detección simultánea de distintas variables.

Como estudio inicial se fabricarán estos dispositivos utilizando el mismo material, óxido de estaño, para el defecto y para el *grating*. El método elegido para el desarrollo de estos filtros es el método B. También se realizará una comparación entre los resultados obtenidos experimentalmente y los resultados predichos por la teoría y las simulaciones (método RCWA). En primer lugar se muestra, en la Fig. 2.27, el esquema de la estructura utilizada. En dicha figura aparecen dos ejemplos de redes desfasadas: una con un desfase de  $\pi$  radianes y la otra con un desfase de  $3\pi$ . El primer caso corresponde a un defecto de un periodo, mientras que el segundo equivaldría a dos periodos.

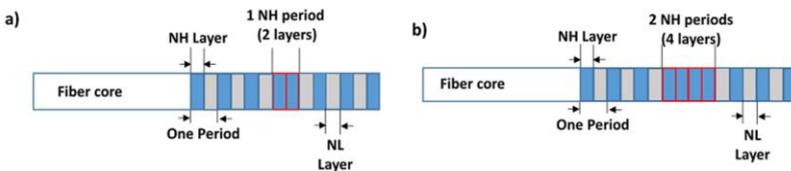
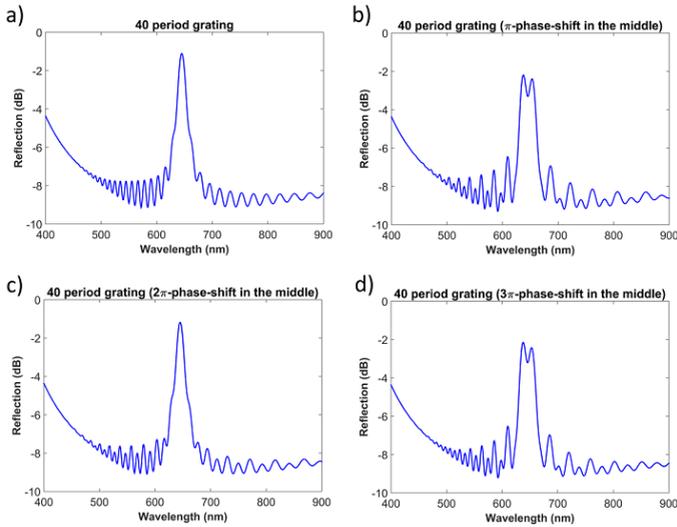


Fig. 2.27 Redes de difracción con seis periodos y (a) desfasada  $\pi$  rad o (b) desfasada  $3\pi$  rad.

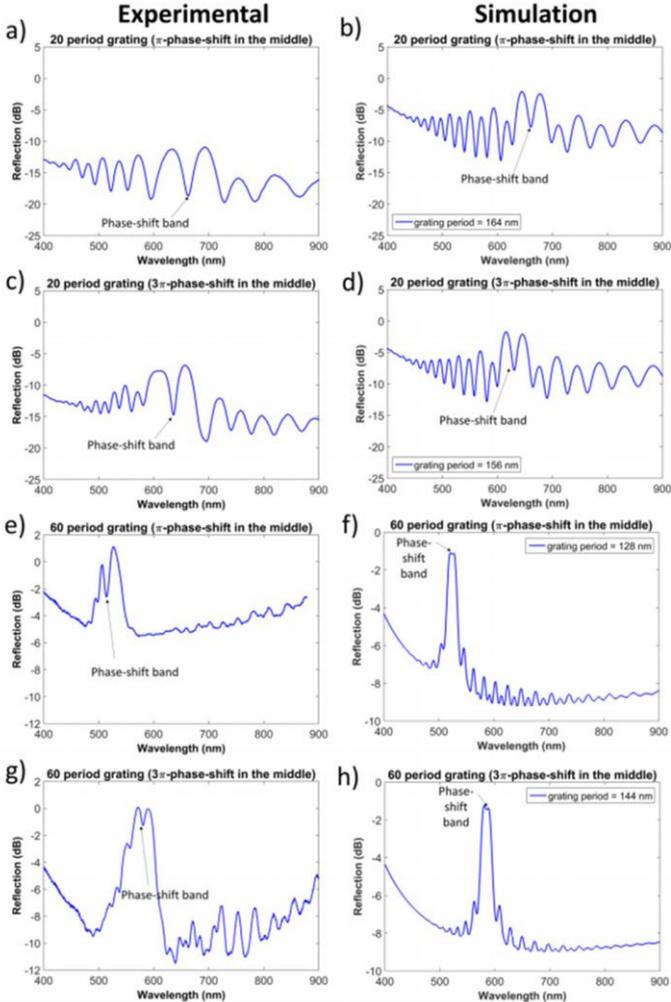
Como se ha comentado anteriormente, un desfase de  $\pi$  radianes generará una resonancia en el centro de la banda de reflexión. Este fenómeno es periódico y se repite con los múltiplos impares de  $\pi$ . Para verificar esta idea, la simulación que figura en la Fig. 2.28 muestra la influencia del espesor del defecto. En todos los casos el periodo es de 160 nm y el número de periodos es 40.



**Fig. 2.28** Espectros simulados con un *grating* de 40 periodos y (a) sin defecto, (b) con un defecto equivalente a (b) un periodo, (c) tres semiperiodos y (d) dos periodos.

Como puede verse, si el defecto tiene una longitud de 160 nm (un periodo), se genera un pico en el medio de la banda de reflexión. Este pico desaparece para espesores del defecto de dos periodos y vuelve a ser visible para un defecto de longitud igual a 320 nm. La respuesta espectral depende del número de periodos. Para un mayor número de periodos el defecto no genera un pico apreciable, mientras que para un número de periodos menor la banda de reflexión no destaca respecto de los lóbulos laterales. Esta idea se demostrará a continuación, en la Fig. 2.29, donde se presenta un estudio comparativo entre los

resultados teóricos y experimentales para distintos números de periodos y desfases de 1 o 2 periodos.



**Fig. 2.29** Construcciones experimentales de redes de difracción desfasadas (a, c, e, g) y sus respectivas simulaciones (b, d, f, h).

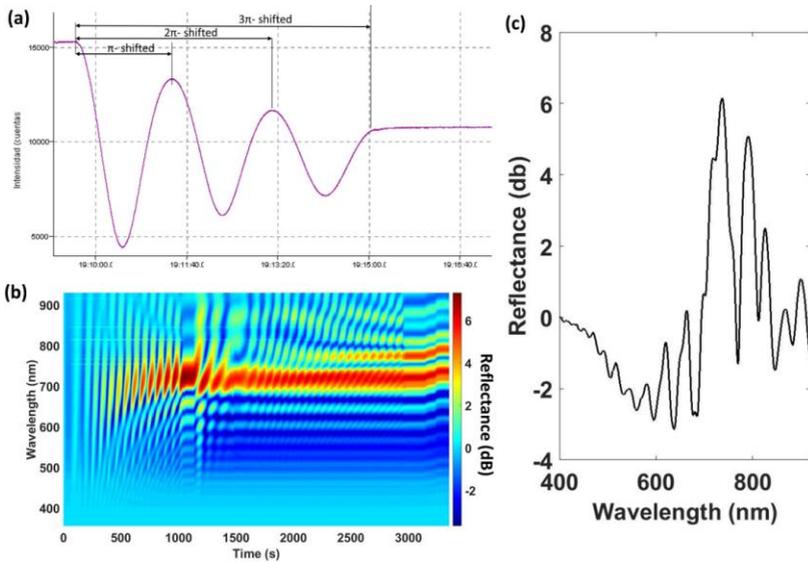
La principal conclusión que se extrae de los resultados anteriores es que para *gratings* con pocos periodos el pico del defecto es más notable que para redes con más periodos. Por otro lado, la banda de reflexión presentará un mayor contraste, comparada con el resto del espectro, cuanto mayor sea el número de periodos.

Finalmente, y tratando de optimizar esta estructura, se realizaron ciertas variaciones para el desarrollo de un último experimento consistente en la generación de dos *gratings* de 10 periodos separados por un defecto de 2 periodos, cambiando los parámetros del proceso de *sputtering* tal y como se muestra en la Tabla 2.7.

**Tabla 2.7** Parámetros utilizados para la fabricación mejorada de redes de difracción con defectos por cambios en la en la composición del gas.

	O <sub>2</sub> (%)	Ar (%)	P(mbar)	Voltage (V)	Current (mA)	Time (s/period)
HRIL	0	100	$6 \times 10^{-3}$	237	210	30
LRIL	60	30	$8 \times 10^{-4}$	276	180	30
Defect	0	100	$6 \times 10^{-3}$	237	210	120

El pico obtenido de esta manera presenta mucha mayor profundidad, lo que se produce gracias a las nuevas condiciones del proceso de *sputtering*. El contraste de la banda de reflexión es de 8 dB, el pico del defecto podría decirse que es una interferencia perfectamente destructiva (misma atenuación que la banda de reflexión) y su FWHM es de tan solo 12 nm. Esta mejora viene determinada únicamente por el cambio en las condiciones de deposición. Finalmente, fue posible realizar este tipo de dispositivos combinando dos materiales diferentes, uno para el *grating* y otro para el defecto. Para la construcción del defecto es recomendable monitorizar la potencia máxima reflejada, donde se observa claramente el desfase producido. A continuación, en la Fig. 2.30, se muestra dicha monitorización, así como el espectro final obtenido.



**Fig. 2.30** (a) Evolución de la potencia durante la fabricación del defecto, (b) evolución del espectro durante las distintas etapas de la construcción y (c) espectro final.

En la actualidad se están realizando pruebas para verificar la posibilidad de medir distintas variables. Aunque se ha comprobado que el funcionamiento de este tipo de sensores se adecúa a lo previsto y permite que el medio exterior afecte al defecto, queda pendiente para trabajos futuros su finalización.

## 2.5. Conclusiones y líneas futuras

En este capítulo se han estudiado dos estructuras distintas para la fabricación de sensores mediante recubrimientos en punta de fibra utilizando óxidos metálicos transparentes, generalmente óxido de estaño.

La primera estructura consistía en un interferómetro Fabry-Pérot. Se ha analizado teóricamente, mediante el cálculo de las ecuaciones que describen su comportamiento, la influencia de distintos factores que pueden afectar al desempeño de esta estructura como sensor. La

sensibilidad en fase será mayor cuanto mayores sean la longitud de la cavidad y el índice del medio exterior. Sin embargo, incrementos en el índice de refracción de la cavidad afectan negativamente a la sensibilidad. También se concluyó que el índice de refracción exterior no afecta a la generación de interferencias.

En la parte experimental se demostró la generación de interferómetros Fabry-Pérot con una respuesta espectral válida, suficiente para efectuar mediciones en longitud de onda, mediante la deposición de un único material por *sputtering*. Se estudió la respuesta de estos dispositivos ante variaciones de la humedad relativa, obteniéndose sensibilidades en longitud de onda de 1,257 nm/% HR y en fase de  $2,5\pi$  rad/% HR. También se analizó la respuesta del óxido de estaño en esta estructura a dos gases diferentes, amoníaco y óxido nítrico, con sensibilidades de 4pm/ppm y 10 pm/ppb respectivamente. La respuesta obtenida mejora la respuesta espectral respecto de la respuesta al amoníaco de algunos de los dispositivos estudiados anteriormente debido al aumento del espesor y al proceso de deposición. Además, la variación del índice de refracción del óxido de estaño causada por su exposición al óxido nítrico ha sido estudiada por primera vez mediante esta estructura.

La segunda parte de este capítulo ha tratado acerca de la generación de redes de difracción de Bragg mediante la deposición por *sputtering* de un único material en la punta de la fibra, pero modificando periódicamente su índice de refracción mediante la variación de los parámetros de fabricación. De hecho, se demostró la posibilidad de obtener esta estructura mediante dos métodos diferentes—cambios en la presión o en la composición del gas— con dos materiales diferentes, óxido de indio y óxido de estaño. Aunque esta estructura ya existía, aquí se ha generado usando un único material y se ha obtenido una función de transferencia válida para su uso como sensor.

Esta estructura fue analizada de manera teórica para optimizar el proceso de fabricación así como su posterior comportamiento como sensor. De los resultados obtenidos mediante simulación se concluyó

que esta estructura presentará mayor sensibilidad cuanto mayor sea su longitud de onda de Bragg, parámetro que viene determinado por el producto del índice por el espesor, denominado como “camino óptico” (*optical path*).

Al igual que con la estructura anterior, se estudió la sensibilidad de estos dispositivos ante las variaciones de la humedad relativa ambiental. Se corroboró que la sensibilidad depende de la longitud de onda de Bragg, habiendo obtenido una sensibilidad máxima de 150 pm/% HR con óxido de indio y de 430 pm/% HR para dispositivos fabricados con óxido de estaño. También se analizó su comportamiento para distintos índices de refracción externos. En este caso, la sensibilidad es de 173 nm/RIU. Por lo tanto, la estructura generada de la manera explicada anteriormente es útil para el desarrollo de sensores y su respuesta ante factores como el índice de refracción externo y la humedad ha sido analizada por primera vez.

Finalmente se estudió de manera teórica y experimental la fabricación de redes de difracción de Bragg desfasadas, que consisten en la introducción de un defecto entre medio de los *gratings*. Para que el defecto sea visible y esté situado en el medio de la banda de reflexión, su longitud debe ser un múltiplo impar de la longitud del periodo. Su visibilidad depende también del número de periodos: un número pequeño de periodos aumenta la visibilidad del pico del defecto, pero disminuye el contraste general; un número grande de periodos hace que la banda de reflexión esté claramente definida respecto a los lóbulos laterales, pero hace que el pico asociado al defecto sea prácticamente inapreciable, aunque todo depende de las características ópticas del material o de los materiales.

Con el objetivo de aunar las dos características —banda de reflexión y resonancia asociada al defecto bien definidas— se estudiaron distintas condiciones durante el proceso de *sputtering*, lo que finalmente demostró la posibilidad de obtener una función de transferencia útil a la hora de realizar mediciones en longitud de onda.

El trabajo que puede surgir a partir de estos resultados, que han demostrado ofrecer buenas sensibilidades con un proceso de fabricación relativamente sencillo y rápido, podría enfocarse a la aplicación práctica de estos dispositivos en la detección de gases y, de manera más general, a la multidetección.

En el caso de seguir trabajando con óxidos metálicos transparentes, en general poco específicos a parámetros químicos, se sugiere la posibilidad de multiplexar varios sensores con distintos óxidos. Para interferómetros Fabry-Pérot, deberían fabricarse dispositivos con distinto número de bandas de interferencia en el mismo rango espectral, de manera que al hacer la FFT cada componente correspondiente a un óxido diferente sea claramente identificable.

En el caso de las redes de difracción, existen dos caminos diferentes, cada uno con un amplio abanico de posibilidades. Una de estas vías consiste en la fabricación de redes desfasadas en las que el defecto esté compuesto de otro material diferente al del *grating*. Esto permitiría la medición de múltiples parámetros y sería especialmente útil para detectar fenómenos que actúen sin necesidad de contacto, por ejemplo fuerzas a distancia. Un ejemplo de aplicación sería la medición simultánea de campo magnético y temperatura. La otra vía consistiría, al igual que en los interferómetros, en la multiplexación de varios dispositivos.

Otra opción que queda por estudiar es el uso de otros materiales que no se han explorado aquí. Con la mirada puesta siempre en procesos de fabricación rápidos y repetitivos, se plantea el estudio de compuestos cerámicos depositados, por ejemplo, mediante *RF sputtering*. Aunque su fabricación puede ser menos repetitiva, el estudio de materiales poliméricos, con su facilidad para embeberles compuestos específicos, también puede ser una posibilidad con grandes expectativas.

## Bibliografía

1. de Acha, N.; Elosúa, C.; Matías, I. R.; Arregui, F. J. "Enhancement of luminescence-based optical fiber oxygen sensors by tuning the distance between fluorophore layers". *Sensors Actuators, B Chem.* **2017**, 248, 836–847.
2. Mathew, J.; Schneller, O.; Polyzos, D.; Havermann, D.; Carter, R. M.; MacPherson, W. N.; Hand, D. P.; Maier, R. R. J. "In-fiber Fabry-Perot cavity sensor for high-temperature applications." *J. Light. Technol.* **2015**, 33, 2419–2425.
3. Ascorbe, J.; Sanz, C.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R.; Mukhopadhyay, S. C. "High sensitivity extrinsic Fabry-Pèrot interferometer for humidity sensing". In *2015 9th International Conference on Sensing Technology (ICST)*; IEEE, **2015**; pp. 143–146.
4. Arregui, F. J.; Liu, Y.; Matias, I. R.; Claus, R. O. "Optical fiber humidity sensor using a nano Fabry-Perot cavity formed by the ionic self-assembly method". *Sensors Actuators, B Chem.* **1999**, 59, 54–59.
5. Zheng, Y.; Dong, X.; Ni, K.; Chan, C.; Shum, P. P. Miniature pH sensor based on optical fiber Fabry – Perot interferometer. *Advanced Infocomm Technology (ICAIT) 2014 IEEE 7th International Conference on*, **2014**, pp. 192-197, 2014.0–5.
6. Goicoechea, J.; Zamarreño, C. R.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Utilization of white light interferometry in pH sensing applications by mean of the fabrication of nanostructured cavities" *Sensors Actuators, B Chem.* **2009**, 138, 613–618.
7. Tan, W.; Shi, Z. Y.; Kopelman, R. "Development of submicron chemical fiber optic sensors". *Anal. Chem.* **1992**, 64, 2985–2990.
8. Hernández, G. "Fabry-perot interferometers"; Cambridge University Press, **1988**.
9. Goodwin, Eric P., and James C. Wyant. "Field guide to interferometric optical testing." Bellingham, WA: SPIE., **2006**, 1–10.
10. Goicoechea, J.; Zamarreño, C. R.; Matías, I. R.; Arregui, F. J. "Study on white light optical fiber interferometry for pH sensor application". In *2009 IEEE SENSORS - Proceedings*; **2009**; pp. 399–402.
11. Yin, Stuart Shizhuo, and Paul Ruffin. "Fiber optic sensors", in *Wiley Encyclopedia of Biomedical Engineering*, John Wiley & Sons, Inc., **2002**.
12. Xiao, G. Z.; Adnet, A.; Zhang, Z.; Sun, F. G.; Grover, C. P. "Monitoring changes in the refractive index of gases by means of a fiber optic Fabry-Perot interferometer sensor". *Sensors Actuators, A Phys.* 2005, 118, 177–182.
13. Arregui, F. J.; Matias, I. R.; Liu, Y.; Lenahan, K. M.; Claus, R. O. "Optical fiber nanometer-scale Fabry-Perot interferometer formed by the ionic self-assembly monolayer process". *Opt. Lett.* **1999**, 24, 596–598.
14. Jiang, M. S.; Sui, Q. M.; Jin, Z. W.; Zhang, F. Y.; Jia, L. "Temperature-independent optical fiber Fabry-Perot refractive-index sensor based on hollow-core photonic crystal fiber." *Optik (Stuttg)*. **2014**, 125, 3295–3298.

15. Choi, H. Y.; Park, K. S.; Park, S. J.; Paek, U. C.; Lee, B. H.; Choi, E. S. "Miniature fiber-optic high temperature sensor based on a hybrid structured Fabry-Perot interferometer." *Opt. Lett.* **2008**, 33, 2455–2457.
16. André, R. M.; Warren-Smith, S. C.; Becker, M.; Dellith, J.; Rothhardt, M.; Zibaii, M. I.; Latifi, H.; Marques, M. B.; Bartelt, H.; Frazão, O. "Simultaneous measurement of temperature and refractive index using focused ion beam milled Fabry-Perot cavities in optical fiber micro-tips". *Opt. Express* **2016**, 24, 14053.
17. Rao, Y.-J.; Deng, M.; Duan, D.-W.; Yang, X.-C.; Zhu, T.; Cheng, G.-H. "Micro Fabry-Perot interferometers in silica fibers machined by femtosecond laser." *Opt. Express* **2007**, 15, 14123–14128.
18. Wieduwilt, T.; Dellith, J.; Talkenberg, F.; Bartelt, H.; Schmidt, M. A. "Reflectivity enhanced refractive index sensor based on a fiber-integrated Fabry-Perot microresonator". *Opt. Express* **2014**, 22, 25333.
19. Chen, L. H.; Li, T.; Chan, C. C.; Menon, R.; Balamurali, P.; Shailender, M.; Neu, B.; Ang, X. M.; Zu, P.; Wong, W. C.; Leong, K. C. "Chitosan based fiber-optic Fabry-Perot humidity sensor". *Sensors Actuators, B Chem.* **2012**, 169, 167–172.
20. Xie, W.; Yang, M.; Cheng, Y.; Li, D.; Zhang, Y.; Zhuang, Z. "Optical fiber relative-humidity sensor with evaporated dielectric coatings on fiber end-face." *Opt. Fiber Technol.* **2014**, 20, 314–319.
21. Blum, A. "On crystalline character of transparent solid ammonia". *Radiat. Eff.* **1975**, 24, 277–279.
22. Perry, D. L. "Handbook of inorganic compounds;" *CRC press*, **2016**.
23. W. H. "International Program on Chemical Safety." *Int. J. Waste Resour. Organisation*, **1984**.
24. Agency for Toxic Substances and Disease Registry "Toxicological Profile for Ammonia." *Fed. Regist.* **2004**, 269.
25. OSHA "Occupational Health Guideline for Nitric Oxide" **1978**, 1–4.
26. Schlesinger, R. B. "Nitrogen Oxides. In Environmental Toxicants"; John Wiley & Sons, Inc., **2009**; pp. 823–868.
27. Ramgir, N. S.; Mulla, I. S.; Vijayamohan, K. P. "A room temperature nitric oxide sensor actualized from Ru-doped SnO<sub>2</sub> nanowires". *Sensors Actuators, B Chem.* **2005**, 107, 708–715.
28. Renganathan, Balusamy; Gobi, Govindan; Sastikumar, Dillibabu; Srinivasan, Ramasamy; Bose, A. C. "Optical Fiber Coated with Nanocrystalline Tin Oxide for Ammonia Vapour Sensing". *Sens. Lett.* **2010**, 8.
29. Pisco, M.; Consales, M.; Campopiano, S.; Viter, R.; Smyntyna, V.; Giordano, M.; Cusano, A. A "Novel Optochemical Sensor Based on SnO<sub>2</sub> Sensitive Thin Film for ppm Ammonia Detection in Liquid Environment". *J. Light. Technol.* **2006**, 24, 5000–5007.

30. Hill, K. O.; Meltz, G. "Fiber Bragg Grating Technology Fundamentals and Overview". *J. Light. Technol.* **1997**, 15.
31. Encyclopedia of Laser Physics and Technology - Bragg mirrors, distributed Bragg reflector, quarter-wave mirror, laser mirrors [https://www.rp-photonics.com/bragg\\_mirrors.html](https://www.rp-photonics.com/bragg_mirrors.html) (accessed Jan 12, 2018).
32. Roh, S. D., R. B. Swint, and J. J. C. "Distributed bragg reflector lasers". In *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*; J. Webster, Ed.; John Wiley & Sons, Inc., **1999**; pp. 1–16.
33. Kersey, A. D.; Berkoff, T. A.; Morey, W. W. "Multiplexed Fiber Bragg Grating Strain-Sensor System with a Fiber Fabry-Perot Wavelength Filter." *Opt. Lett.* **1993**, 18, 1370–1372.
34. Jung, J.; Nam, H.; Lee, B.; Byun, J. O.; Kim, N. S. "Fiber Bragg grating temperature sensor with controllable sensitivity". *Appl. Opt.* **1999**, 38, 2752–2754.
35. Yeo, T. L.; Sun, T.; Grattan, K. T. V.; Parry, D.; Lade, R.; Powell, B. D. "Characterisation of a polymer-coated fibre Bragg grating sensor for relative humidity sensing". *Sensors Actuators B Chem.* **2005**, 110, 148–156.
36. Kronenberg, P.; Rastogi, P. K.; Giaccari, P.; Limberger, H. G. "Relative humidity sensor with optical fiber Bragg gratings". *Opt. Lett.* **2002**, 27, 1385–1387.
37. Sutapun, B.; Tabib-Azar, M.; Kazemi, A. "Pd-coated elastooptic fiber optic Bragg grating sensors for multiplexed hydrogen sensing." *Sensors Actuators, B Chem.* **1999**, 60, 27–34.
38. FBG principle <http://www.fbg.com/technology/fbg-principle/#> (accessed Jan 12, 2018).
39. Encyclopedia of Laser Physics and Technology - Bragg gratings [https://www.rp-photonics.com/bragg\\_gratings.html](https://www.rp-photonics.com/bragg_gratings.html) (accessed Jan 12, 2018).
40. Iadicicco, A.; Cusano, A.; Campopiano, S.; Cutolo, A.; Giordano, M. "Thinned fiber Bragg gratings as refractive index sensors". *IEEE Sens. J.* **2005**, 5, 1288–1294.
41. Del Villar, I.; Matias, I.; Arregui, F.; Claus, R. "Analysis of one-dimensional photonic band gap structures with a liquid crystal defect towards development of fiber-optic tunable wavelength filters". *Opt. Express* **2003**, 11, 430–436.
42. Arregui, F. J.; Matias, I. R.; Cooper, K. L.; Claus, R. O. "Fabrication of microgratings on the ends of standard optical fibers by the electrostatic self-assembly monolayer process". *Opt. Lett.* **2001**, 26, 131–133.
43. M.G. Moharam; T.K. Gaylord "Rigorous coupled-wave analysis of planar-grating diffraction". *J. Opt. Soc. Am.* **1981**, 71, 811.
44. Moharam, M. G.; Gaylord, T. K.; Grann, E. B.; Pommet, D. A. "Formulation for stable and efficient implementation of the rigorous coupled-wave analysis of binary gratings". *J. Opt. Soc. Am.* **1995**, 12, 1068.

45. Matias, I. R.; Villar, I. Del; Arregui, F. J.; Claus, R. O. "Comparative study of the modeling of three-dimensional photonic bandgap structures". *JOSA* **2003**, 20, 644–654.
46. June, J.; Paliwal, N.; John, J.; Ieee, M. "Lossy Mode Resonance ( LMR ) Based Fiber Optic Sensors Lossy Mode Resonance ( LMR ) Based Fiber Optic Sensors : A Review". *IEEE Sensors J.*, **2016**, 15, 5361–5371.
47. Stjerna, B.; Olsson, E.; Granqvist, C. G. "Optical and electrical properties of radio frequency films doped with oxygen vacancies , F , Sb , or MO sputtered tin oxide." *J. Appl. Phys.* **1994**, 76, 3797–3817.
48. Jung, Y. S."Spectroscopic ellipsometry studies on the optical constants of indium tin oxide films deposited under various sputtering conditions". *Thin Solid Films* **2004**, 467, 36–42.
49. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "High sensitivity humidity sensor based on cladding-etched optical fiber and lossy mode resonances". *Sensors Actuators, B Chem.* **2016**, 233, 7–16.
50. Huang, C.; Yang, M.; Xie, W.; Dai, J. "Optical fiber Fabry-Perot refractive index sensor based on porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film." In; *24th International Conference on Optical Fibre Sensors* **2015**; Vol. 9634, p. 963484.
51. Lee, D.; Yang, M.; Qi, C.; Dai, J.; Wen, X.; Xie, W. "An in-line optical fiber refractometer with porous thin film coating". *Sensors Actuators, B Chem.* **2015**, 209, 602–605.
52. Zhang, Q.; Ianno, N. J.; Han, M. "Fiber-Optic Refractometer Based on an Etched High-Q  $\pi$ -Phase-Shifted Fiber-Bragg-Grating". *Sensors (Switzerland)* **2013**, 13, 8827–8834.
53. Gatti, D.; Galzerano, G.; Janner, D.; Longhi, S.; Laporta, P. "Fiber strain sensor based on a pi-phase-shifted Bragg grating and the Pound-Drever-Hall technique". *Opt. Express* **2008**, 16, 1945–1950.
54. Pavlichenko, I.; Exner, A. T.; Guehl, M.; Lugli, P.; Scarpa, G.; Lotsch, B. V. "Humidity-enhanced thermally tunable TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Bragg stacks." *J. Phys. Chem. C* **2012**, 116, 298–305.
55. Ascorbe, Joaquin, et al. "Humidity sensor based on bragg gratings developed on the end facet of an optical fiber by sputtering of one single material." *Sensors* **17.5 (2017)**.





# Capítulo 3. Dispositivos basados en redes de difracción de periodo largo sobre fibra óptica

## 3.1. Introducción

Las redes de difracción de periodo largo construidas sobre fibra óptica o *long period fiber gratings* (LPGs) son estructuras periódicas inscritas generalmente en el núcleo de una fibra óptica [1]. Su fabricación estuvo precedida por el estudio de la fotosensibilidad de la fibra óptica dopada con germanio en 1978 [2] y por la demostración de la posibilidad de inscribir *gratings* de manera externa mediante la exposición de la fibra al patrón de interferencia generado por dos haces de luz ultravioleta [3] hacia el año 1990. La modulación periódica del índice de refracción del núcleo permite el acoplamiento entre el modo fundamental y modos de *cladding* a longitudes de onda específicas. La potencia de estos modos decae rápidamente al propagarse por la fibra debido a pérdidas por dispersión en la interfaz cubierta-aire y por curvaturas en la fibra [1].

Actualmente existen varios métodos testados para la fabricación de LPGs [7,8]. La exposición a la radiación de láseres ultravioleta [9], de CO<sub>2</sub> [10] o IR femtosecond laser [11,12] es una forma, pero no es la única. Existen métodos basados en implantación iónica [13,14], grabado por ataque químico [15], deformaciones mecánicas [16–18] o descargas de arco eléctrico [8,19–31] que también han demostrado su capacidad de inscribir LPGs en fibras ópticas de distintos tipos. Se han estudiado fibras dopadas con distintos compuestos con la finalidad de corregir ciertas inestabilidades asociadas a alguno de los métodos mencionados anteriormente [1,32] o de reducir los requerimientos de potencia del láser [33].

En sus inicios (1990), las LPGs fueron utilizadas como dispositivos convertidores de modos que se co-propagan [4]. También se utilizaron para producir el acoplamiento síncrono entre los dos

estados principales de polarización del modo fundamental [5]. Después, al mejorar los parámetros del *grating* y, por tanto, el acoplamiento entre modos, se vio la utilidad de las LPGs como filtros de rechazo de banda [1]. Estos filtros pueden ser de gran utilidad para aplicaciones que requieran pocas pérdidas de inserción y pocas componentes reflejadas, como amplificadores de Raman o de fibra dopada con erbio. Además ofrecen un bajo coste de producción en masa y una gran compacidad.

Enseguida se comprobó que la longitud de onda a la que se producía el acoplamiento era dependiente de ciertos parámetros físicos. Ya entonces se comenzó a estudiar esta dependencia hacia parámetros físicos como temperatura, tensión o índice de refracción [6]. A partir de aquí su estudio como plataforma sensorica ha experimentado un importante desarrollo de manera ininterrumpida.

A las LPGs se les ha encontrado aplicación en la medición de parámetros físicos tales como temperatura [7–9], tensión mecánica [10–12], curvatura [11,13] e índice de refracción [14–17]. También son de utilidad en la medición de parámetros químicos si se recubren con un material adecuado y, en estos casos, se han utilizado para la medición de humedad relativa [9,18–24] o para la detección de compuestos orgánicos volátiles [25–28] entre otros. En publicaciones más recientes pueden encontrarse estudios de su aplicación dentro del campo de la biología [29,30]. Además, la combinación de las LPGs con otro tipo de estructuras en fibra ha permitido el desarrollo de sensores multi-parámetro como, por ejemplo, la detección simultánea de humedad y temperatura [9] o tensión mecánica y temperatura [31]; también ha permitido la búsqueda de nuevas aplicaciones como un sensor de inclinación [32].

La investigación actual sobre LPGs presenta varias líneas bien diferenciadas. Entre las líneas que han tenido mayor dedicación encontraríamos el estudio de distintos materiales depositados sobre las LPGs y su capacidad de medir ciertos parámetros químicos y/o biológicos [29,30,33,34]. Este estudio es conveniente realizarlo para cada combinación de material y estructura óptica ya que, dependiendo

de la sensibilidad de la estructura, las variaciones experimentadas por un material concreto pueden ser insuficientes para ser detectadas con la resolución necesaria mediante determinados fenómenos ópticos.

Otra de las líneas recientes es la inscripción de LPGs en fibras especiales, como pueden ser fibras de cristal fotónico [35], fibras huecas [36] o fibras de plástico [37]. Los propósitos de estas combinaciones pueden ser tan variados como las propias estructuras. Se puede querer optimizar la resonancia para ciertas condiciones de trabajo [38] como índice de refracción exterior o rangos de temperatura extremos, pero también permite desarrollar sensores biológicos no funcionalizados (*label-free*) [35] o disminuir los costes de producción [39] mediante el uso de fuentes de luz de bajo coste que sustituyan al láser. Existen otras características que pueden ofrecer ventajas para ciertas aplicaciones como son una mayor robustez mecánica o la adaptación a condiciones específicas mediante la modificación del material del *cladding* [37].

En estudios relativamente recientes se están estudiando también nuevos métodos para la fabricación de LPGs mediante la modificación de los índices de refracción efectivos de algunos modos de *cladding*, en lugar de modificar exclusivamente el del modo fundamental. Uno de los primeros métodos desarrollados consiste en realizar *etching* de manera selectiva sobre la fibra [40,41], dando lugar a lo que se ha dado en llamar LPGs corrugadas. Aquí, la estructura corrugada introduce un cambio periódico en los perfiles del índice de refracción en la dirección longitudinal. Esta estructura no contribuye de manera eficaz al acople de modos salvo que exista un esfuerzo mecánico [11]. Existen distintos métodos para la fabricación de esta estructura, basándose la mayoría de ellos en fotolitografía sobre fibra SMF estándar[42,43] o sobre fibra *D-shape* posteriormente recubierta de un material sensible para la medición de humedad [22]. La principal desventaja de estos métodos se localiza en el proceso de fabricación, que consta de múltiples etapas y, aunque sean sencillas, hacen que el tiempo de fabricación sea excesivo. El uso de fibra *D-shape*, además de un proceso de fabricación complicado, implica que el dispositivo

fabricado es dependiente de la polarización de la luz. Uno de los métodos más eficaces encontrados consiste en la deposición de un material sobre una fibra estrechada (*tapered optical fiber*) a través de una máscara [44], haciendo innecesario el posterior uso de un láser para la inscripción de la LPG. Como desventajas pueden mencionarse el hecho de que también genera dispositivos dependientes de la polarización, además de que el control preciso de las longitudes de cada periodo puede verse dificultado. Además requiere el desarrollo de una máscara específicamente fabricada para cada periodo deseado.

En siguiente lugar se están estableciendo diversas técnicas para mejorar la sensibilidad de esta estructura. Entre los aspectos más básicos encontramos que la mayor sensibilidad se obtiene al acoplar modos de orden más alto [45]. Esto depende de la longitud del periodo por lo que una forma eficaz de obtener LPGs más sensibles consiste en inscribir LPGs con el periodo más corto posible [46]. Además, existe un fenómeno en las LPGs conocido como *dispersión turning point* (DTP) [47] en el que las condiciones de acoplamiento de un mismo modo se cumplen para dos longitudes de onda a la vez, generando, por tanto, una banda de atenuación doble, en la que cada pico se mueve en una dirección distinta, aumentando la sensibilidad de la estructura.

Se ha demostrado que para cualquier LPG fabricada por cualquier método, la manera más sencilla de aumentar su sensibilidad al índice de refracción exterior consiste en recubrir la sección inscrita con materiales de mayor índice que el del *cladding* [48]. Si el material sensible no cumpliera estas características es recomendable introducir una primera capa de mayor índice y depositar posteriormente una capa gruesa del material sensible para optimizar la estructura [49].

Otra manera de incrementar la sensibilidad de las LPGs se obtiene al reducir el diámetro del *cladding* [50,51]. Al cambiar las dimensiones físicas de la fibra se modifican también los coeficientes de propagación y, por tanto, el acoplamiento ocurre para distintos modos y a distintas longitudes de onda. Aunque mediante esta técnica el modo fundamental se acopla a modos de menor orden, estos modos

se vuelven más sensibles conforme disminuye el diámetro del *cladding* [52].

El objetivo de la estructura diseñada y desarrollada a lo largo de este capítulo consiste en generar el fenómeno de acoplamiento de modos a través del propio material depositado sobre la fibra. El hecho de generar LPGs con el propio material sensible se espera que mejore la sensibilidad de esta estructura hacia los parámetros específicos a los que sea sensible dicho material, disminuyendo la sensibilidad cruzada con la temperatura, que está asociada al propio principio de funcionamiento de las LPGs y que se ve influenciada por el método de fabricación. Además, las LPGs presentan, en general, una respuesta espectral adecuada para el desarrollo de filtros y sensores, que se desea mantener en esta nueva estructura y para conseguirlo se realizarán análisis de los parámetros más adecuados para este tipo de dispositivos.

### **3.2. Estructura propuesta: análisis de las posibilidades existentes**

En la sección anterior se han comentado diversas opciones para la generación de LPGs, como la fotolitografía o la deposición a través de máscaras de amplitud. Sin embargo, se escogió realizar LPGs mediante ablación láser ya que presenta varias ventajas. La mayor ventaja respecto a métodos litográficos es el hecho de que la técnica elegida es exportable a un mayor número de materiales. Aunque algunos de estos materiales puedan requerir el uso de luz a otra longitud de onda, dependiendo de su coeficiente de absorción, esto es factible mediante la generación de armónicos o mediante el uso de otros láseres. En cuanto al uso de máscaras de amplitud se consideró que este método no ofrecía suficiente versatilidad ni control en cuanto a las dimensiones del *grating*. Una vez seleccionado el método, el siguiente paso consiste en determinar sobre que plataforma realizarlo. Para ello, el primer análisis realizado consistió en el estudio teórico de tres estructuras diferentes que podrían servir como plataforma para el posterior desarrollo de las LPGs por ablación láser. Estas estructuras son: *tapers* en fibra monomodo, *tapers* en fibra multimodo y fibra

monomodo estrechada con ácido. Una vista esquemática de estas tres estructuras puede observarse en la Fig. 3.1.

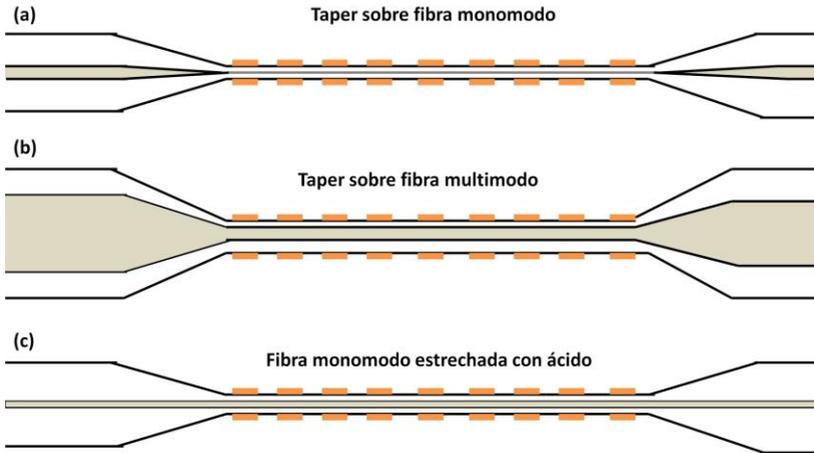


Fig. 3.1 Esquema de las tres estructuras propuestas (dimensiones no a escala).

Antes de proceder a la parte experimental se realizaron una serie de simulaciones para tener un criterio para elegir la plataforma a usar. Estas simulaciones fueron hechas con el módulo Fimmprop incluido en el software FimmWave®, un software que calcula, mediante cálculo vectorial (método expandido de valores propios), la solución a las ecuaciones de Maxwell para cada modo propagado.

La primera estructura propuesta, representada en la Fig. 3.1 (a), presenta, *a priori*, varios inconvenientes. En primer lugar, en un *taper* de SMF la sección estrechada se transforma en una sección multimodo, que soporta la propagación de múltiples modos. Desde el punto de vista de su análisis, esto implica, además de unos tiempos de simulación excesivos, una dificultad añadida a la hora de optimizar los parámetros de la estructura, puesto que no es probable que las ecuaciones simplificadas puedan predecir con exactitud la generación de las resonancias.

El hecho de utilizar un *taper* de SMF, en cuya sección estrechada se propagan múltiples modos, hace que se puedan generar varias bandas de atenuación o resonancias, lo que no es un problema en sí mismo. El inconveniente es el hecho de que resulta mucho más complicado predecir cómo se va a producir el acoplamiento entre modos y, por tanto, analizar el comportamiento final de la estructura. Tras unos análisis preliminares simulados, en los que los resultados no eran prometedores ( $S=1500$  nm/RIU), se descartó esta opción.

La siguiente estructura considerada, representada en la Fig. 3.1 (b) y que consiste en un *taper* sobre una fibra multimodo, presenta la ventaja de que en la sección estrechada se puede conseguir propagación monomodo en el rango del infrarrojo cercano, 1200-1600 nm, e incluso se puede adaptar para conseguir propagación monomodo desde el rango visible. Estas características hacen que sea factible plantearse la posibilidad de desarrollar las LPGs sobre esta plataforma. Para un primer análisis antes de proceder a la parte experimental se realizaron unas simulaciones previas. En este caso, se simuló un *taper* de diámetro 14,5  $\mu\text{m}$  sobre una fibra MMF estándar de diámetros de núcleo y cladding de 62,5 y 125  $\mu\text{m}$ , respectivamente, iluminado por una fuente gaussiana de anchura igual a 20 nm. Teniendo un recubrimiento de 50 nm de un material con índice de refracción  $1,95+0,015i$  y para un periodo de longitud 75  $\mu\text{m}$  y un número total de periodos igual a 75 se obtuvieron los resultados que se reflejan en la Fig. 3.2.

En este caso puede verse la generación de una única resonancia bien definida y que proporciona unas pérdidas de inserción adecuadas. La profundidad de la banda de atenuación podría incrementarse aumentando el número de periodos. A pesar de ser una opción asequible en términos de fabricación, la sensibilidad obtenida, que es de 1331 nm/RIU, resulta insuficiente si se compara con la que se puede alcanzar con LPGs convencionales. Sería interesante comprobar si mediante un proceso posterior de ataque químico para retirar cierto espesor del cladding se mejoraría el acoplamiento entre los modos y cómo influye esto en la sensibilidad.

La última estructura considerada es la SMF estrechada con ácido (CE-SMF). Al fabricar este dispositivo sin modificar el núcleo se mantiene la propagación monomodo. Esto hace más fácil predecir, analizar y optimizar el comportamiento de esta estructura en base a la selección de parámetros. Es por ello que se realizará un análisis más completo del fenómeno físico subyacente a esta estructura.

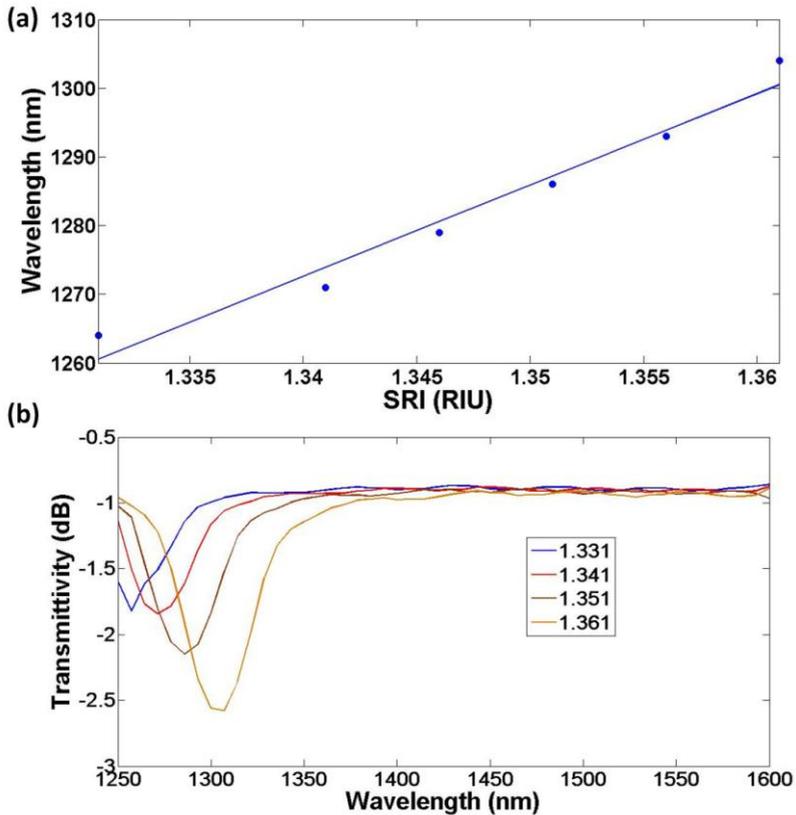


Fig. 3.2 (a) Posición teórica de la resonancia causada por la red de difracción en función del índice externo y (b) espectros simulados para distintos índices

### 3.3. Análisis teórico: LPG sobre CE-SMF

Teniendo en cuenta el material con el que se pretenden generar las LPGs, que es óxido de estaño, se inició una primera aproximación para obtener los parámetros más adecuados para la generación de LPGs por ablación láser. En primer lugar, y dado que no hay modificación del diámetro del núcleo, donde sigue confinada la luz, el primer parámetro que debe analizarse es el espesor del cladding. Se consideró que el diámetro total máximo de la fibra fuera de 20  $\mu\text{m}$  y el mínimo se estableció como 9  $\mu\text{m}$ . Además, y teniendo en cuenta que no se desea que aparezca el LMR (consultar Capítulo 4), el espesor del recubrimiento queda limitado superiormente a 100 nm en el caso de que el medio exterior sea aire ( $n=1$ ) y a 70 nm en el caso de que el medio exterior sea agua ( $n=1,33$ ). Estos datos determinan el intervalo en el que se pueden variar los parámetros mencionados.

Con la primera simulación se pretende delimitar un poco mejor el diámetro adecuado para ser capaces de observar el acoplamiento entre modos. La distancia entre el núcleo y el recubrimiento debe permitir que este último sea capaz de modificar el índice de refracción efectivo del primero. Así pues, se realizaron simulaciones variando este parámetro entre 0,3 y 5,9  $\mu\text{m}$ , con un recubrimiento de 40 nm de óxido de estaño y sobre el que se inscribieron 120 periodos de longitud 240  $\mu\text{m}$ . Los espectros correspondientes a diferentes valores de diámetro de la fibra aparecen representados en la Fig. 3.3.

Al generar la LPG sobre una fibra de diámetro 9  $\mu\text{m}$  las pérdidas de inserción producidas por la absorción del material resultan excesivas, aunque se observa que aparece la resonancia asociada al fenómeno de la red de difracción. Esta banda continúa estando presente para diámetros mayores, hasta valores de 18  $\mu\text{m}$ , aunque la amplitud del pico disminuye notablemente. El rango de diámetros para la generación óptima de estos dispositivos se ve reducido, por tanto, a diámetros entre 11 y 18  $\mu\text{m}$ . Esto no quiere decir que no puedan realizarse este tipo de dispositivos utilizando fibras de diámetros mayores.

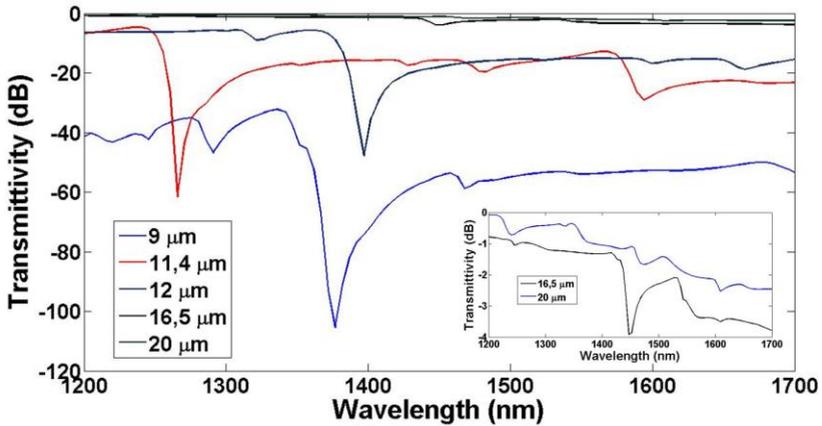


Fig. 3.3 Espectros simulados para distintos diámetros de fibra CE—SMF con un espesor fijo del recubrimiento y para una longitud fija del periodo.

Sin embargo, y basado en resultados previos por los que se conoce que la sensibilidad es mayor para longitudes de periodo pequeñas, estos son los diámetros adecuados para acoplar los modos de menor orden utilizando las menores longitudes posibles. De esta manera es posible optimizar la estructura haciendo que se miniaturice el dispositivo resultante, que la banda de atenuación sea fácilmente distinguible y la sensibilidad sea máxima.

A partir de los datos obtenidos se decide utilizar diámetros inferiores a 13  $\mu\text{m}$  en todas las simulaciones siguientes y se verifica que se está produciendo una modificación en los índices de refracción efectivos de los distintos modos propagados. Esto se comprobó mediante el cálculo de dichos índices con el software mencionado anteriormente. La representación gráfica de los resultados obtenidos para espesores de 20 nm y 40 nm y un diámetro de 12  $\mu\text{m}$  se muestran en la Fig. 3.4.

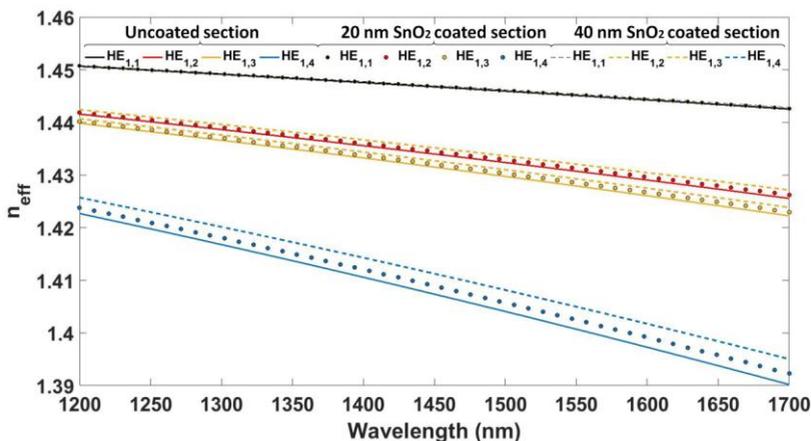


Fig. 3.4 Índice de refracción efectivo para el modo fundamental y los dos primeros modos de *cladding* en función de la longitud de onda y para espesores de 20 y 40 nm

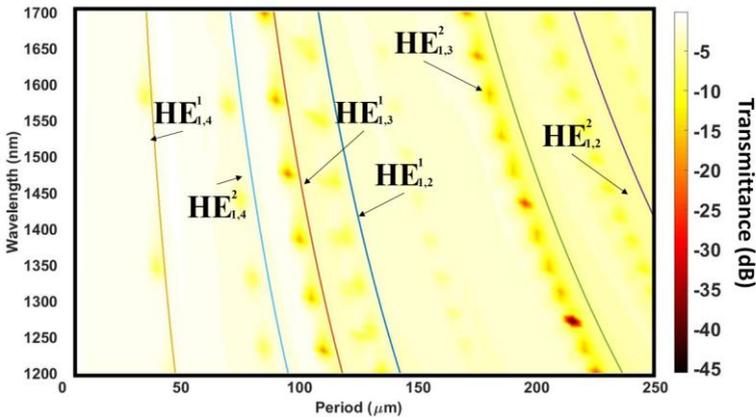
Para recubrimientos de espesor 20 nm, la máxima variación del índice efectivo, que ocurre a 1700 nm, experimentada por el modo HE<sub>1,1</sub> es  $1 \times 10^{-4}$ , mientras que los cambios máximos son  $6 \times 10^{-4}$ ,  $7 \times 10^{-4}$  and  $2 \times 10^{-3}$  para los modos HE<sub>1,2</sub> HE<sub>1,3</sub>, HE<sub>1,4</sub>, respectivamente. Cuando a la fibra se le deposita un recubrimiento de 40 nm de espesor, la variación máxima del índice efectivo para el modo HE<sub>1,1</sub> es  $3 \times 10^{-4}$ , mientras que estas variaciones son de  $1,58 \times 10^{-3}$ ,  $1,6 \times 10^{-3}$  y  $4,8 \times 10^{-3}$  para los modos HE<sub>1,2</sub> HE<sub>1,3</sub>, HE<sub>1,4</sub>, respectivamente. Los cambios relativos y absolutos son mayores cuanto mayor es la longitud de onda y el orden del modo, y por supuesto son mayores cuanto mayor es el espesor.

Esta modificación de los índices efectivos de los modos es la que hace que se produzca el acoplamiento entre el modo fundamental y alguno de los modos del *cladding*, dependiendo de la longitud del periodo. En cualquier caso, y con el objetivo de asegurar que esta modificación es suficiente para generar una LPG, se realizarán simulaciones del espectro transmitido en función de la longitud del periodo. De esta manera, se pretende verificar que se generan

resonancias y comprobar cómo estas dependen de la longitud del periodo. Como estudio inicial, se analiza un valor intermedio dentro del intervalo a estudiar, 10 nm y 70 nm, por lo que se selecciona un valor de 40 nm. Además, con los datos obtenidos anteriormente (Fig. 3.4) es posible calcular la longitud de onda ( $\lambda$ ) de la banda de atenuación utilizando la Ec. 3.1

$$\lambda = [n_{eff}(\lambda) - n_{clad}^i(\lambda)] \frac{\Lambda}{N} \tag{3.1}$$

donde  $n_{eff}(\lambda)$  y  $n_{clad}^i(\lambda)$  son los índices efectivos del núcleo y del modo  $i$ -ésimo del *cladding*,  $\Lambda$  es la longitud del periodo y  $N$  es el orden de difracción. Esta ecuación, que representa el cumplimiento de la condición de coincidencia de fase, es una simplificación de la ecuación modificada de las condiciones de Bragg de primer orden. La evolución del espectro simulado para un espesor de 40 nm con la longitud del periodo se muestra en la Fig. 3.5, donde se han superpuesto las bandas calculadas mediante la Ec. 3.1. La pendiente de las líneas que representan la posición de la resonancia ofrece una idea preliminar de la sensibilidad, de dónde puede deducirse que periodos menores implican sensibilidades mayores.



**Fig. 3.5** Evolución del espectro simulado con el periodo para un recubrimiento de 40 nm. Las líneas representan la longitud de onda de la banda de atenuación calculada mediante la Ec. 3.1.

Viendo la buena correspondencia entre la posición de la resonancia obtenida mediante la simulación del espectro transmitido y la obtenida mediante el cálculo de los índices de refracción efectivos y su posterior utilización en la Ec. 3.1, se calcula de esta última manera la posición de la resonancia en función de la longitud de onda para espesores entre 10 y 70 nm. En la Fig. 3.6 pueden observarse los resultados obtenidos.

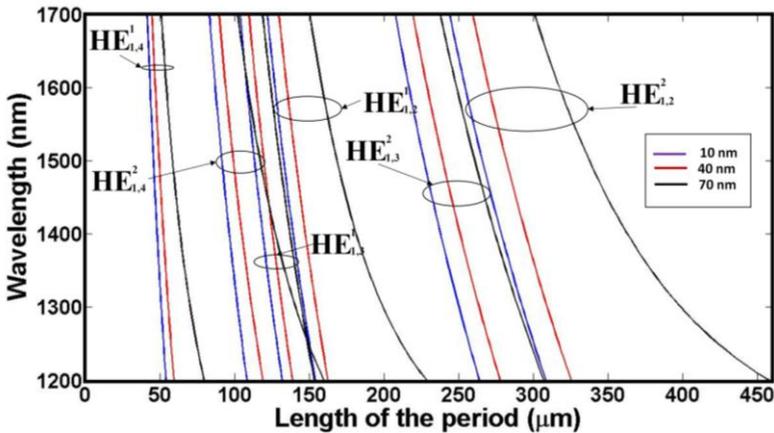


Fig. 3.6 Longitud de onda de las bandas de atenuación en función de la longitud del periodo y para distintos espesores del recubrimiento (10, 40 y 70 nm).

Como puede observarse, entre las pendientes de las bandas obtenidas con 10 nm y con 40 nm no existen grandes diferencias, que sí que aparecen cuando el espesor es 70 nm. Esto puede implicar que la sensibilidad sea distinta en función del espesor del recubrimiento. Antes de continuar con un estudio más profundo de estas implicaciones en la sensibilidad, se muestran los espectros simulados, con el fin de comprobar las diferencias en las propiedades de las resonancias obtenidas con distintos espesores. Los espectros para una fibra de diámetro 12  $\mu\text{m}$ , con un periodo de 160  $\mu\text{m}$  y con recubrimientos de 20 y 40 nm se muestran en la Fig. 3.7.

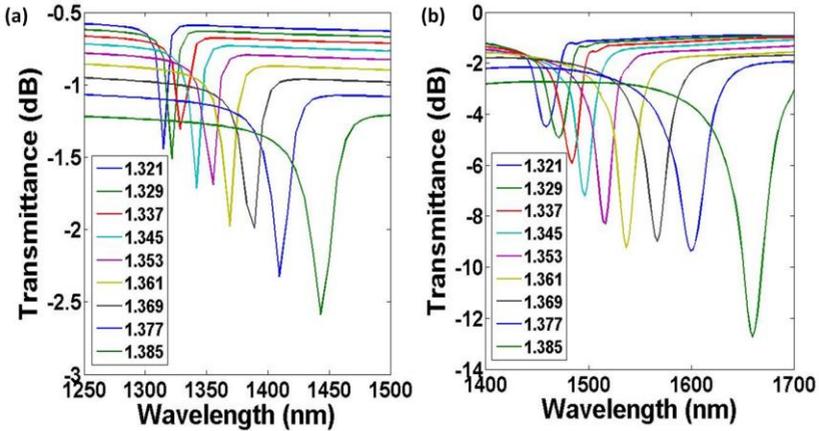


Fig. 3.7 Simulación del espectro transmitido para una fibra de 12  $\mu\text{m}$ , con un periodo de 160  $\mu\text{m}$  y con recubrimientos de (a) 20 nm y (b) 40 nm.

Aunque ambos resultados muestran grandes similitudes, existen diferencias apreciables. La más evidente es la diferencia en la amplitud de la resonancia, que se ve multiplicada por un factor mayor que dos cuando el espesor es el doble. Así, para las simulaciones realizadas con 20 nm la amplitud inicial es inferior a 1 dB, mientras que supera los 3 dB para recubrimientos de 40 nm. En cuanto al comportamiento de la resonancia en función del índice de refracción exterior, se observa que el mínimo se desplaza hacia longitudes de onda mayores según aumenta el índice de refracción para todos los espesores estudiados. También se produce un incremento de las pérdidas totales y aumenta la amplitud de la resonancia. En general, la resonancia obtenida presenta un mayor *full width at half maximum* (FWHM) cuanto mayor sea el espesor, y este valor es de unos 20 nm para el dispositivo simulado con 40 nm. También se pueden apreciar diferencias en el rango dinámico, que es 128 nm para el dispositivo simulado con 20 nm, mientras que alcanza valores de 200 nm para el simulado con 40 nm. Esto conducirá a diferencias en la sensibilidad.

A continuación se procede a estudiar de manera teórica las variaciones en la sensibilidad asociadas al espesor del recubrimiento. Para ello, con una longitud de periodo tal que permita obtener la resonancia asociada siempre al mismo modo (el modo  $HE_{1,2}^1$  en este caso), se analizan dispositivos con distintos espesores (20, 40, 55 y 70 nm) y su comportamiento ante variaciones en el índice de refracción del medio exterior. Los resultados se muestran a continuación, en la Fig. 3.8.

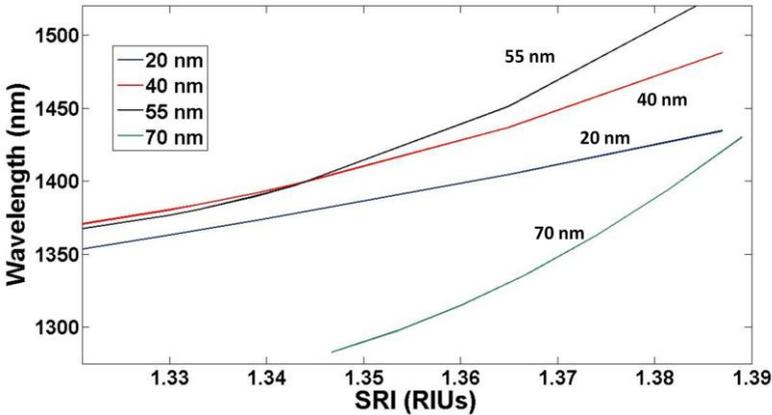


Fig. 3.8 Longitud de onda de la resonancia en función del índice de refracción exterior para espesores de 20, 40, 55 y 70 nm.

De la figura anterior se pueden extraer varias conclusiones. La primera es que, para espesores pequeños y en el rango estudiado, la posición de la longitud de onda de la resonancia mantiene una relación lineal con el índice externo. Esta relación progresa hacia un comportamiento cuadrático conforme aumenta el espesor. La sensibilidad promedio es de 1230 nm/RIU para espesores de 20 nm y aumenta hasta 3500 nm/RIU cuando se incrementa el espesor hasta 70 nm. También se ha estudiado la influencia del diámetro y este tiene una gran influencia sobre la amplitud de la resonancia, así como sobre las pérdidas de inserción. La influencia del diámetro sobre la

sensibilidad también ha sido analizada. Para ello, se realizaron simulaciones con un espesor fijo de 55 nm y un periodo tal que permitiera trabajar con la resonancia asociada al modo  $HE_{1,4}^2$ . Los resultados se muestran en la Fig. 3.9.

A pesar de que existen diferencias en la sensibilidad según sea el valor del diámetro, no parece existir una correlación directa. Por eso, según los datos obtenidos, se ha considerado que era preferible fijar el valor mínimo del diámetro a 12  $\mu\text{m}$ , para mantener las pérdidas de inserción en valores menores que 6 dB y porque ofrece la mayor sensibilidad, siempre según estos resultados.

Resumiendo los resultados obtenidos mediante simulación, se puede concluir que el diámetro de la fibra es recomendable que sea inferior a 16  $\mu\text{m}$  y que el espesor del recubrimiento debe ser lo mayor posible, estando siempre limitado por la absorción del material y el fenómeno de los LMRs (70 nm si el medio exterior es agua). Además cuanto menor sea la longitud del periodo más sensible será el dispositivo resultante.

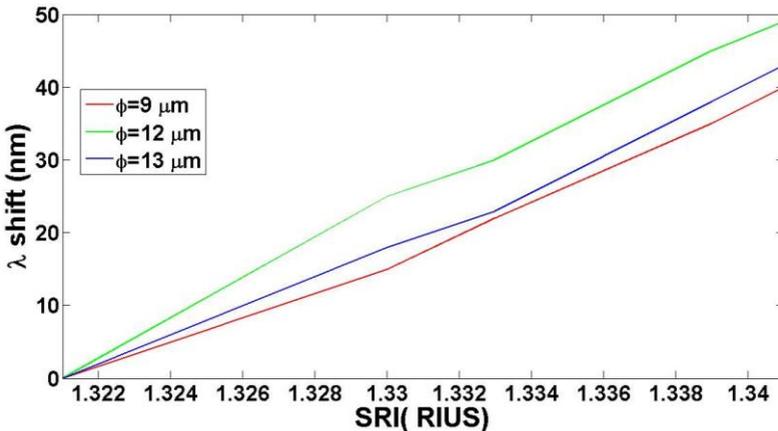


Fig. 3.9 Desplazamiento en longitud de onda de la resonancia en función del índice de refracción del medio exterior, para un espesor fijo de 55 nm y para distintos diámetros.

### 3.4. Método de fabricación de la estructura

En esta sección se comenta de manera genérica el proceso de fabricación correspondiente a esta estructura. Algunos de los parámetros que se comentan aquí podrán ser luego modificados en la sección experimental. A continuación, en la Fig. 3.10, se muestra el proceso de fabricación esquematizado.

En primer lugar se retira el *buffer* de la fibra SMF en una longitud mayor que la que posteriormente se pretende sumergir en ácido. Una vez retirado, se sumerge la fibra en ácido fluorhídrico, al 40 % en este caso, hasta que el diámetro de la fibra alcanza el valor deseado. Posteriormente, la fibra se coloca en un soporte y se pega a este mediante un pegamento acrílico especialmente diseñado para vidrio y cuyo proceso de curado requiere la aplicación de luz ultravioleta para disminuir los tiempos necesarios para que la sujeción sea óptima. En este paso es importante tensar la fibra lo máximo posible. Cuando ya se tiene la fibra preparada, se puede proceder a empalmarle los latiguillos con los conectores FC, que permiten monitorizar el proceso de deposición del recubrimiento. Este proceso ha sido realizado mediante la técnica de *sputtering*, pero se pueden utilizar otros métodos, tales como el auto-ensamblado electrostático o el *dip-coating*.

Una vez que se tiene la fibra recubierta, esta se coloca bajo la lente de un láser Nd:YAG de fibra provisto de un galvanómetro (Perfect Laser, PEDB-100). que emite luz a 1064 nm y que se programó para la ablación periódica del material que recubre la CE-SMF. Después de este proceso la fibra está recubierta únicamente en ciertas secciones, mientras que en otras el material se ha evaporado al incidir el láser sobre él, calentarlo y evaporarlo localmente. La longitud de la sección donde se ha retirado el material depende de la posición relativa entre el láser y la fibra y, también, de la potencia aplicada. El proceso de deposición así como el de ablación se monitorizan para verificar que el espesor depositado es el deseado y el correcto funcionamiento del láser sobre la fibra. En la Fig. 3.11 se muestra una fotografía de la estructura resultante.

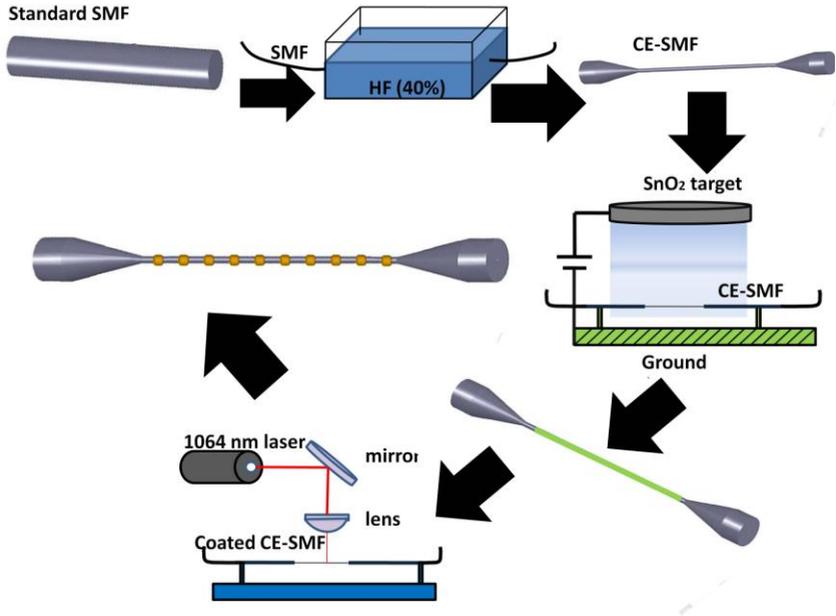


Fig. 3.10 Esquema del proceso de fabricación de LPGs sobre CE-SMF

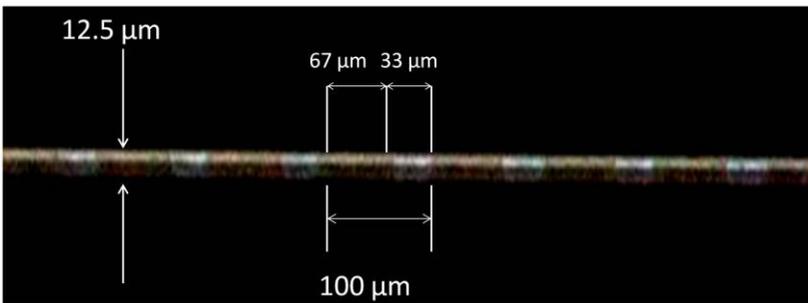


Fig. 3.11 Fotografía del dispositivo realizado: fibra de  $12.5 \mu\text{m}$  de diámetro, recubrimiento de óxido de estaño de  $85 \text{ nm}$  de espesor y periodo de  $100 \mu\text{m}$ .

### 3.5. Montaje experimental

Una vez que se obtuvo la fibra pegada al soporte y recubierta con el material se le empalmaron dos latiguillos de fibra monomodo con conectores SMA. Estos latiguillos son los que se conectarán a una fuente de luz SLED (*HP-83437A*), que consta de cuatro diodos superluminiscentes que emiten a 1200, 1310, 1400 y 1550 nm, y a un analizador de espectros (*HP-86142A*). Una vez hecho esto, se procede a la inscripción del periodo mediante la ablación láser monitorizando el espectro transmitido para verificar el correcto funcionamiento del láser. Si los parámetros han sido seleccionados para obtener la banda de atenuación en aire, entonces es posible observar la generación de esta resonancia en tiempo real. En el resto de casos, esto no es posible, aunque los cambios que se producen en el espectro ayudan a verificar que el posicionamiento relativo de la fibra y el láser es el adecuado.

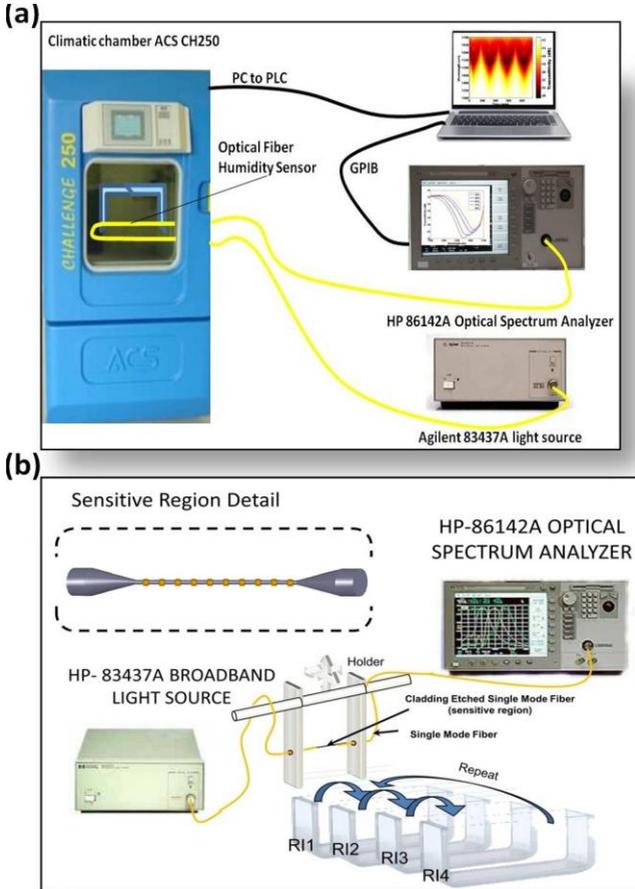
Para la caracterización como refractómetro, la fibra se sumerge en distintas disoluciones de glicerina en agua, mientras que para la caracterización como sensor de humedad se usa una cámara climática (*Angelantoni ACS CH 250*). Los montajes experimentales se muestran en la Fig. 3.12.

### 3.6. Aplicación como refractómetro

#### 3.6.1. Dispositivo A (espesor 55 nm y periodo 200 $\mu\text{m}$ )

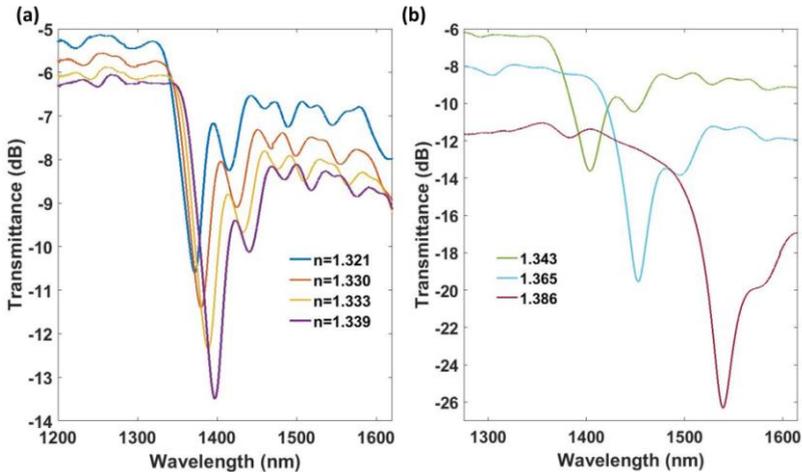
El primer dispositivo se diseñó para realizar mediciones en agua. Para ello, se realizaron simulaciones con el índice externo fijado a 1,321, que es el valor del índice del agua a longitudes de onda entorno a 1400 nm [54]. El valor del diámetro externo de la fibra fue de 12  $\mu\text{m}$  y el espesor del material se fijó a 55 nm. Estos valores fueron seleccionados por las razones comentadas anteriormente: el diámetro debe ser lo suficientemente pequeño para que la distancia entre el medio exterior y el núcleo permita obtener acceso al campo evanescente y además habilite la modificación de los índices de refracción efectivos de los modos de núcleo y *cladding*. El espesor se seleccionó para no obtener el LMR producido por el material en las

condiciones de trabajo seleccionadas ya que las pérdidas asociadas a este fenómeno para diámetros tan pequeños impedirían trabajar con los equipos habituales.



**Fig. 3.12** Montaje experimental para la caracterización como (a) sensor de humedad y (b) refractómetro.

Con todos estos datos, se puede elegir ya la longitud del periodo como último parámetro para definir la estructura. El periodo se decidió a partir de los datos obtenidos mediante simulación. Para la primera prueba se seleccionó un periodo de 200  $\mu\text{m}$ , lo que permitiría observar una banda de atenuación correspondiente al segundo orden de difracción del tercer modo de cladding situada en 1370 nm cuando la fibra está sumergida en agua. Para caracterizar el dispositivo frente al índice de refracción se introdujo la fibra en diferentes disoluciones de glicerina en agua, cuyo índice variaba desde 1,321 (agua) hasta 1,386. Los correspondientes espectros fueron adquiridos y se muestran en la Fig. 3.13.



**Fig. 3.13** Espectros adquiridos experimentalmente para distintos índices de refracción del medio exterior.

Al igual que en las simulaciones, la banda de atenuación sufre un desplazamiento hacia el rojo cuando el índice de refracción exterior aumenta y, además, hay un continuo aumento de las pérdidas de potencia. La resonancia presenta un FWHM de 30nm, que aumenta conforme el índice externo es mayor. La banda se desplaza un total de 167 nm, arrojando un valor máximo para la sensibilidad de 3900

nm/RIU que tiene lugar al final del rango experimentado. La sensibilidad teórica corresponde con la obtenida experimentalmente (ver Fig. 3.14).

### 3.6.2. Dispositivo B (espesor 65 nm y periodo 160 $\mu\text{m}$ )

El siguiente dispositivo se realizó con el objetivo de aumentar la sensibilidad de esta estructura. Como se ha mencionado en la sección introductoria de este capítulo, la sensibilidad de una LPG está fuertemente condicionada por el periodo y por el espesor. Por eso, se eligió disminuir la longitud del periodo programado en el láser hasta 160  $\mu\text{m}$ . Además, el espesor del recubrimiento también se aumentó, de 55 nm a 65 nm, con el fin de aumentar notablemente la sensibilidad sin tener que disminuir mucho el periodo. De manera similar a como se hizo con el dispositivo A, se realizaron las correspondientes simulaciones con los parámetros anteriores para poder calcular el periodo necesario para obtener la banda de atenuación en el índice seleccionado.

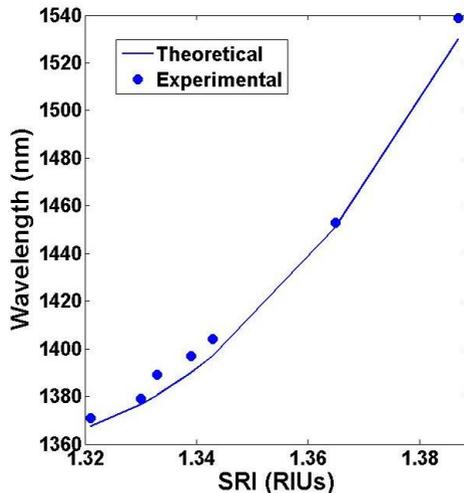


Fig. 3.14 Posición teórica (línea) y experimental (puntos) de la banda de atenuación de la resonancia en función del índice de refracción del medio exterior para el dispositivo A.

El periodo seleccionado permite observar la banda de atenuación correspondiente al segundo orden de difracción del cuarto modo de *cladding* situada en 1370 nm cuando la fibra está sumergida en un medio con índice igual a 1,347. A continuación, en la Fig. 3.15, se muestran los espectros adquiridos experimentalmente al variar el índice de refracción del medio exterior.

El comportamiento experimental, en términos generales, está en concordancia con lo obtenido teóricamente. Hay un desplazamiento al rojo con un incremento continuo de las pérdidas de potencia. La resonancia está mucho mejor definida para los índices bajos del rango estudiado, pero pierde la forma de manera notable para los índices mayores. En concreto, este dispositivo presenta un FWHM de 20 nm cuando está sumergido en un medio con un índice de refracción comprendido entre 1.36 y 1.382. Con un desplazamiento total de 179 nm, este dispositivo ofrece una sensibilidad máxima de 6040 nm/RIU en el rango estudiado.

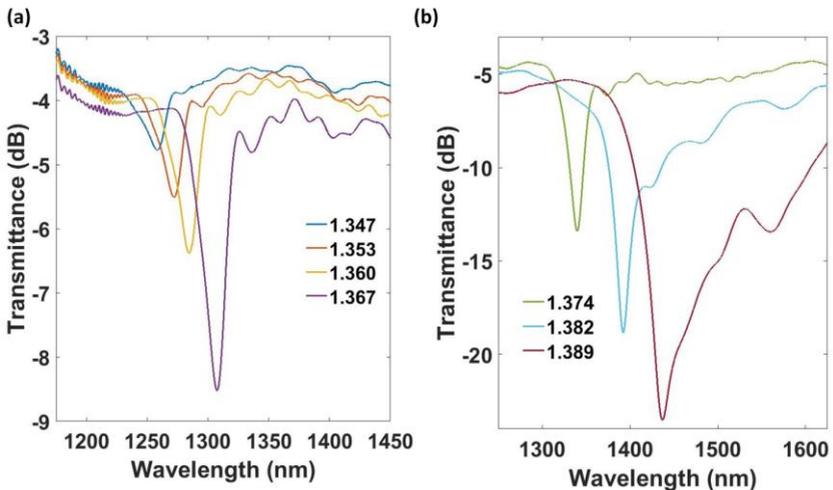


Fig. 3.15 Espectros adquiridos experimentalmente para distintos índices de refracción exterior (dispositivo B).

Al igual que en el caso previo, se ofrece una comparación de la sensibilidad teórica y experimental, expuesta en la Fig. 3.16. En este caso también hay una buena concordancia entre ambos resultados.

Así pues, las simulaciones reflejan con precisión la sensibilidad que va a mostrar la estructura y predicen con gran fiabilidad la posición en la que va a aparecer la banda de atenuación en función de parámetros tales como diámetro de la fibra, espesor e índice del recubrimiento así como longitud del periodo. Gracias a esta precisión es posible el desarrollo de esta estructura y su optimización a la hora de generar la resonancia en las condiciones deseadas, como se muestra con otro ejemplo en la última aplicación.

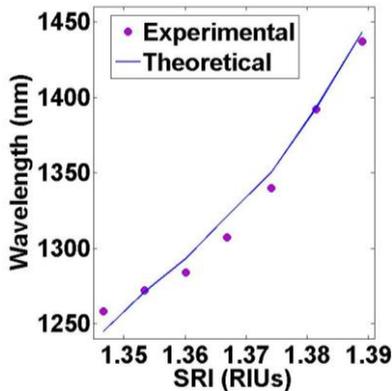
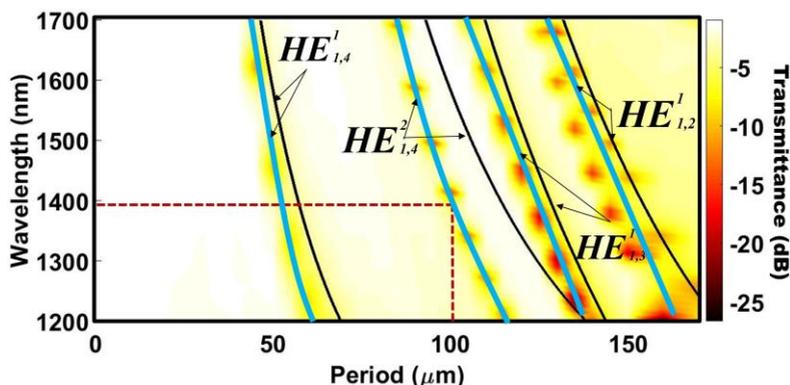


Fig. 3.16 Posición de la banda de atenuación en función del índice de refracción exterior para el dispositivo B: teórica (línea) y experimental (puntos).

### 3.7. Aplicación como sensor de humedad

A continuación se analizará cómo se comporta una LPG generada de igual manera que las anteriores, pero ajustando los parámetros para obtener la banda de atenuación en aire, de manera que se pueda caracterizar frente a variaciones de humedad. En este caso, para que se generase un LMR se necesitaría un espesor de 100 a 140 nm, por lo que queda un margen para ampliar el espesor depositado respecto a las situaciones previas.

Se seleccionó un valor de 85 nm como un compromiso entre el máximo espesor posible y la seguridad de que no aparezca el LMR. Así pues, se simuló la evolución del espectro transmitido por una fibra de 12,5  $\mu\text{m}$  de diámetro exterior recubierta con 85 nm de óxido de estaño con un índice externo de valor igual a uno (aire). También se calcularon los índices efectivos de los diversos modos y los resultados de ambos cálculos aparecen representados en la Fig. 3.17.



**Fig. 3.17** Simulación del espectro con la longitud del periodo para una fibra de 13  $\mu\text{m}$  recubierta con 85 nm de óxido de estaño. Las líneas negras representan la longitud de onda de la banda de atenuación calculada mediante la Ec. 3.1. La línea discontinua representa el valor seleccionado para el desarrollo de la parte experimental como sensor de humedad.

A diferencia de los resultados obtenidos anteriormente, la posición de las resonancias asociadas al segundo orden de difracción calculadas con la Ec. 3.1 difieren bastante respecto a lo obtenido mediante la simulación del espectro. Esto puede deberse al uso de una expresión que se trata de la simplificación de una ecuación modificada (ecuación de la condición de Bragg), mientras que Fimmwave® calcula soluciones a las ecuaciones de Maxwell por métodos numéricos. En este caso se seleccionó un periodo de 100  $\mu\text{m}$  para obtener la banda de atenuación correspondiente al segundo orden de difracción del cuarto modo de *cladding* a 1400 nm. El hecho de haber elegido los parámetros para la obtención de la banda en aire permite ver la generación de dicha banda en tiempo real mientras el láser realiza la

inscripción. Esta monitorización se muestra en la Fig. 3.18, donde puede verse cómo el pico comienza a formarse en 1350 nm con una amplitud de 3 dB para un total de sesenta periodos inscritos. El pico se desplaza ligeramente hacia longitudes de onda mayores conforme aumenta el número de periodos mientras aumenta su amplitud, obteniendo una resonancia con una amplitud de 7 dB situada en 1400 nm.

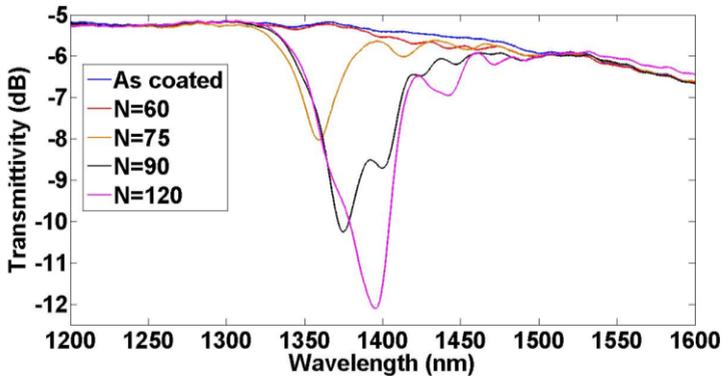


Fig. 3.18 Espectros adquiridos en distintos momentos durante el proceso de ablación láser.

Una vez que se fabricó satisfactoriamente la LPG mediante el método descrito y con los parámetros seleccionados, se procedió a introducirla en la cámara climática (Angelantoni ACS-CH250) y se le sometió a distintos experimentos, para caracterizar este dispositivo. En primer lugar se le aplicaron varios ciclos de humedad a temperatura constante (25°C). Los espectros obtenidos con distintos valores de humedad se muestran en la Fig. 3.19. La banda se desplaza hacia longitudes de onda mayores conforme aumenta la humedad. También se observa una tendencia al aumento en las pérdidas de potencia. Mediante un algoritmo de cálculo de la posición de la resonancia fue posible saber en qué longitud de onda se encontraba la banda de atenuación para cada momento, y el resultado se muestra en la Fig. 3.20 (b), junto con los correspondientes valores de humedad. En la Fig. 3.20 (a) es posible observar, además, el valor de la longitud de onda en función de la humedad relativa.

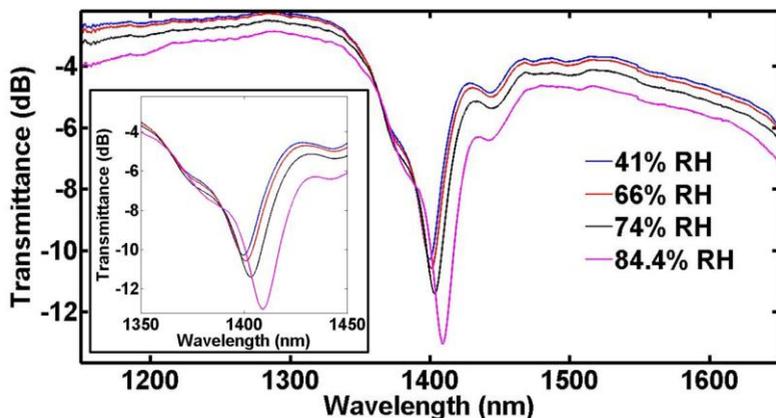


Fig. 3.19 Espectros adquiridos para distintos valores de humedad relativa.

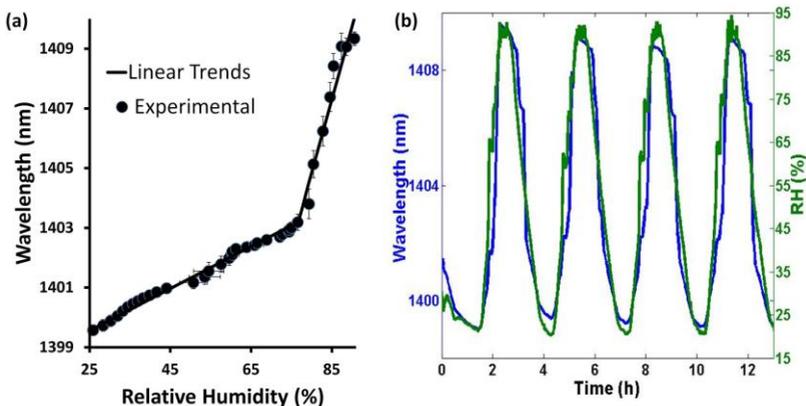


Fig. 3.20 (a) Representación de la longitud de onda de la banda de atenuación en función de la humedad relativa y (b) representación de la respuesta temporal del dispositivo junto con las variaciones de humedad.

Esta estructura construida con el material y los parámetros comentados anteriormente presenta una respuesta no lineal. De hecho, es posible observar dos rangos claramente diferenciados, en cada uno

de los cuales sí que se observa un comportamiento lineal. Esto es atribuible al punto de trabajo de la estructura, que viene determinado por el valor del periodo y por el espesor, como se mencionó en la sección teórica. La sensibilidad obtenida es de 488 pm/% HR para valores de humedad comprendidos entre 75% y 90% HR. Sin embargo, la sensibilidad en el rango 20%-75% HR es de tan solo 70 pm/% HR. Mediante una selección de otro periodo, posible tras haber obtenido estos resultados en primer lugar, es posible que se pueda diseñar esta estructura para obtener un comportamiento lineal en todo el rango de humedad.

El siguiente experimento consistió en someter a esta estructura a variaciones de temperatura manteniendo la humedad constante (20% HR). En general, las LPGs fabricadas de manera convencional suelen presentar sensibilidades a la temperatura desde 30 hasta 100 pm/°C [53]. Esto, salvo en el caso de querer fabricar un sensor de temperatura, es un inconveniente inherente a la propia estructura que puede producir perturbaciones en las medidas realizadas con vistas a la detección de otros parámetros. Para este estudio se aplicaron temperaturas desde 20 hasta 50°C. El desplazamiento de la banda de atenuación puede observarse en la Fig. 3.21.

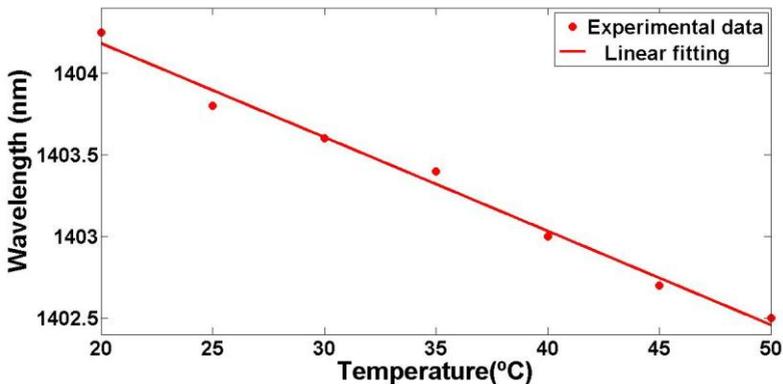


Fig. 3.21 (a) Longitud de onda de la resonancia en función de la temperatura

En vista del resultado anterior, esta LPG muestra una respuesta lineal a la temperatura ofreciendo una sensibilidad de  $57,5 \text{ pm}/^\circ\text{C}$ , que se encuentra dentro del rango que tienen las LPGs convencionales. Por lo tanto, la sensibilidad cruzada en el rango 20-75% HR es de  $0,82 \text{ \% HR}/^\circ\text{C}$ , mientras que para valores superiores de humedad este valor disminuye hasta  $0,11 \text{ \% HR}/^\circ\text{C}$ . Estos coeficientes mejoran los obtenidos mediante las técnicas convencionales [20], resaltando de esta manera que se cumple el objetivo de fomentar la sensibilidad de la LPG hacia un parámetro específico y disminuir la sensibilidad cruzada causada por el propio principio de funcionamiento y asociada al proceso de fabricación.

### 3.8. Conclusiones y líneas futuras

En este capítulo se ha descrito un nuevo método para la fabricación de redes de difracción de periodo largo mediante la ablación periódica por láser de un recubrimiento depositado previamente en una fibra monomodo estrechada mediante ataque químico con ácido.

Este nuevo método se enmarca en la tendencia actual de investigación de nuevas técnicas relacionadas con la fabricación de LPGs en las que se persigue que sea el propio material sensible el que genere el fenómeno de difracción. Este factor es el que, en principio, debería conducir hacia mayores sensibilidades hacia parámetros específicos.

Se ha estudiado el uso de esta estructura en aplicaciones de medición de índice de refracción y de humedad relativa. Este estudio ha estado compuesto de una parte teórica y de otra experimental.

La parte teórica ha resultado de gran utilidad a la hora del diseño, puesto que facilita la elección de los parámetros adecuados para las condiciones de trabajo seleccionadas. Es importante remarcar que la posición de las bandas de atenuación obtenida mediante la utilización de la forma simplificada de la ecuación modificada de las condiciones de Bragg ha resultado menos exacta que la obtenida mediante la simulación del espectro, pero que su obtención requiere menores tiempos de cálculo. Por otro lado, los espectros obtenidos

experimentalmente presentaban menor anchura espectral que los simulados. Esto puede ser debido a factores tales como alguna asimetría en la retirada del material mediante el ataque químico con ácido. Un estudio de la dependencia con la polarización podría ayudar a corroborar este extremo.

Como refractómetro, se ha demostrado la influencia del periodo y del espesor en la sensibilidad, habiéndose obtenido una sensibilidad máxima de 3900 nm/RIU con un periodo de longitud igual a 200  $\mu\text{m}$  y trabajando con el modo  $HE_{1,3}^2$ ; la sensibilidad aumentó hasta valores cercanos a 6000 nm/RIU al trabajar con la resonancia asociada al modo  $HE_{1,4}^2$ , lo que verifica que la sensibilidad aumenta al trabajar con modos de mayor orden.

En el caso de su aplicación como sensor de humedad se han conseguido sensibilidades máximas de 488 pm/% HR y sensibilidades a la temperatura de 57,5 pm/ $^{\circ}\text{C}$ , lo que implica una sensibilidad cruzada de 0,11 % HR/ $^{\circ}\text{C}$ .

Existen varias opciones para continuar esta línea de investigación. El siguiente paso, y el más inmediato, consistiría en realizar un análisis más completo en cuanto a la influencia de los parámetros en la sensibilidad. Mediante la inscripción de un periodo más corto debería incrementarse la sensibilidad significativamente, aunque se han encontrado ciertos problemas causados por el software que controla el láser, que se están tratando de solventar. Desde el punto de vista del material utilizado, la opción más sencilla consiste en el estudio de materiales con mayor índice de refracción.

Un aspecto que sería interesante estudiar es el estudio de materiales que modifiquen su espesor con el parámetro a medir, por ejemplo, materiales higroscópicos para medir humedad, magnetostrictivos para medición de campos magnéticos o materiales como el paladio que se comportan de esta manera al reaccionar con ciertos elementos como el hidrógeno. También existe la opción de utilizar esta estructura como plataforma óptica para el desarrollo de

sensores, es decir, añadir una capa externa de otro compuesto que actúe como material sensible.

Con vistas a simplificar el proceso de fabricación y además, obtener un dispositivo más robusto, se puede utilizar, como soporte para esta estructura, fibra estrechada por calor (*tapers*) tanto en fibra monomodo como multimodo, estudiando previamente que implicaciones tiene esto en la sensibilidad final. También se considera que generar este tipo de LPGs sobre esta misma estructura (CE-SMF), pero mediante el recubrimiento a través de una máscara de amplitud puede facilitar su fabricación.

## Bibliografía

1. Vengsarkar, A. M.; Lemaire, P. J.; Judkins, J. B.; Bhatia, V.; Erdogan, T.; Sipe, J. E. "Long-period fiber gratings as band-rejection filters". *J. Light. Technol.* **1996**, *14*, 58–64.
2. Hill, K. O.; Fujii, Y.; Johnson, D. C.; Kawasaki, B. S. "Photosensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filter fabrication". *Appl. Phys. Lett.* **1978**, *32*, 647–649.
3. Meltz, G.; Morey, W. W.; Glenn, W. H. "Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method". *Opt. Lett.* **1989**, *14*, 823.
4. Hill, K. O.; Malo, B.; Vineberg, K. a.; Bilodeau, F.; Johnson, D. C.; Skinner, I. "Efficient mode conversion in telecommunication fibre using externally written gratings". *Electron. Lett.* **1990**, *26*, 1270.
5. Hill, K. O.; Bilodeau, F.; Malo, B.; Johnson, D. C. "Birefringent photosensitivity in monomode optical fibre: application to external writing of rocking filters". *Electron. Lett.* **1991**, *27*, 1548.
6. Bhatia, V.; Vengsarkar, A. M. "Optical fiber long-period grating sensors". *Opt. Lett.* **1996**, *21*, 692–694.
7. James, S. W.; Tatam, R. P.; Twin, A.; Bateman, R.; Noonan, P. "Cryogenic temperature response of fibre optic long period gratings". *Meas. Sci. Technol.* **2003**, *14*, 1409.
8. Monteiro, J.; Martins, R.; Caldas, P.; Rego, G. "Fiber Optic Sensor based on Long Period Fiber Grating to Monitor Cryogenic" Temperatures. In *Proc. IX SEONS*, **2011**.
9. Urrutia, A.; Goicoechea, J.; Ricchiuti, A. L.; Barrera, D.; Sales, S.; Arregui, F. J. "Simultaneous measurement of humidity and temperature based on a partially coated optical fiber long period grating". *Sensors Actuators, B Chem.* **2016**, *227*, 135–141.

10. Wang, Y.-P.; Xiao, L.; Wang, D. N.; Jin, W. "Highly sensitive long-period fiber-grating strain sensor with low temperature sensitivity". *Opt. Lett.* **2006**, *31*, 3414.
11. Lin, C. Y.; Wang, L. A.; Chern, G. W. "Corrugated long-period fiber gratings as strain, torsion, and bending sensors". *J. Light. Technol.* **2001**, *19*, 1159–1168.
12. Wang, Y. "Highly sensitive long-period fiber-grating strain sensor with low temperature sensitivity". *Opt. Lett.*, **2006**, *31*, 3414–3416.
13. Liu, Y.; Williams, J. A. R.; Bennion, I. "Optical bend sensor based on measurement of resonance mode splitting of long-period fiber grating". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2000**, *12*, 531–533.
14. Ahmed, F.; Joe, H.-E.; Min, B.-K.; Jun, M. B. G. "Characterization of refractive index change and fabrication of long period gratings in pure silica fiber by femtosecond laser radiation". *Opt. Laser Technol.* **2015**, *74*, 119–124.
15. Hou, R.; Ghassemlooy, Z.; Hassan, A.; Lu, C.; Dowker, K. P. "Modelling of long-period fibre grating response to refractive index higher than that of cladding". *Meas. Sci. Technol.* **2001**, *12*, 1709–1713.
16. Esposito, F.; Ranjan, R.; Campopiano, S.; Iadicicco, A. "Influence of Period on Surrounding Refractive Index Sensitivity of Arc-induced Long Period Gratings". *Procedia Eng.* **2016**, *168*, 999–1002.
17. Falate, R.; Frazão, O.; Rego, G.; Fabris, J. L.; Santos, J. L. "Refractometric sensor based on a phase-shifted long-period fiber grating". *Appl. Opt.* **2006**, *45*, 5066–5072.
18. Corres, J. M.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Two-layer nanocoatings in long-period fiber gratings for improved sensitivity of humidity sensors". *IEEE Trans. Nanotechnol.* **2008**, *7*, 394–400.
19. Venugopalan, T.; Sun, T.; Grattan, K. T. V. "Long period grating-based humidity sensor for potential structural health monitoring". *Sensors Actuators A Phys.* **2008**, *148*, 57–62.
20. Viegas, D.; Goicoechea, J.; Corres, J. M.; Santos, J. L.; Ferreira, L. A.; Araújo, F. M.; Matias, I. R. "A fibre optic humidity sensor based on a long-period fibre grating coated with a thin film of SiO<sub>2</sub> nanospheres". *Meas. Sci. Technol.* **2009**, *20*, 34002.
21. Tan, K. M.; Tay, C. M.; Tjin, S. C.; Chan, C. C.; Rahardjo, H. "High relative humidity measurements using gelatin coated long-period grating sensors". *Sensors Actuators, B Chem.* **2005**, *110*, 335–341.
22. Fu, M. Y.; Lin, G. R.; Liu, W. F.; Wu, C. W. "Fiber-optic humidity sensor based on an air-gap long period fiber grating". *Opt. Rev.* **2011**, *18*, 93–95.
23. Liu, Y.; Wang, L.; Zhang, M.; Tu, D.; Mao, X.; Liao, Y. "Long-Period Grating Relative Humidity Sensor With Hydrogel Coating". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2007**, *19*, 880–882.

24. Konstantaki, M.; Pissadakis, S.; Pispas, S.; Madamopoulos, N.; Vainos, N. A. "Optical fiber long-period grating humidity sensor with poly(ethylene oxide)/cobalt chloride coating". *Appl. Opt.* **2006**, *45*, 4567.
25. Topliss, S. M.; James, S. W.; Davis, F.; Higson, S. P. J.; Tatam, R. P. "Optical fibre long period grating based selective vapour sensing of volatile organic compounds". *Sensors Actuators B Chem.* **2010**, *143*, 629–634.
26. Hromadka, J.; Korposh, S.; Partridge, M.; James, S. W.; Davis, F.; Crump, D.; Tatam, R. P. "Volatile organic compounds sensing using optical fibre long period grating with mesoporous nano-scale coating". *Sensors (Switzerland)* **2017**, *17*.
27. Zhang, J.; Tang, X.; Dong, J.; Wei, T.; Xiao, H. "Zeolite thin film-coated long period fiber grating sensor for measuring trace chemical". *Opt Express* **2008**, *16*, 8317–8323.
28. Cusano, A.; Pilla, P.; Contessa, L.; Iadicicco, A.; Campopiano, S.; Cutolo, A.; Giordano, M.; Guerra, G. "High-sensitivity optical chemosensor based on coated long-period gratings for sub-ppm chemical detection in water". *Appl. Phys. Lett.* **2005**, *87*, 1–3.
29. Bandara, A. B.; Zuo, Z.; Ramachandran, S.; Ritter, A.; Heflin, J. R.; Inzana, T. J. "Detection of methicillin-resistant staphylococci by biosensor assay consisting of nanoscale films on optical fiber long-period gratings". *Biosens. Bioelectron.* **2015**, *70*, 433–440.
30. Brzozowska, E.; Śmietana, M.; Koba, M.; Górska, S.; Pawlik, K.; Gamian, A.; Bock, W. J. "Recognition of bacterial lipopolysaccharide using bacteriophage-adhesin-coated long-period gratings". *Biosens. Bioelectron.* **2015**, *67*, 93–99.
31. Ascorbe, J.; Coelho, L.; Santos, J. L.; Frazao, O.; Corres, J. M. "Temperature Compensated Strain Sensor Based on Long-Period Gratings and Microspheres". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2018**.
32. Frazão, O.; Falate, R.; Fabris, J. L.; Santos, J. L.; Ferreira, L. a; Araújo, F. M. "Optical inclinometer based on a single long-period fiber grating combined with a fused taper". *Opt. Lett.* **2006**, *31*, 2960–2962.
33. Partridge, M.; Wong, R.; James, S. W.; Davis, F.; Higson, S. P. J.; Tatam, R. P. "Long period grating based toluene sensor for use with water contamination". *Sensors Actuators B Chem.* **2014**, *203*, 621–625.
34. Esposito, F.; Zotti, A.; Ranjan, R.; Borriello, A.; Campopiano, S.; Zarrelli, M.; Iadicicco, A. "Single-ended Long Period Fiber Grating coated with Polystyrene Thin Film for Butane Gas Sensing". *J. Light. Technol.* **2017**.
35. Rindorf, L.; Jensen, J. B.; Dufva, M.; Pedersen, L. H.; Højby, P. E.; Bang, O. "Photonic crystal fiber long-period gratings for biochemical sensing". *Opt. Express* **2006**, *14*, 8224–8231.

36. Iadicicco, A.; Ranjan, R.; Campopiano, S. "Fabrication and characterization of long-period gratings in hollow core fibers by electric arc discharge". *IEEE Sens. J.* **2015**, *15*, 3014–3020.
37. Hiscocks, M. P.; van Eijkelenborg, M. a; Argyros, a; Large, M. C. J. "Stable imprinting of long-period gratings in microstructured polymer optical fibre". *Opt. Express* **2006**, *14*, 4644–4649.
38. Westbrook, P. S.; Eggleton, B. J.; Windeler, R. S.; Hale, a; Strasser, T. a; Burdge, G. L. "Cladding-Mode Resonances in Hybrid Polymer – Silica Microstructured Optical Fiber Gratings". *Technology* **2000**, *12*, 495–497.
39. Li, Z.; Tam, H. Y.; Xu, L.; Zhang, Q. "Fabrication of long-period gratings in poly(methyl methacrylate-co-methyl vinyl ketone-co-benzyl methacrylate)-core polymer optical fiber by use of a mercury lamp." *Opt. Lett.* **2005**, *30*, 1117–1119.
40. Cui, Z.; Zhang, W.; Liu, F.; Zhang, H.; Bai, Z.; Geng, P.; Gao, S. "Asymmetrically corrugated long-period gratings by burning fiber coating and etching cladding." *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2013**, *25*, 1961–1964.
41. Lin, C. Y.; Wang, L. A." Loss-tunable long period fibre grating made from etched corrugation structure". *Electron. Lett.* **1999**, *35*, 1872.
42. Chiang, C.-C.; Chang, H.-J.; Kuo, J.-S. "Novel fabrication method of corrugated long-period fiber gratings by thick SU-8 photoresist and wet-etching technique". *J. Micro/Nanolithography, MEMS, MOEMS* **2010**, *9*, 33007.
43. Park, S.; Kwon, O. J.; Han, Y. G." A novel fabrication technique of corrugated long-period fiber gratings for mass production and its transmission characteristic as applied mechanical force". *2010 Asia Commun. Photonics Conf. Exhib. ACP 2010* **2010**, 94–95.
44. Lee, C.-L.; Weng, Z.-Y.; Lin, C.-J.; Lin, Y. "Leakage coupling of ultrasensitive periodical silica thin-film long-period grating coated on tapered fiber". *Opt. Lett.* **2010**, *35*, 4172–4.
45. James, S. W.; Tatam, R. P." Optical fibre long-period grating sensors: characteristics and application". *Meas. Sci. Technol.* **2003**, *14*, R49–R61.
46. Shu, X.; Zhang, L.; Bennion, I. "Sensitivity characteristics of long-period fiber gratings". *J. Light. Technol.* **2002**, *20*, 255–266.
47. Del Villar, I.; Cruz, J. L.; Socorro, A. B.; Corres, J. M.; Matias, I. R. "Sensitivity optimization with cladding-etched long period fiber gratings at the dispersion turning point". *Opt. Express* **2016**, *24*, 17680–17685.
48. Del Villar, I.; Achaerandio, M.; Matías, I. R.; Arregui, F. J. "Deposition of overlays by electrostatic self-assembly in long-period fiber gratings." *Opt. Lett.* **2005**, *30*, 720.

49. Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. "Enhancement of sensitivity in long-period fiber gratings with deposition of low-refractive-index materials". *Opt. Lett.* **2005**, *30*, 2363–5.
50. Villar, I. Del; Socorro, A. B.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; S.; Cruz, J. L.; Rego, G." Etched LPFGs in Reflective Configuration for Sensitivity and Attenuation Band Depth Increase". *IEEE Photonics Technol. Lett.*, **2016**, *28*, 1077–1080.
51. Del Villar, I.; Partridge, M.; Rodriguez, W. E.; Fuentes, O.; Socorro, A. B.; Diaz, S.; Corres, J. M.; James, S. W.; Tatam, R. P. "Sensitivity Enhancement in Low Cutoff Wavelength Long-Period Fiber Gratings by Cladding Diameter Reduction". *Sensors* **2017**, *17*.
52. Del Villar, I. "Ultrahigh-sensitivity sensors based on thin-film coated long period gratings with reduced diameter, in transition mode and near the dispersion turning point". *Opt. Express* **2015**, *23*, 8389.
53. Bhatia, V. "Applications of long-period gratings to single and multi-parameter sensing". *Opt. Express* **1999**, *4*, 457–466.
54. Hale, G. M.; Querry, M. R. "Optical Constants of Water in the 200-nm to 200-microm Wavelength Region". *Appl. Opt.* **1973**, *12*, 555–563



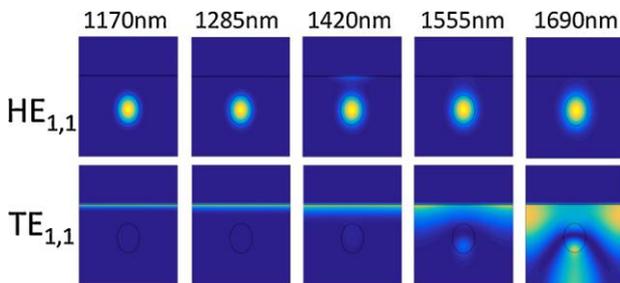




# Capítulo 4. Dispositivos basados en resonancias de modos con pérdidas.

## 4.1. Introducción.

Las resonancias de modos con pérdidas o *lossy mode resonances* (LMRs) son un tipo de resonancias electromagnéticas conocidas, al menos, desde la década de los ochenta [1–3], aunque su aplicación al campo de los sensores sobre fibra óptica se demoró un tiempo [4]. Desde el punto de vista físico, estas resonancias se producen en guías-onda recubiertas con películas delgadas de ciertos materiales cuando se produce el acoplamiento del modo fundamental a modos de *cladding* que pasan a ser guiados por el recubrimiento [3,5,6] (ver Fig. 4.1). Para que esto ocurra es necesario que la película interactúe con el campo evanescente de la luz, que es una onda estacionaria que se produce debido a la continuidad del campo electromagnético [7]. La amplitud de esta onda estacionaria decae exponencialmente con la distancia a la guía-onda [8], por lo que hay que recurrir a ciertas estrategias, que serán explicadas más adelante, para ser capaces de interactuar con ella.



**Fig. 4.1** Intensidad del campo eléctrico en la sección transversal de una fibra *D-shape* recubierta con ITO. El modo fundamental  $HE_{1,1}$  y el primer modo que experimenta una transición a la guía en la superposición ( $TE_{1,1}$ ), se analizan para diferentes longitudes de onda [6].

Aunque en alguna ocasión los LMRs hayan sido confundidos con las resonancias de plasmón superficial (SPRs) [9,10], hay importantes diferencias entre ellos. Ambos tipos de resonancias electromagnéticas se obtienen al recubrir una guía-onda con una película delgada de materiales específicos, típicamente oro o plata para generar SPRs, y óxidos semiconductores transparentes para generar LMRs.

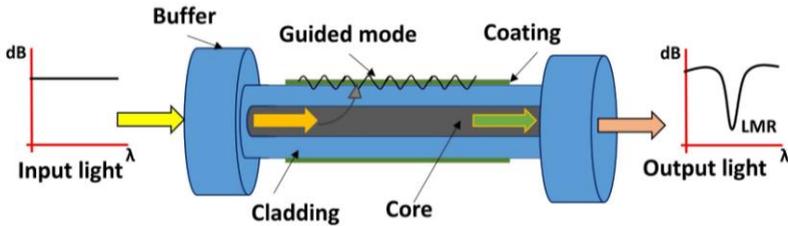


Fig. 4.2 Esquema de guía-onda recubierta con un material generador de LMRs.

Sin embargo, las condiciones del material para generar un tipo u otro de resonancias difieren. Estas condiciones vienen descritas o bien por la permitividad dieléctrica del material o bien por su índice de refracción, ambos relacionados entre sí. La permitividad viene descrita por la Ec. 4.1 [11]

$$\hat{\varepsilon} = \varepsilon' + \varepsilon''i \tag{4.1}$$

donde  $\varepsilon'$  y  $\varepsilon''$  son la parte real y la parte imaginaria de la permitividad, dependientes ambos de la frecuencia. El primer término está relacionado con la energía almacenada en el medio, mientras que el segundo se refiere a las pérdidas de energía dentro del medio. Desde el punto de vista óptico, un material se caracteriza por su índice de refracción, que también es un número complejo, representado en la Ec. 2.2

$$N = n + ki \tag{4.2}$$

donde  $n$  se refiere a la velocidad de propagación de la luz en ese medio relativizada a la del vacío, mientras que  $k$  es el coeficiente de extinción y representa la absorción de la luz dentro del material. Tanto

la permitividad dieléctrica de un material como su índice de refracción dependen de la estructura molecular interna del material y están relacionados de la manera expresada en las Ec. 4.3 y 4.4 [12]

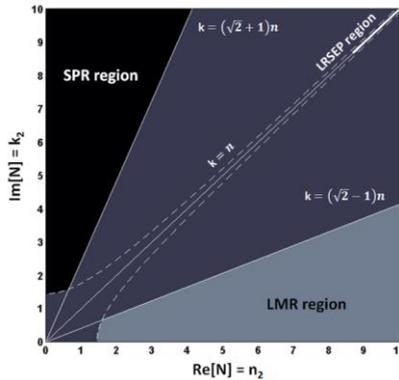
$$\varepsilon' = n^2 - k^2 \quad (4.3)$$

$$\varepsilon'' = 2nk \quad (4.4)$$

Los materiales adecuados para obtener SPRs son aquellos en los que la parte real de su permitividad es negativa y mayor que su parte imaginaria y que la parte real de la permitividad del medio que rodea la película. Por el contrario, los LMRs son generados por materiales cuya permitividad tenga una parte real positiva y mayor en magnitud que su parte imaginaria y la permitividad del medio [13]. Un tercer tipo de resonancias electromagnéticas son los excitones y polaritones superficiales de alto rango o *long range surface exciton-polaritons* (LRSEP). Las condiciones de los tres tipos de resonancias se resumen en la tabla 4.1 [14] y se representan en la Fig. 4.3.

Tabla 4.1 Resumen de las características del material para la generación de resonancias electromagnéticas en guías-onda recubiertas con películas delgadas (los subíndices representan el medio, siendo el 1 para el medio externo, el 2 la película delgada y el 3 el sustrato).

Resonancia	Permitividad	Índice de refracción ( $\forall n, k > 0$ )
LRSEP	$\varepsilon'_2 \approx 0$ $\varepsilon''_2 \gg 0$	$n_2 \approx k_2$ $n_2, k_2 \gg 0$
SPR	$\varepsilon'_2 < 0$ $ \varepsilon'_2  >  \varepsilon''_2 $ $ \varepsilon'_2  >  \varepsilon'_3 $	$k_2 > (\sqrt{2} + 1)n_2$ $k_2^2 - n_2^2 > 1.45^2$
LMR	$\varepsilon'_2 > 0$ $ \varepsilon'_2  >  \varepsilon''_2 $ $ \varepsilon'_2  >  \varepsilon'_3 $	$k_2 < (\sqrt{2} - 1)n_2$ $n_2^2 - k_2^2 > 1.45^2$



**Fig. 4.3** Representación en el plano  $n, k$  de las condiciones necesarias para la generación de resonancias electromagnéticas.

Continuando con las diferencias entre ambos tipos de resonancia cabe mencionar que, mientras los SPRs son generados únicamente por luz polarizada en modo transversal magnético (TM) [15], los LMRs ofrecen la posibilidad de observar este fenómeno en ambas polarizaciones, transversal eléctrica (TE) y TM [3]. Además, mientras los SPRs consisten en una única banda de atenuación que ocurre a una longitud de onda determinada para un espesor fijo del recubrimiento, los LMRs permiten la obtención de múltiples bandas de atenuación en distintas longitudes de onda para distintos espesores [12,18]. Sin embargo, la primera banda de atenuación obtenida presenta siempre la máxima sensibilidad a variaciones del material o del medio externo. Otra característica de los LMRs es que su sensibilidad es mayor cuanto mayor sea el índice del material que lo genera [13].

Una característica que hace que los LMRs aventajen a los SPRs en el ámbito de los sensores es la existencia de una mayor variedad de materiales capaces de generar LMRs, como, por ejemplo, óxido de indio y estaño (ITO) [4], óxido de indio ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) [12], óxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ) [18], PAH/PAA [19] o dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) [20] entre

otros. Estos materiales, además de generar el LMR, son sensibles a distintos parámetros, tales como índice de refracción externo [18], humedad [21], pH [19] o compuestos orgánicos volátiles (VOCs) [22]. También es posible superponer una capa sensible a aquella que genera el LMR, y utilizar este como plataforma para generar la banda de atenuación y poder medir en longitud de onda.

Otra de las diferencias importantes entre SPRs y LMRs, que es la que ha hecho que estos últimos se estén convirtiendo en una de las plataformas más prolíficas para la fabricación de sensores, es el ángulo de incidencia óptimo para el que cada tipo de resonancia presenta su máxima visibilidad. Los SPRs se obtienen, generalmente, para ángulos entre  $40^\circ$  y  $70^\circ$  [3]. Esto hace que una manera adecuada de observarlos sea mediante la configuración de Kretschman, que debido a su volumen resulta poco práctico a pesar de ofrecer mayores sensibilidades [16]. Sin embargo, el ángulo de incidencia necesario para la generación de los LMRs, cercano a los  $90^\circ$ , los hace adecuados para ser generados en fibra óptica [17,18].

Sin embargo, la fibra óptica está diseñada para que la transmisión de la luz no se vea afectada por el medio que la rodea. Para conseguir tal objetivo, el diseño busca que se produzca el fenómeno de reflexión interna total (TIR), dopando el núcleo para obtener un índice de refracción de valor ligeramente superior al del *cladding*. Entonces, para conseguir que la luz interactúe con el medio exterior, hay que recurrir a ciertas estrategias que, o bien extraigan la luz del núcleo, o bien disminuyan la distancia entre el núcleo y el medio a distancias menores que la profundidad de penetración (ver Fig. 4.4), expresada por la Ec. 4.5 [19]

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi \sqrt{n_1^2 \sin^2 \theta - n_2^2}} \quad (4.5)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz incidente,  $n_1$  es el índice de refracción del núcleo,  $n_2$  es el del *cladding* y  $\theta$  es el ángulo de incidencia en grados medido desde la normal en la interfaz entre núcleo y *cladding*.

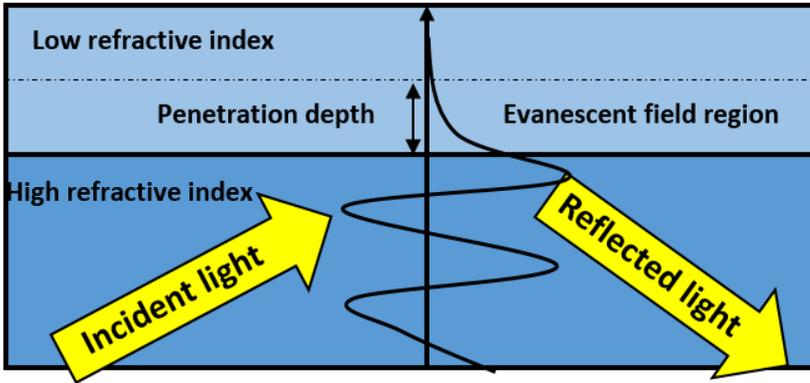


Fig. 4.4 Campo evanescente en la interfaz de dos medios con distinto índice de refracción.

En general, los primeros dispositivos basados en LMRs fueron desarrollados sobre fibra óptica multimodo de 225  $\mu\text{m}$  de diámetro con un núcleo de 200  $\mu\text{m}$  y con *cladding* de plástico [4,13,20–24]. Esta fibra permite retirar de manera sencilla el revestimiento de manera que se tiene acceso al núcleo de la fibra. Sin embargo, el hecho de trabajar con fibra MMF hace que la banda de atenuación tenga un gran ancho de banda [25], lo que empeora la resolución del sensor.

En estudios más recientes se demostró que los LMR podían ser generados sobre fibra óptica monomodo (SMF) estrechada (*tapers*) [26] y finalmente sobre SMF pulida lateralmente (*D-shape*) [6,27]. Tanto los *tapers* como las fibras *D-shape* no son fáciles de obtener y ambos tipos de fibra requieren equipamiento específico para su fabricación. En este capítulo se estudiará la posibilidad de trabajar con fibra monomodo mediante métodos más sencillos y asequibles. Además, se presentarán nuevas aplicaciones con los LMR como plataforma sensora.

## 4.2. Resonancias de modos con pérdidas en fibra óptica monomodo estrechada con ácido.

Como se ha comentado anteriormente, existen diversas estrategias para trabajar con SMF estándar y tener acceso al campo evanescente de la luz. Uno de estos métodos consiste en estrechar la fibra mediante la aplicación de calor, que puede ser generado por una llama [26] o por un arco eléctrico [28], de manera que la luz salga del núcleo y pase a ser guiada por el *cladding*. Así, el recubrimiento pasa a ser el nuevo *cladding* de la nueva sección que se comporta como una fibra multimodo [28]. Si variaciones en el medio exterior consiguieran modificar el índice o el espesor del recubrimiento, esto afectaría a las condiciones de propagación de la luz, haciendo posible la medición de dichas variaciones del medio. Sin embargo, para la generación de LMRs en *tapers* estos deben ser adiabáticos [26], es decir, sin pérdidas de energía, lo cual requiere un cuidadoso proceso de fabricación en condiciones controladas.

Para mantener la propagación monomodo, la estrategia usada es la utilización de fibra pulida lateralmente o *D-shape fiber*, donde una zona del *cladding* es eliminada mediante abrasión. El pulido de cualquier guía-onda óptica es un proceso extremadamente delicado, ya que cualquier tipo de preferencia en la dirección del pulido puede generar surcos que afectarían a la propagación, sobretudo mediante el fenómeno conocido como *scattering*.

Por todas las razones expuestas anteriormente se plantea el ataque con ácido fluorhídrico para la reducción del diámetro de la SMF [29,30], de manera que se pueda acceder al campo evanescente de la luz, como estructura para la generación de LMRs. Esta estructura no afecta al núcleo de la fibra por lo que se mantiene la propagación monomodo, lo que resulta determinante para obtener la mínima anchura espectral al trabajar con este tipo de resonancias.

### 4.2.1. Fabricación del dispositivo

Para la fabricación de un dispositivo basado en LMRs sobre fibra estrechada químicamente con ácido fluorhídrico hay que seguir una serie de pasos. En primer lugar, se debe acceder al campo evanescente mediante la reducción del *cladding* y posteriormente se debe recubrir la fibra resultante con el material adecuado.

#### 4.2.1.1. Ataque químico con ácido fluorhídrico

Para el ataque químico con ácido se utiliza ácido fluorhídrico (HF) diluido en agua al 40%. En primer lugar se retiraron 5 mm del buffer de la SMF y entonces se sumergió en HF. Cuando el diámetro alcanzó 60  $\mu\text{m}$ , la fibra se lavó en agua. Posteriormente se sumergió en HF al 20%, para tener un mayor control del proceso, hasta que el diámetro llegó a 19  $\mu\text{m}$ . Finalmente, se lavó otra vez con agua para retirar completamente el ácido y se pegó a un soporte en forma de “U”. La fibra resultante, *cladding-etched single mode fiber* (CE-SMF), se muestra en la Fig. 4.5.

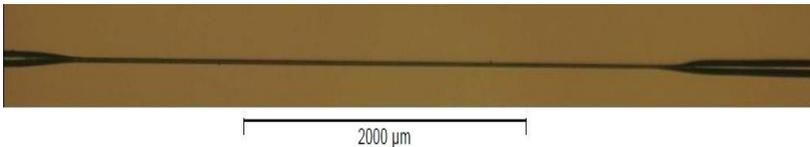


Fig. 4.5 Fibra óptica monomodo estrechada con ácido (CE-SMF).

#### 4.2.1.2. Recubrimiento mediante sputtering

La CE-SMF se introdujo en la cámara de vacío de un sistema para recubrimientos por *sputtering* por corriente continua (Quorum K750X) o pulsada (ND-S de Nadetech Innovations S.L.). Allí se recubrió con óxido de estaño. Para la fabricación de refractómetros se utilizó la K750X a 90 mA y 9 Pa con argón como gas de proceso. El espesor estimado del recubrimiento fue de 330 nm para una duración del proceso de 180 segundos. Para la fabricación del sensor de humedad se utilizó la ND-S, que permitía la monitorización del proceso,

asegurando así la obtención del primer LMR en aire. Los parámetros utilizados fueron 180 mA y 0,9 Pa utilizando también argón como gas de proceso. El espesor obtenido en este caso fue de 140 nm.

#### 4.2.2. Montaje experimental

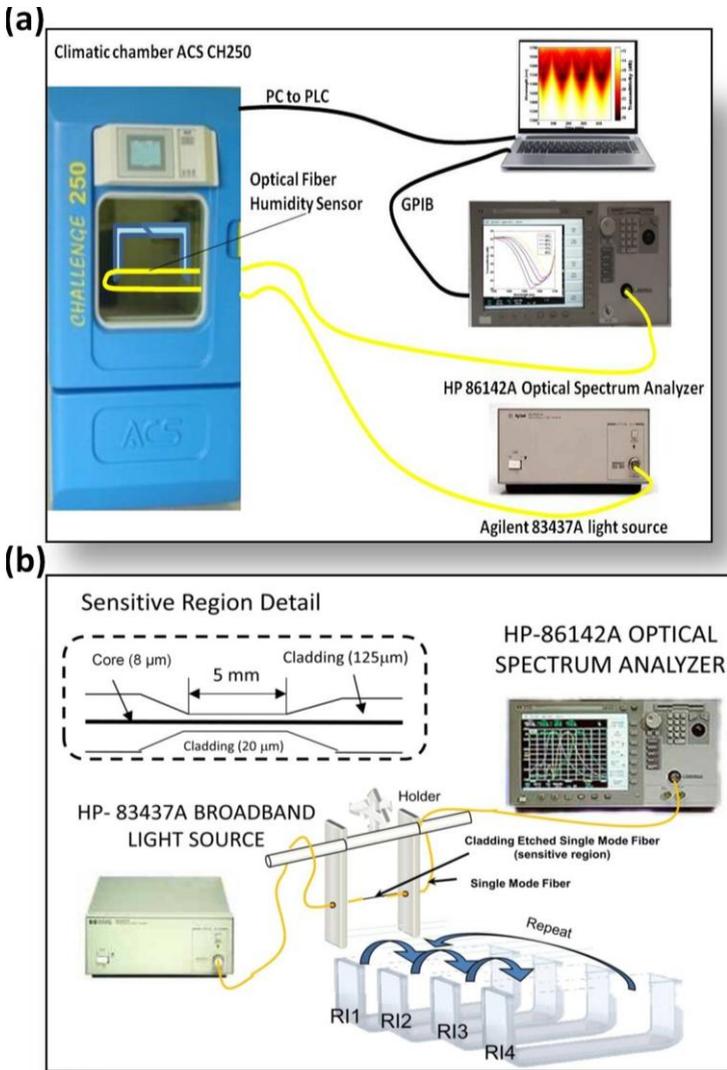
Una vez que se obtuvo la fibra pegada al soporte y recubierta con el material se le empalmaron dos latiguillos de fibra monomodo con conectores SMA. Estos latiguillos son los que se conectarán a una fuente de luz SLED (*HP-83437A*), que consta de cuatro diodos superluminiscentes que emiten a 1200, 1310, 1400 y 1550 nm, y a un analizador de espectros (*HP-86142A*).

Para la caracterización como refractómetro, la fibra se sumerge en distintas disoluciones de glicerina en agua, mientras que para la caracterización como sensor de humedad se usa una cámara climática (Angelantoni *ACS CH 250*). Los montajes experimentales se muestran en la Fig. 4.6.

#### 4.3. Análisis teórico

En primer lugar se mostrarán algunos resultados, obtenidos mediante simulaciones, que ayudaron en el diseño y en la optimización de esta estructura. Estas simulaciones fueron realizadas mediante Fimmwave®, que es un software de análisis numérico para el cálculo vectorial de propagación de modos.

Las simulaciones se hicieron despreciando la dispersión del índice del material, que es mínima en el rango de longitudes de onda de trabajo y no influye de manera decisiva en el comportamiento de los dispositivos. A continuación, en la Fig. 4.7, se muestra el índice de refracción del material ( $\text{SnO}_2$ ) obtenido mediante elipsometría (Horiba *UVISEL-2*). Existen una serie de factores estudiados previamente. Entre ellos, uno de los más influyentes es el índice de refracción del recubrimiento. Cuanto mayor sea este, mayor será la sensibilidad del dispositivo [31]. Por otro lado, la longitud de la sección recubierta solo influye en la amplitud de la resonancia, mientras se mantiene la forma de la resonancia.



**Fig. 4.6** Montaje experimental para la caracterización como (a) sensor de humedad y (b) refractómetro.

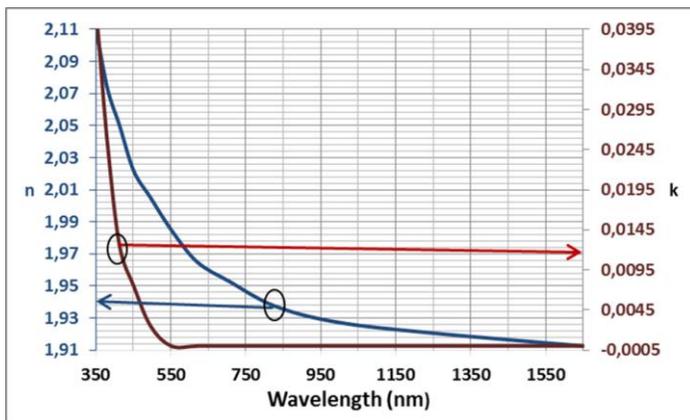


Fig. 4.7 Índice de refracción del  $\text{SnO}_2$  depositado con la ND-S obtenido por elipsometría.

#### 4.3.1. Influencia del diámetro de la fibra y de las variaciones del índice del recubrimiento.

El primer factor que se analizará es el diámetro de la fibra ya que, como se ha comentado anteriormente, el recubrimiento debe interactuar con el campo evanescente de manera que se puedan cumplir las condiciones para la generación del LMR. A la vez que se estudia cuál es el diámetro mínimo necesario, se observará que efecto provoca en el LMR una variación del índice del recubrimiento. Los resultados obtenidos se muestran en la Fig. 4.8.

En la figura puede verse claramente como la amplitud de la resonancia aumenta según disminuye el diámetro total de la fibra, pero este no afecta a la sensibilidad. Este método permitirá, por tanto, adecuar las pérdidas en función de la potencia disponible y de la sensibilidad del analizador de espectros. Para ver con mayor claridad se presenta la siguiente figura, Fig. 4.9.

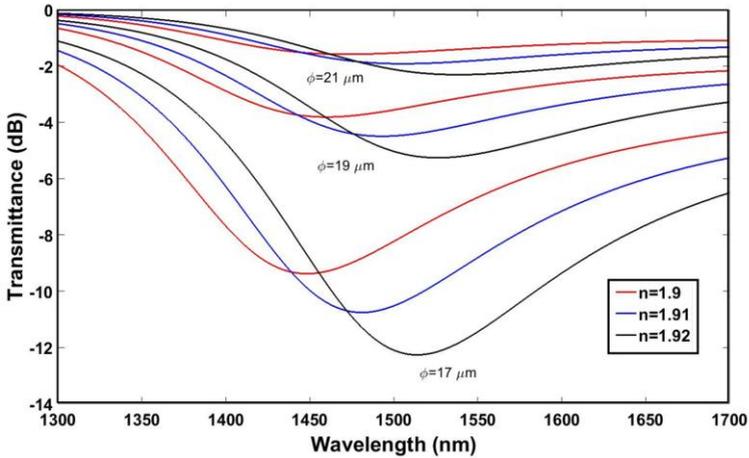


Fig. 4.8 Simulación del comportamiento del dispositivo con un recubrimiento de 140 nm e incrementos en el índice de refracción del material.

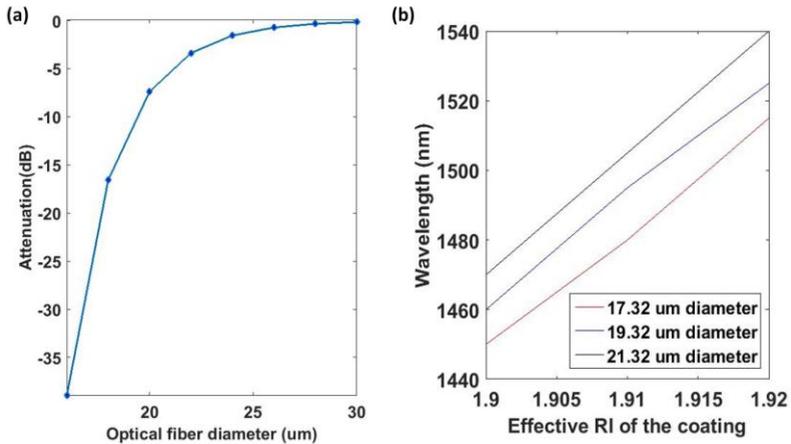


Fig. 4.9 (a) Atenuación en función del diámetro para 280 nm de  $\text{SnO}_2$ . (b) Longitud de onda frente a índice de refracción del material para distintos diámetros.

### 4.3.2. Espesor del recubrimiento.

A continuación se estudiará la influencia del espesor del recubrimiento en la sensibilidad mediante cambios del índice efectivo del recubrimiento. En esta simulación se ha realizado un barrido del espesor desde 140 nm hasta 300 nm para tres valores de diámetro de la fibra (8,6, 9,6 y 10,6  $\mu\text{m}$ ). Los resultados, que se representan en la Fig. 4.10, muestran que según aumenta el orden del LMR su sensibilidad es menor. Sin embargo, la sensibilidad de un LMR aumenta si está situado a longitudes de onda mayores, lo cual se consigue aumentando ligeramente el espesor. También se vuelve a confirmar que el diámetro no tiene ninguna influencia en la sensibilidad.

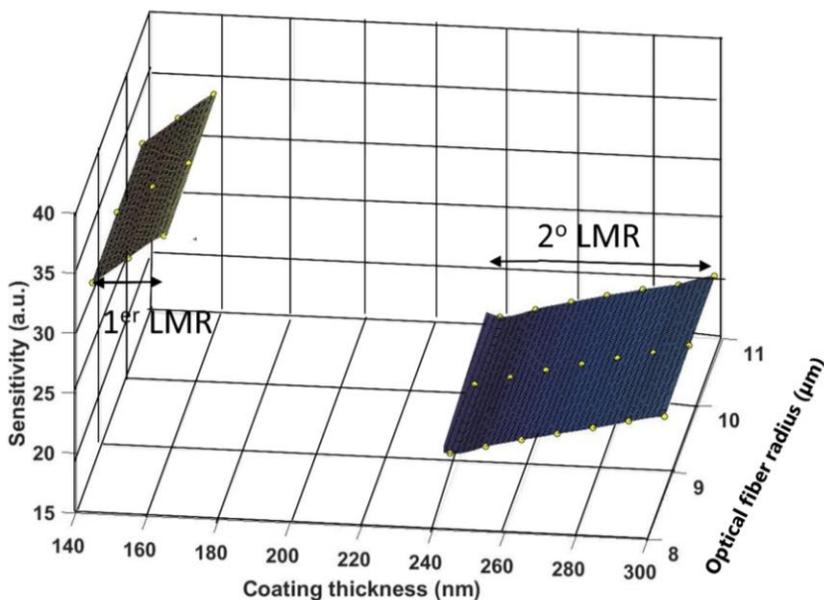


Fig. 4.10 Representación de la sensibilidad del dispositivo, obtenida por simulación, como función del espesor del recubrimiento, para tres diámetros de fibra diferentes.

Por lo tanto, ya es posible extraer ciertas reglas para el diseño y optimización de esta estructura. Es recomendable reducir el diámetro hasta llegar a valores que se encuentren entre 17 y 20  $\mu\text{m}$ . Por otro lado, el espesor óptimo para el sensor de humedad es de unos 150 nm, mientras que para el refractómetro sería de unos 80 nm [34].

### 4.3.3. Índice de refracción exterior.

El último parámetro analizado teóricamente es el índice de refracción exterior. Esto es útil porque proporciona una idea de la sensibilidad del dispositivo y permite su comparación con otras estructuras. En este caso se han simulado dos dispositivos de 17  $\mu\text{m}$  de diámetro, el primero con un recubrimiento de espesor 80 nm, correspondiente al primer LMR, y el segundo con 160 nm, que corresponde al segundo LMR. Los resultados se muestran en la Fig. 4.11.

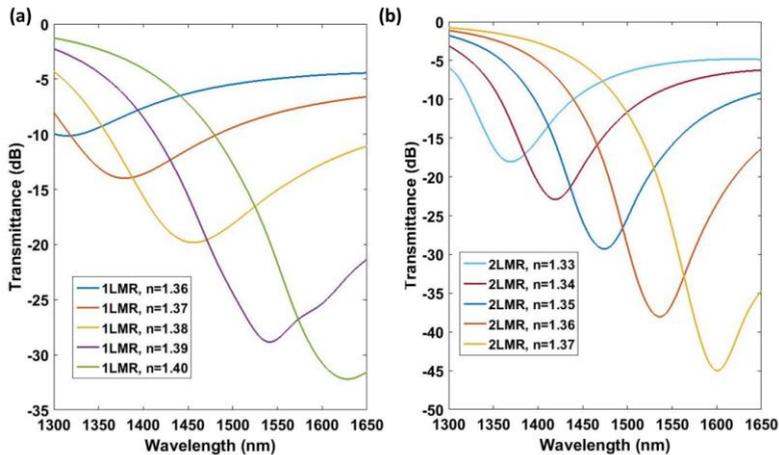


Fig. 4.11 Espectros ópticos simulados con el dispositivo sumergido en distintos índices de refracción para (a) el primer LMR y (b) segundo LMR.

Es posible observar que, para los dos espesores estudiados, el LMR se comporta de manera similar. Al incrementar el índice de refracción externo el LMR se desplaza hacia longitudes de onda mayores y se

produce un incremento de la amplitud de la resonancia. La sensibilidad es mayor para el primer LMR, de mayor anchura espectral y menor amplitud que el segundo LMR, y la comparativa entre ambos puede verse en la Fig. 4.12. Ambos presentan un comportamiento lineal en el rango de índice externo estudiado, siendo la sensibilidad del primer LMR de 7920 nm/RIU y la del segundo 5811 nm/RIU.

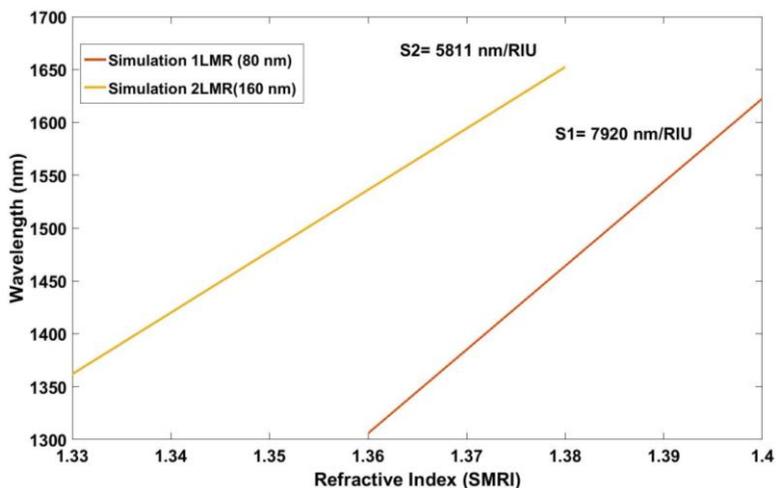
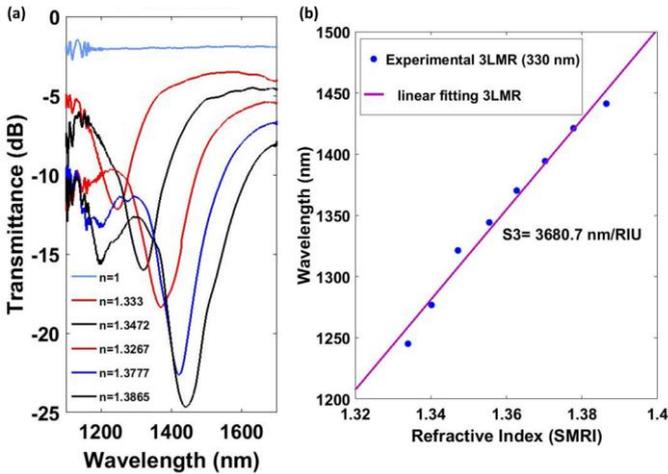


Fig. 4.12 Espectros ópticos simulados con el dispositivo sumergido en distintos índices de refracción para (a) el primer LMR y (b) y segundo LMR.

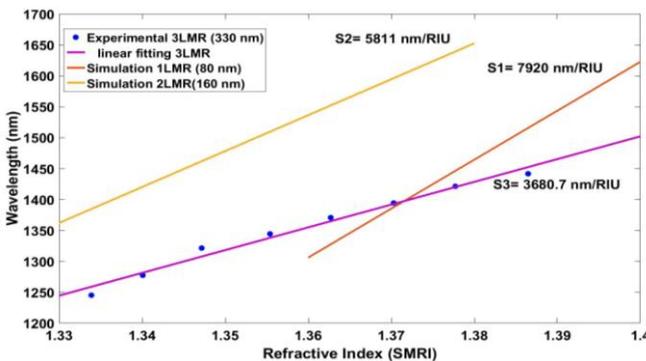
#### 4.4. Estudio experimental como refractómetro.

La caracterización como refractómetro de los sensores basados en LMRs es el primer paso antes de usarla como plataforma para otro tipo de sensores. Aquí se van a discutir el resultado experimental correspondiente al tercer LMR. En la Fig. 4.13 se muestran los espectros obtenidos experimentalmente, así como la caracterización de la longitud de onda de la resonancia frente al índice externo. El LMR se generó sobre una fibra de diámetro 19  $\mu\text{m}$  recubierta con 330 nm de  $\text{SnO}_2$ .



**Fig. 4.13** (a) Espectros ópticos transmitidos con el dispositivo sumergido en distintos índices de refracción para el tercer LMR obtenido experimentalmente y (b) caracterización de la longitud de onda de la resonancia frente al índice de refracción externo.

En la figura previa se puede ver cómo el LMR sigue el mismo comportamiento que el predicho por las simulaciones. Sin embargo, el desplazamiento es menor ya que nos encontramos trabajando con el tercer LMR. A continuación se realizará una comparativa (ver Fig. 4.14) de las distintas sensibilidades obtenidas.



**Fig. 4.14** Sensibilidades de los distintos LMR al índice de refracción externo.

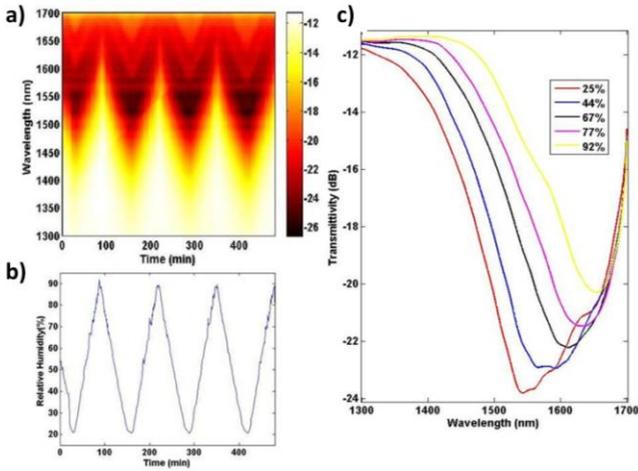
Teóricamente, el primer LMR ofrece sensibilidades próximas a 8000, mientras que la sensibilidad del segundo LMR se ve reducida a valores cercanos a 5800 nm. Finalmente, para el tercer LMR se obtuvo experimentalmente una sensibilidad de 3680 nm/RIU. Para todos los casos puede concluirse que la respuesta es lineal en el rango de índices de refracción estudiados. De cualquier manera, estas sensibilidades compiten con las obtenidas mediante dispositivos basados en SPRs [36] y son notablemente mayores que las de muchas otras estructuras como LPGs [37], monomodo-multimodo-monomodo (SMS) [38] o fibras de cristal fotónico [39].

#### **4.5. Sensor de humedad relativa.**

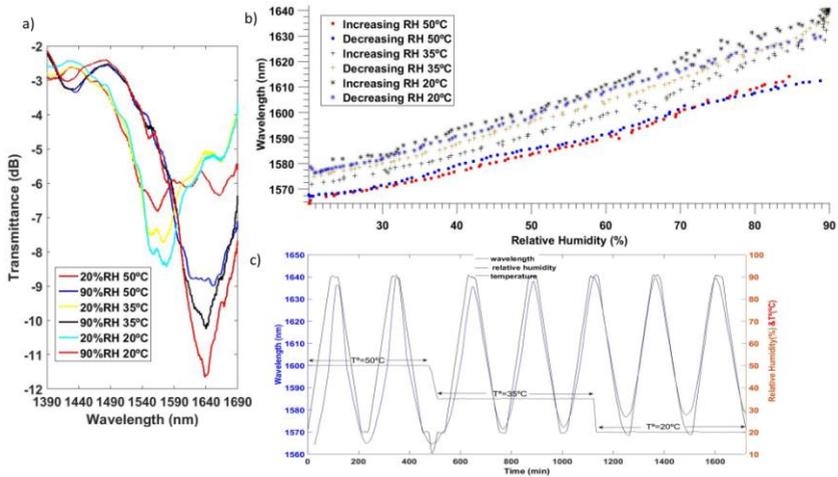
Para la caracterización de esta estructura como sensor de humedad se utilizó el montaje explicado anteriormente (ver Fig. 4.6 (a)). En la cámara climática se llevaron a cabo varios experimentos. En primer lugar, se caracterizó el dispositivo frente a la humedad relativa (HR). Para ello se realizaron varios ciclos donde se modificaba el valor de la HR desde 20%HR a 90%HR, con una pendiente de 1,16%HR/min, mientras la temperatura permanecía constante a 25°C. Los resultados experimentales se muestran a continuación, en la Fig. 4.15.

De los gráficos representados en la Fig. 4.15 se extrae que el LMR se desplaza de 1525 a 1650 nm cuando la humedad varía de 20 a 90%HR. Por lo tanto, este desplazamiento de 125 nm, se corresponde con una sensibilidad de 1,8 nm/%HR. El comportamiento de este dispositivo es lineal y repetitivo, como se verá a continuación.

El siguiente experimento se realizó para comprobar cómo la temperatura afectaba a la sensibilidad. Para ello, se repitió la prueba anterior a diferentes temperaturas, concretamente a 20, 35 y 50°C, y los resultados se exponen en la Fig. 4.16.



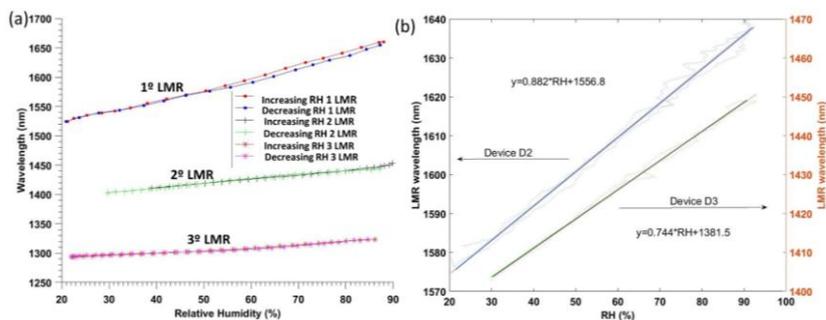
**Fig. 4.15** (a) Evolución del espectro óptico transmitido en el tiempo para (b) distintos ciclos de humedad relativa y (c) espectros para valores concretos de humedad (25, 44, 67, 77 y 92%HR)



**Fig. 4.16** (a) Espectro óptico transmitido a 20 y 90%HR para las tres temperaturas 20, 35 y 50°C, (b) longitud de onda del LMR en función de la HR para las tres temperaturas y (c) evolución de la longitud de onda, la HR y la temperatura en función del tiempo.

De este experimento, se pudo concluir que la sensibilidad no se ve prácticamente afectada por la temperatura, aunque sí la forma de la resonancia. El hecho de aumentar la temperatura disminuye la amplitud de la resonancia y, en particular, empeora la forma, haciendo más difícil distinguir la longitud de onda del LMR. La deformación de la resonancia puede deberse a algún tipo de variación morfológica del recubrimiento, que conduzca a una disminución del índice efectivo del recubrimiento, ya que también se observa una tendencia del LMR a situarse en longitudes de onda menores.

En último lugar se muestra la caracterización del primer, segundo y tercer LMR, así como una gráfica comparativa entre el LMR de orden 2 situado a dos longitudes de onda distintas. Estas gráficas, que se pueden observar en la Fig. 4.17, corroboran todos los resultados previamente obtenidos en las simulaciones. El primer LMR presenta la mayor sensibilidad, concretamente 1,9 nm/%HR, y un mismo LMR aumenta su sensibilidad si se sitúa a la mayor longitud de onda posible.



**Fig. 4.17** (a) Caracterización del primer y segundo LMR y (b) comparativa entre un mismo LMR situado a dos longitudes de onda distintas.

Otros parámetros que fueron caracterizados y que deben ser mencionados son el tiempo de respuesta y la sensibilidad a la temperatura. Esta última es de 0.066 nm/°C, por lo que la sensibilidad cruzada es de solo 0.08 %RH/°C. En cuanto al tiempo de respuesta,

este dispositivo presenta un tiempo de subida de 1.52 segundos y tiempos de bajada similares. Sus tiempos de respuesta son, en general, menores que los de sensores disponibles comercialmente, como por ejemplo los de tipo capacitivo.

#### **4.6. Dispositivos eléctricamente sintonizables.**

La aplicación explicada aquí, y que no se había explorado anteriormente, es el uso del LMR en filtros sintonizables eléctricamente. Los moduladores comerciales están generalmente contruidos como interferómetros Mach-Zehnder y utilizan materiales como el niobato de litio ( $\text{LiNbO}_3$ ) para uno de los brazos del interferómetro [40]. Sin embargo, sí que se había analizado previamente la opción de fabricar moduladores electro-ópticos sobre fibra utilizando estructuras como LPGs o FBGs [41,42].

Ciertos materiales que poseen gran capacidad para modular eléctricamente la luz, requieren un grado de cristalización con el que, dados los medios de producción disponibles, resulta complicado depositarlos posteriormente sobre fibra. Por ello se eligió otro tipo de materiales, el fluoruro de polivinilideno (PVdF), uno de los más conocidos y asequibles materiales piezoeléctricos, con menor capacidad de modulación y peores características ópticas, pero más fácilmente manejable para el ámbito de aplicación [43].

El PVdF es un polímero termoplástico altamente inerte químicamente. Presenta buena resistencia a las altas temperaturas, al envejecimiento y a los rayos ultravioleta. El PVdF presenta propiedades piezoeléctricas, piroeléctricas y electro-ópticas [44]. Concretamente la piezoelectricidad del PVdF fue observada en 1969 [45], con un coeficiente piezoeléctrico de 6,7 pC/N, que aumenta en un factor de diez veces lo observado en cualquier otro polímero. Para dar al material sus características piezoeléctricas, se estira mecánicamente para orientar las cadenas moleculares y después se polariza bajo campo eléctrico. El PVdF puede presentarse en distintas fases:  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$ . Cuando se polariza, el PVdF es un polímero ferroeléctrico, exhibiendo buenas características piezoeléctricas y

piezoeléctricas [46]. Los materiales procesados están típicamente en la fase alfa no-piezoeléctrica. El material se debe estirar o recocer para obtener la fase beta piezoeléctrica. La excepción a esto son las películas finas de PVDF (grosor del orden de micrómetros). Las tensiones residuales entre las películas finas y los substratos en los cuales se procesan son suficientes para que la película se encuentre en la fase beta. Para obtener una respuesta piezoeléctrica, el material debe ser sometido previamente a un campo eléctrico grande. La polarización del material requiere típicamente la aplicación de un campo externo de 30 MV/m. Las películas con espesores superiores a 100  $\mu\text{m}$  se deben calentar entre 70 y 100  $^{\circ}\text{C}$  durante el proceso de polarización para alcanzar una respuesta piezoeléctrica adecuada [47].

Recurrir a un material piezoeléctrico no implica que los cambios inducidos por el campo eléctrico vayan a producirse por cambios en el espesor del material. De hecho, debido al espesor del recubrimiento, que supera la profundidad de penetración, esos cambios son prácticamente despreciables [48] y la modulación viene descrita principalmente por el efecto Pockels [49] y por el efecto Kerr [43,50,51], expresados de manera simplificada por la Ec. 4.6 [52] y por la Ec. 4.7 [53]

$$\Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_i = \sum_j r_{ij} E_j \quad (4.6)$$

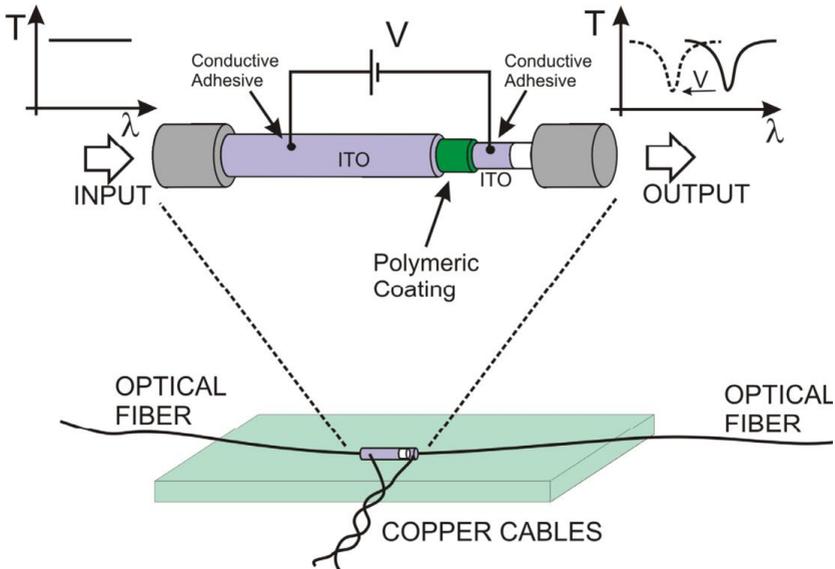
$$\Delta n = n_e - n_o = \lambda K E^2 \quad (4.7)$$

donde  $n$  es el índice de refracción,  $r_{ij}$  es el elemento  $ij$ -ésimo del tensor lineal electro-óptico,  $\Delta n$  es la birrefringencia inducida,  $n_o$  y  $n_e$  son los índices de refracción ordinario y extraordinario,  $K$  es la constante de Kerr,  $\lambda$  la longitud de onda y  $E$  el campo eléctrico.

#### 4.6.1. Fabricación del dispositivo

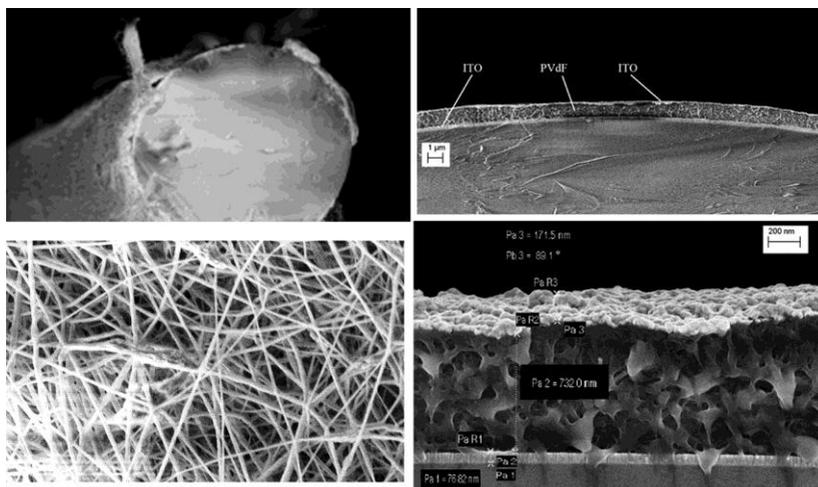
Este filtro consta de una estructura multicapa que consiste en recubrir la fibra con una primera capa metálica, concretamente de ITO, depositada mediante *sputtering*, después una capa de PVdF y una tercera capa de ITO. La fibra utilizada fue fibra multimodo de

diámetro 225/200  $\mu\text{m}$  *cladding/core* con *cladding* de plástico, que ofrece una mayor robustez que la fibra estrechada mediante ataque químico con ácido. La primera capa de ITO genera el LMR a la vez que actúa como electrodo interior. El material que producirá la modulación por campo eléctrico es el PVdF. La tercera capa de ITO no tiene otra función que actuar como electrodo exterior. En la Fig. 4.18 se muestra un esquema del dispositivo.



**Fig. 4.18** Esquema del dispositivo fabricado

El PVdF se depositaba en la fibra mediante un método conocido como *electro-spinning*, pero posteriormente se cambió por el de *dip-coating* con un paso intermedio de lavados en el propio disolvente del PVdF, lo que permitía un mayor control del espesor depositado así como una mayor homogeneidad del recubrimiento. Las diferencias en el recubrimiento según el método utilizado se pueden observar en la Fig. 4.19.



**Fig. 4.19** Fotos SEM del recubrimiento de PVdF depositado por electro-spinning (izquierda) y por dip-coating (derecha).

El método de *electro-spinning* no permite un control directo del espesor depositado. Los parámetros que se pueden modificar en esta técnica son el volumen depositado, el caudal, la tensión y la distancia, así como la viscosidad y densidad del polímero ajustando las cantidades de soluto y disolvente. Para el *electro-spinning* el PVdF se disolvió en N,N-dimetilformamida (DMF) y acetona al (90:10) al 15% en peso. El dispositivo D0 fue construido utilizando una tensión de 18 kV a una distancia de 15 cm y con un caudal de 10  $\mu\text{l}/\text{min}$ . Con estos parámetros el espesor de PVdF obtenido fue de 750 nm (la capa interior de ITO era de 85 nm). Para el *dip-coating* se respetaron las proporciones de disolventes, pero el PVdF se encontraba al 5% en peso. Este proceso era más repetitivo que el anterior y proporcionaba un mayor control del espesor, por lo que se fabricaron tres dispositivos diferentes (D1, D2 y D3) para poder realizar una comparativa, cuyas características se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2 Parámetros de fabricación y espesores de las capas de los dispositivos desarrollados (tiempos de *sputtering* (ST) en segundos y espesores (LT) en nm).

	Layers					
	Inner ITO layer		PVdF layer		Outer ITO layer	
	Thickness (nm)	Time(s)	Thickness (nm)	Dips	Thickness (nm)	Time(s)
<b>D1</b>	120	240	325	10	120	240
<b>D2</b>	77	150	732	25	120	240
<b>D3</b>	120	240	1200	50	120	240

### 4.6.2. Montaje experimental

El montaje experimental es un montaje en transmisión que, básicamente, consta de una fuente de luz blanca halógena (QTH de AlphaBright) y un espectrómetro (HR-4000 de Ocean Optics) con rango en el visible e infrarrojo cercano (400-900 nm). Para la aplicación del voltaje se utilizó una fuente de tensión continua (Agilent-HP 6015A) cuya salida iba también conectada a un adquirente de datos (Agilent 34970A), de manera que los datos sobre los espectros ópticos y la tensión aplicada fueron recolectados al mismo tiempo. Este montaje puede observarse en la Fig. 4.20.

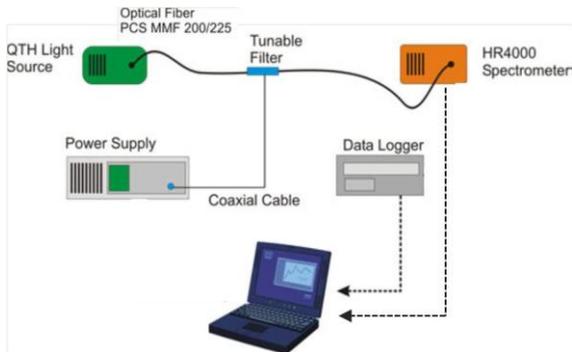
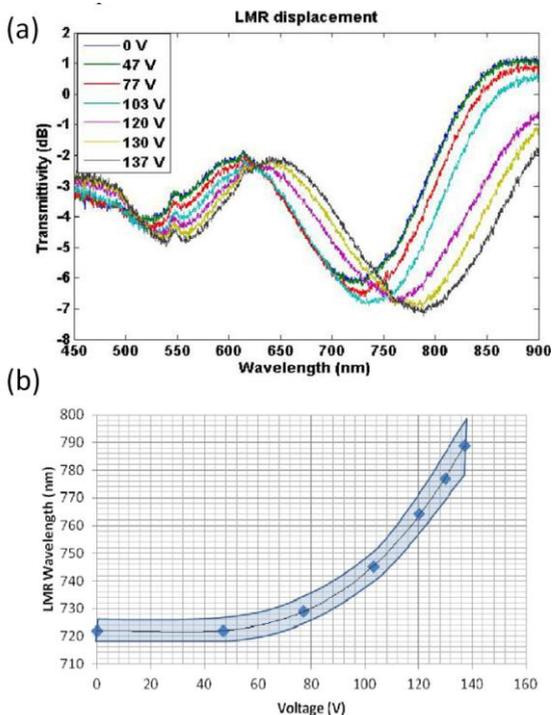


Fig. 4.20 Montaje experimental para la adquisición de los datos para la caracterización del dispositivo.

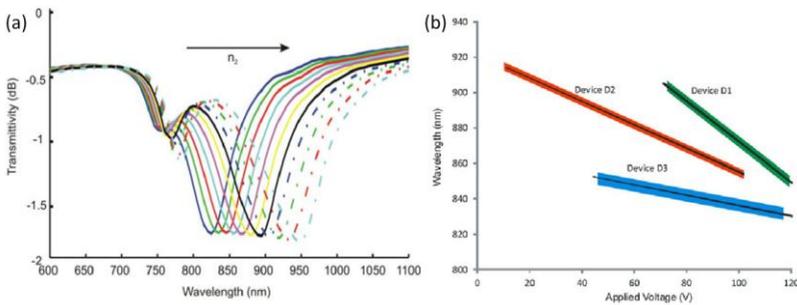
### 4.6.3. Resultados

En primer lugar se muestran los resultados obtenidos mediante los dispositivos construidos por *electro-spinning* (ver Fig. 4.21). El comportamiento del dispositivo es claramente no lineal. Además, el desplazamiento del LMR es independiente de la polaridad de la tensión aplicada, es decir, si aumenta la tensión, el LMR se mueve hacia longitudes de onda mayores siempre. La sensibilidad obtenida es de 1 nm/V para tensiones mayores que 100 V y prácticamente nula cuando la tensión es inferior a 50 V.



**Fig. 4.21** (a) Espectros para distintos valores de tensión, (b) longitud de onda del LMR en función de la tensión.

A pesar de estos prometedores resultados, el *electro-spinning* no resultó ser un método de fabricación excesivamente repetitivo y además presentaba ciertos problemas relacionados con la continuidad del recubrimiento, lo cual no es recomendable cuando se está aplicando un voltaje. Es por ello por lo que se decidió probar otro método —el *dip-coating*— que ofreciera mayores garantías de aislamiento entre los electrodos. Sin embargo, el PVdF generaba ciertos problemas para esta técnica debido, probablemente, a su viscosidad. Se optó por introducir un paso consistente en lavar la fibra recubierta en acetona, que es uno de los disolventes del PVdF. Así se conseguía un recubrimiento homogéneo a la vez que se controlaba el espesor. En la Fig. 4.22 se muestran los resultados que se obtuvieron mediante este tipo de recubrimientos para los distintos dispositivos recogidos en la Tabla 4.2.



**Fig. 4.22** (a) Espectros simulados para un dispositivo con 80 nm de ITO y cambios en el índice de refracción del PVdF desde 1.36 a 1.38, (b) longitud de onda del LMR en función de la tensión aplicada para los tres dispositivos fabricados por *dip-coating*.

En la figura previa puede observarse que el dispositivo D1 presenta la mejor sensibilidad, 1,2 nm/V, seguido por los dispositivos D2 y D3 con sensibilidades de 0,675 nm/V y 0,3 nm/V. Esto corrobora que la sensibilidad depende del espesor de la capa del material electro-óptico, porque capas más finas estarán expuestas a mayores campos eléctricos para los mismos valores de tensión.

Por otro lado, comparando el dispositivo desarrollado por *electro-spinning* (D0) con el D2, que tienen similares espesores de capa, el D0 resultó ser más sensible. Esta mayor sensibilidad puede explicarse por la morfología del recubrimiento que depende del método de deposición. También el hecho de que uno se comporte de manera lineal y el otro presente una tendencia cuadrática puede explicarse por la técnica utilizada.

Cuando el PVdF se deposita por *electro-spinning*, el recubrimiento no es compacto, y al comprimirse la capa esta aumenta su índice de refracción efectivo, al sustituir esos huecos por material. Sin embargo, en el PVdF depositado por *dip-coating* los cambios de espesor no son los que producen predominantemente el cambio de índice efectivo, sino que es el efecto Pockels el que predomina, como puede deducirse del comportamiento lineal del dispositivo.

## **4.7. Aplicación de los LMRs como sensores de campo magnético**

### **4.7.1. Introducción**

Otra aplicación de los LMRs que no se había explorado anteriormente es su uso para la medición de campos magnéticos. Hay dos conocidos efectos magneto-ópticos que son el efecto Kerr magnético (MOKE) y la rotación de Faraday.

El MOKE describe el cambio de estado de polarización de la luz cuando esta se refleja en un medio magnetizado. La rotación de Faraday se refiere a los cambios en el plano de polarización de la luz cuando esta atraviesa un campo magnético. La principal diferencia entre estos efectos es que el MOKE necesita una superficie magnetizada donde la luz pueda reflejarse, mientras que para la rotación de Faraday la luz debe atravesar el medio, que no necesita ser ferromagnético, donde se aplica el campo magnético [54]. La rotación de Faraday depende de la constante Verdet del medio, que es fuertemente dependiente de la longitud de onda, de la longitud del medio donde se aplica el campo magnético y, obviamente, de la

densidad de flujo magnético en la dirección de propagación de la luz [55].

Sin embargo, hay otros efectos ampliamente estudiados para el desarrollo de sensores de fibra óptica para campo magnético. Estos efectos son el efecto magnetostrictivo [56], similar al efecto piezoeléctrico, y el magneto-refractivo, que se refiere a cambios en el índice de refracción de un material cuando se ve sometido a un campo magnético. Un ejemplo claro de este efecto se puede ver en los fluidos magnéticos [57], que son dispersiones de nanopartículas magnéticas.

#### 4.7.2. Resultados experimentales

Para el desarrollo de sensores de fibra óptica basados en LMR para la medición de campo magnético se decidió utilizar el efecto magnetostrictivo. Se seleccionó como material para los recubrimientos una aleación de cobalto-níquel (60:40) que presenta un comportamiento magnetostrictivo [58]. La idea inicial era utilizar el LMR como plataforma sensora y añadirle la capa de material sensible al campo magnético. Sin embargo, en pruebas previas se comprobó que esta aleación generaba LMRs [59]. Se midió su índice de refracción por elipsometría para corroborar este punto y los resultados se muestran a continuación en la Fig. 4.23.

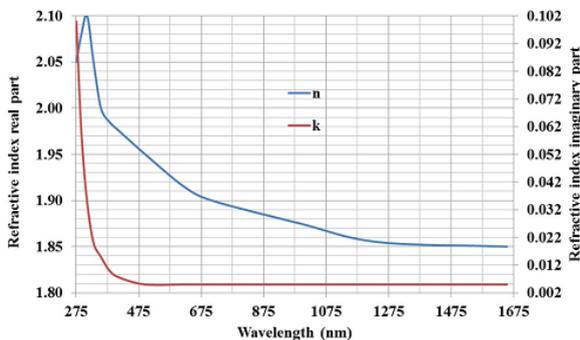


Fig. 4.23 Parte real y parte imaginaria del índice de refracción de la aleación Co-Ni depositada por *sputtering*.

Por otro lado, la monitorización del proceso de deposición mediante *sputtering* es extremadamente útil a la hora de corroborar la generación de resonancias y posteriormente fabricar dispositivos en los que se pueda asegurar que se está trabajando con el primer LMR. Además, la monitorización óptica corrobora los datos obtenidos mediante otros dispositivos, como la micro-balanza de cristal de cuarzo (QCM). Como muestra, en la Fig. 4.24 se presenta la monitorización del proceso de fabricación hasta el tercer LMR.

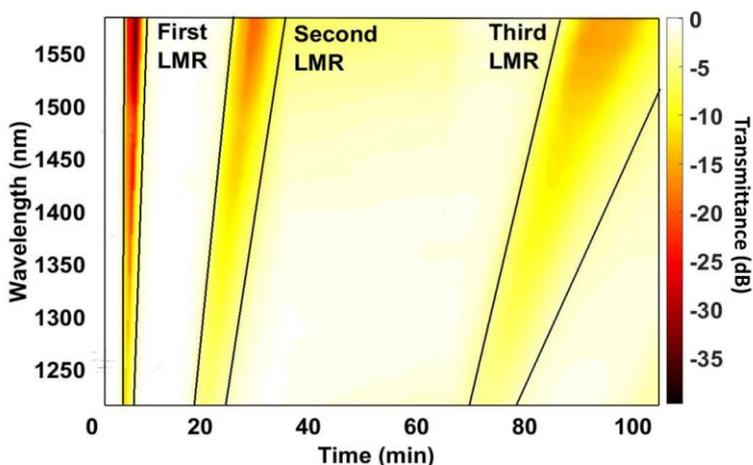
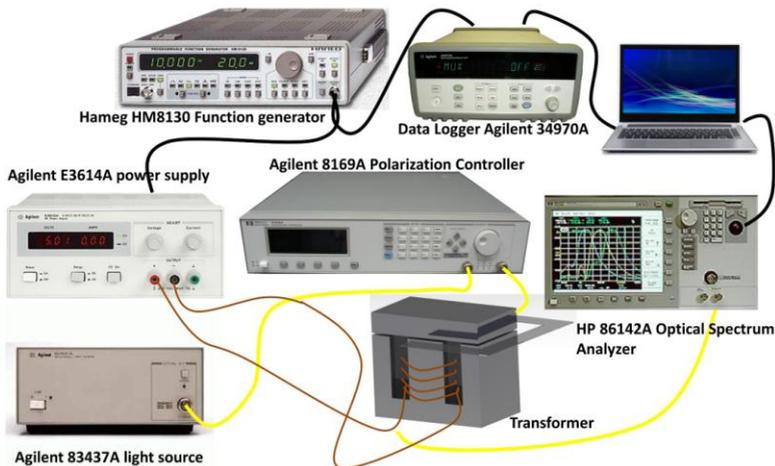


Fig. 4.24 Evolución del espectro óptico transmitido durante la deposición de Co-Ni por *sputtering*.

Como puede observarse en la figura anterior, el proceso de deposición por *sputtering* para este material se alarga hasta los 100 minutos para llegar a obtener el tercer LMR. Los demás parámetros del proceso son 40 mA y 40 Pa. El hecho de tener que depositar a corrientes bajas y presiones altas vino causado por el espesor del *target*. Cuando el cátodo del *sputtering* es del tipo conocido como *magnetron*, este utiliza campos magnéticos para hacer más eficiente el proceso. Cuando se intenta depositar un material magnético, este campo magnético encuentra menor reluctancia por el *target*, y de esta manera no logra ejercer su función, que es redirigir los cationes del

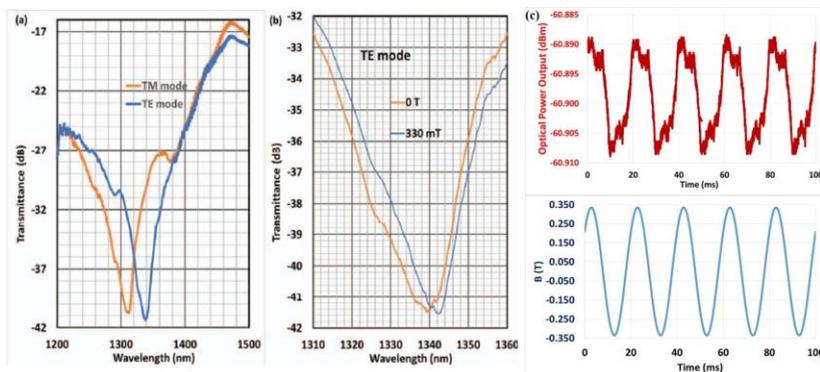
gas ionizado hacia el *target* otra vez de manera que golpeen otra vez al material. En cuanto al estudio de la respuesta de este tipo de dispositivos al campo magnético, este se realizó utilizando el montaje de la Fig. 4.25.



**Fig. 4.25** Montaje experimental para la caracterización del sensor de campo magnético

Se utilizó un montaje en transmisión, con los componentes ópticos mencionados en la sección 4.2.2, a los que se añadió un depolarizador y un controlador de la polarización. Esto se debió al hecho de que la fibra utilizada (*taper* recubierto por un solo lado) era sensible a la polarización [60], lo que posibilitaba separar las componentes TE y TM del LMR, como se muestra en la Fig. 4.26 (a). En cuanto a la generación del campo magnético, se utilizó un transformador de láminas de tipo “EI”. La bobina de este transformador era alimentada por una fuente de corriente (Agilent E3614A) controlada por un generador de funciones (Hameg 8130) cuya salida era adquirida por el *data logger* (Agilent 34970A). La fibra se colocaba en el entrehierro del pilar central del transformador, donde se genera un campo magnético uniforme. Se realizaron medidas con campos magnéticos continuos (Fig. 4.26 (b)) y con campos magnéticos alternos a 50 Hz

(ver Fig. 4.26 (c)). Para medir en alterna fue necesario modificar el montaje para medir en potencia, mediante el uso de un láser y un fotodetector, ya que los tiempos de adquisición del OSA no permiten bajar de 5 s.



**Fig. 4.26** (a) Separación de las componentes TE y TM del LMR, (b) LMR para dos valores de campo magnético, 0 y 330 mT y (c) cambios en potencia a 50 Hz.

El desplazamiento del modo TE del LMR es de unos 2 nm para campos magnéticos de 330 mT. Esto implica una sensibilidad bastante menor que la de otros dispositivos existentes, basados generalmente en interferómetros modales encapsulados dentro de un fluido magnético. La ventaja de este tipo de recubrimientos es su menor tiempo de respuesta, que le permite detectar campos magnéticos alternos, de frecuencias de 50 Hz.

#### 4.8. Conclusiones y líneas futuras

En este capítulo se ha estudiado el fenómeno físico de los LMRs, qué características presentan y qué requerimientos necesitan. A partir de estos datos, se ha estudiado la generación de LMRs sobre fibra monomodo estándar atacada químicamente con ácido. Se han analizado los distintos parámetros que pueden afectar, y cómo lo hacen, a esta estructura con el fin de optimizarla. También se ha estudiado experimentalmente su aplicación como refractómetro y

como sensor de humedad. Finalmente, se ha presentado la aplicación de LMRs en otro tipo de fibra (MMF 200  $\mu\text{m}$ ) para otros fines, como pueden ser la construcción de moduladores electro-ópticos o sensores de campo magnético desarrollados en fibra estrechada por métodos físicos.

En el caso del refractómetro, se consiguieron sensibilidades experimentales de 3800 nm/RIU, aunque las simulaciones indican que, si se trabaja con el primer LMR, la sensibilidad debería aumentar hasta 7900 nm/RIU en el rango 1,33 a 1,4. Como sensor de humedad proporcionó valores de sensibilidad máximos de 1,9 nm/%HR. En esta sección se volvió a comprobar que el primer LMR es el que ofrece la máxima sensibilidad y, además, se verificó que un mismo LMR presenta mayor sensibilidad si está situado a mayor longitud de onda.

Como modulador electro-óptico también proporcionó resultados relativamente buenos y coherentes con lo esperado debido a resultados previos. Sin embargo, cuando se utilizó para medir campo magnético, los resultados mostraron una sensibilidad baja en comparación con otros dispositivos, por lo que se considera necesario estudiar otros materiales. Una de las causas que pudieron afectar al desarrollo de este sensor es la utilización de un *target* de 3 mm de espesor, cuya deposición requería los parámetros mencionados anteriormente. Es posible que al depositarlo de esta manera ineficiente, el *target* se calentara más de lo que la refrigeración era capaz de compensar. Este factor, pudo afectar a la composición del material por oxidación posterior. También se observó que se generaba una capa de óxido superficial si el dispositivo se sometía a humedades altas.

Los resultados obtenidos demuestran que los LMRs pueden considerarse un fenómeno óptico de gran relevancia en el ámbito de la fabricación de sensores, no solo por la sensibilidad que ofrecen, sino también por la sencillez en su fabricación. Además, en el caso de que no se encuentre un material que genere LMRs y sea sensible a un parámetro concreto, siempre pueden considerarse los LMR como plataforma generadora de las resonancias para la fabricación del

sensor, al que habrá que añadir posteriormente la capa de material sensible.

Sin embargo, aún quedan opciones de desarrollo para esta estructura, especialmente si se quiere mejorar la característica donde menos destaca, el factor de calidad de la banda de atenuación. El uso de fibras *D-shape* demostró que se puede disminuir notablemente este factor, y existen, además, otras opciones, como el micro-mecanizado por láser, que pueden ayudar en este aspecto. En cuanto a la sensibilidad, la búsqueda de nuevos materiales con mayor índice de refracción es uno de los caminos a seguir con el fin de aumentar su valor, pero no es la única opción. Trabajar con fibras fabricadas con materiales que presenten un índice de refracción similar al entorno de medida debería contribuir a mejorar la sensibilidad de los LMRs cuando se realicen medidas en dicho entorno. El método de ataque químico con ácido también es susceptible de ser mejorado con el fin de asegurar la retirada uniforme de material.

También hay opciones de mejora en la aplicación de los LMR como plataforma para el desarrollo de moduladores electro-ópticos. El estudio de otros materiales, depositados por métodos que permitan depositar películas delgadas, debería permitir una disminución sustancial de las tensiones requeridas para el funcionamiento de estos dispositivos, así como un aumento de la sensibilidad. Además, si se consigue desarrollar estos dispositivos en fibras *D-shape* u otro tipo de fibra que reduzca el ancho de banda de la resonancia, los dispositivos obtenidos pueden ofrecer características atractivas para su desarrollo y fabricación en aplicaciones donde tener una alta velocidad de modulación no sea un requisito esencial.

Finalmente, en la última aplicación estudiada, la de los sensores de campo magnético, también hay líneas de futuro. El primer paso es verificar mediante el estudio químico de los recubrimientos obtenidos hasta ahora si se está depositando el material de manera apropiada, o si este se está oxidando. Tanto si ocurre esto como si no, el estudio de otros materiales proporcionará nuevos resultados que indicarán cuáles son las mejores opciones. También hay que tener en cuenta la

posibilidad de modificar la estructura y la de estudiar dispositivos que permitan medir cambios en el estado de polarización de la luz.

## Bibliografía

1. Quail, J. C.; Simon, H. J. "Second-harmonic generation with phase-matched long-range and short-range surface plasmons." *J. Appl. physics*, **1984**, 56, 2589–2591.
2. Sarid, D. Long-Range "Surface-Plasma Waves on Very Thin Metal Films." *Phys. Rev. Lett.* **1981**, 47, 1927–1930.
3. Yang, F.; Sambles, J. R." Determination of the optical permittivity and thickness of absorbing films using long range modes" *J. Mod. Opt.* **1997**, 44, 1155–1163.
4. Del Villar, I.; Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R." Lossy mode resonance generation with indium-tin-oxide-coated optical fibers for sensing applications". *J. Light. Technol.* **2010**, 28, 111–117.
5. Marciniak, M.; Grzegorzewski, J.; Szustakowski, M. "Analysis of lossy mode cut-off conditions in planar waveguides with semiconductor guiding layer". *IEE Proc. J Optoelectron.* **1993**, 140, 247–252.
6. Arregui, F. J.; Del Villar, I.; Zamarreño, C. R.; Zubiate, P.; Matias, I. R. "Giant sensitivity of optical fiber sensors by means of lossy mode resonance." *Sensors Actuators B Chem.* **2016**, 232, 660–665.
7. Snyder, A. W.; Love, J. D." Optical Waveguide Theory;" Springer US, **1984**.
8. IEEE Standard Definitions of Terms for Radio Wave Propagation Wave Propagation Standards Committee of the Antennas and Propagation Society IEEE Standards Board. **1997**.
9. M. Hernández, C. R. Zamarreño, I. R. Matías, F. J. A. "Agarose optical fiber humidity sensor based on surface plasmon resonance in the infra-red region" M. In *Trends in Nanotechnology Conference*; **2009**; Vol. 74, pp. 2008–2009.
10. C. R. Zamarreño, M. Hernández, I. R. Matías, F. J. A." Optical Fiber pH Sensor based on Surface Plasmon Resonance in the Infra-red Region" In *Trends in Nanotechnology Conference*; **2009**; Vol. 411, pp. 5–6.
11. Hinds, W. C. *Aerosol technology: Properties, behavior, and measurement of airborne particles* John Wiley & Sons, **2012**, 315–346.
12. Batchman, T. E.; Mc Wright, G. M. "Mode Coupling Between Dielectric and Semiconductor Planar Waveguides." *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.* **1982**, 30, 628–634.
13. Del Villar, I.; Zamarreño, C. R.; Sanchez, P.; Hernaez, M.; Valdivielso, C. F.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. "Generation of lossy mode resonances by deposition of high-refractive-index coatings on uncladded multimode optical fibers." *J. Instrum.* **2010**, 5.

14. Del Villar, I.; Arregui, F. J.; Zamarreño, C. R.; Corres, J. M.; Bariain, C.; Goicoechea, J.; Elosua, C.; Hernaez, M.; Rivero, P. J.; Socorro, A. B.; Urrutia, A.; Sanchez, P.; Zubiate, P.; Lopez, D.; De Acha, N.; Ascorbe, J.; Matias, I. R. Optical sensors based on lossy-mode resonances. *Sensors Actuators, B Chem.* **2017**, *240*, 174–185.
15. Homola, J.; Piliarik, M. Surface Plasmon Resonance (SPR) Sensors. In: **2006**; pp. 45–67.
16. Roh, S.; Chung, T.; Lee, B. “Overview of the characteristics of micro-and nano-structured surface plasmon resonance sensors”. *Sensors* **2011**, *11*, 1565–1588.
17. Villar, I. Del; Torres, V.; Beruete, M. “Experimental demonstration of lossy mode and surface plasmon resonance generation with Kretschmann configuration”. *Opt. Lett.* **2015**, *40*, 4739.
18. Torres, V.; Beruete, M.; Sánchez, P.; Del Villar, I. “Indium tin oxide refractometer in the visible and near infrared via lossy mode and surface plasmon resonances with Kretschmann configuration”. *Appl. Phys. Lett.* **2016**, *108*, 43507.
19. Ahmad, M.; Hench, L. L. “Effect of taper geometries and launch angle on evanescent wave penetration depth in optical fibers.” *Biosens. Bioelectron.* **2005**, *20*, 1312–1319.
20. Hernaez, M.; Zamarreño, C. R.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “Lossy mode resonances supported by TiO<sub>2</sub> -coated optical fibers”. *Procedia Eng.* **2010**, *5*, 1099–1102.
21. Zamarreño, C. R.; Hernández, M.; Del Villar, I.; Matías, I. R.; Arregui, F. J. “Optical fiber pH sensor based on lossy-mode resonances by means of thin polymeric coatings.” *Sensors Actuators, B Chem.* **2011**, *155*, 290–297.
22. Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Sanchez, P.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “Optical fiber humidity sensor based on lossy mode resonances supported by TiO<sub>2</sub>/PSS coatings”. *Procedia Eng.* **2011**, *25*, 1385–1388.
23. Elosúa, C.; Vidondo, I.; Arregui, F. J.; Bariain, C.; Luquin, A.; Laguna, M.; Matías, I. R. “Lossy mode resonance optical fiber sensor to detect organic vapors.” *Sensors Actuators, B Chem.* **2013**, *187*, 65–71.
24. Sanchez, P.; Zamarreño, C. R.; Hernaez, M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “Optical fiber refractometers based on Lossy Mode Resonances by means of SnO<sub>2</sub> sputtered coatings”. *Sensors Actuators, B Chem.* **2014**, *202*, 154–159.
25. Del Villar, I.; Socorro, A. B.; Hernaez, M.; Corres, J. M.; Zamarreño, C. R.; Sanchez, P.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. “Sensors Based on Thin-Film Coated Cladding Removed Multimode Optical Fiber and Single-Mode Multimode Single-Mode Fiber: A Comparative Study”. *J. Sensors* **2015**, 2015.
26. Socorro, A. B.; Del Villar, I.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “Lossy mode resonances dependence on the geometry of a tapered monomode optical fiber.” *Sensors Actuators, A Phys.* **2012**, *180*, 25–31.

27. Zubiato, P.; Zamarreño, C. R.; Del Villar, I.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “High sensitive refractometers based on lossy mode resonances (LMRs) supported by ITO coated D-shaped optical fibers”. *Opt. Express* **2015**, 23, 8045.
28. Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Member, A.; Matias, I. R.; Member, S. “Design of Humidity Sensors Based on Tapered Optical Fibers.” *J. Light. Technol.* **2006**, 24, 4329–4336.
29. Kbashi, H. J. “Fabrication of Submicron-Diameter and Taper Fibers Using Chemical Etching”. *J. Mater. Sci. Technol.* **2012**, 28, 308–312.
30. Haddock, H. S.; Shankar, P. M.; Mutharasan, R. “Fabrication of biconical tapered optical fibers using hydrofluoric acid” *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.* **2003**, 97, 87–93.
31. Hernández, M.; Fernández-valdivielso, C.; Arregui, F. J.; Villar, I. Del; Hernaez, M.; Zamarreño, C. R.; Sánchez, P.; Fernández-valdivielso, C.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. “Design rules for lossy mode resonance based sensors”. *Appl. Opt.* **2012**, 51, 4298–4307.
32. Morimoto, T.; Nagao, M.; Tokuda, F. “Relation between the amounts of chemisorbed and physisorbed water on metal oxides”. *J. Phys. Chem.* **1969**, 73, 243–248.
33. Yadav, B. C.; Pandey, N. K.; Srivastava, A. K.; Sharma, P. “Optical humidity sensors based on titania films fabricated by sol-gel and thermal evaporation methods.” *Meas. Sci. Technol.* **2007**, 18, 260–264.
34. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Matias, I. R.; Arregui, F. J. “High sensitivity humidity sensor based on cladding-etched optical fiber and lossy mode resonances”. *Sensors Actuators, B Chem.* **2016**, 233.
35. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. “Cladding etched single mode optical fiber refractometer based on Lossy Mode Resonances” *Proc. Int. Conf. Sens. Technol. ICST* **2016**.
36. Lin, H.-Y.; Tsai, W.-H.; Tsao, Y.-C.; Sheu, B.-C. “Side-polished multimode fiber biosensor based on surface plasmon resonance with halogen light”. *Appl. Opt.* **2007**, 46, 800–806.
37. Coelho, L.; Viegas, D.; Santos, J. L.; De Almeida, J. M. M., “Enhanced refractive index sensing characteristics of optical fibre long period grating coated with titanium dioxide thin films.” *Sensors Actuators, B Chem.* **2014**, 202, 929–934.
38. Villar, I. Del; Socorro, A. B.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R.; Member, S. “Optimization of Sensors Based on Multimode Interference in Single-Mode – Multimode – Single-Mode Structure”. *J. Light. Technol.* **2013**, 31, 3460–3468.
39. Rindorf, L.; Bang, O. “Highly sensitive refractometer with photonic crystal fiber long-period grating”. *Opt. Lett.* **2007**, 33, 563–565.

40. Wooten, E. L.; Kissa, K. M.; Yi-Yan, a.; Murphy, E. J.; Lafaw, D. a.; Hallemeier, P. F.; Maack, D.; Attanasio, D. V.; Fritz, D. J.; McBrien, G. J.; Bossi, D. E. "A review of lithium niobate modulators for fiber-optic\communications systems." *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* **2000**, 6, 69–82.
41. Costantini, D. M.; Muller, C. A. P.; Vasiliev, S. A.; Limberger, H. G.; Salathe, R. P. "Tunable loss filter based on metal-coated long-period fiber grating". *IEEE Photonics Technol. Lett.* **1999**, 11, 1458–1460.
42. Sirleto, L.; Coppola, G.; Breglio, G.; Abbate, G.; Righini, G. C.; Oton, J. M. "Electro-optical switch and continuously tunable filter based on a Bragg grating in a planar waveguide with a liquid crystal overlayer", *Opt. Eng.* **2002**, 41, 2890–2898.
43. Chen, Q.; Lin, M. R.; Lee, J. E.; Zhang, Q. M.; Yin, S." Nanocomposites with very large electro-optic effect and widely tunable refractive index.", *Appl. Phys. Lett.* **2006**, 89, 2004–2007.
44. Zhang, Q. M.; Bharti, V.; Kavarnos, G.; Zhang, Q. M.; Bharti, V.; Kavarnos, G. "Poly(Vinylidene Fluoride) (PVDF) and its Copolymers." In *Encyclopedia of Smart Materials*; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, **2002**.
45. Kawai, H. "The Piezoelectricity of Poly (vinylidene Fluoride)." *Jpn. J. Appl. Phys.* **1969**, 8, 975.
46. Lolla, D.; Gorse, J.; Kisielowski, C.; Miao, J.; Taylor, P. L.; Chase, G. G.; Reneker, D. H., "Polyvinylidene fluoride molecules in nanofibers, imaged at atomic scale by aberration corrected electron microscopy", *Nanoscale* **2016**, 8, 120–128.
47. Omote, K.; Ohigashi, H.; Koga, K. "Temperature dependence of elastic, dielectric, and piezoelectric properties of "single crystalline" films of vinylidene fluoride trifluoroethylene copolymer". *J. Appl. Phys.* **1997**, 81, 2760–2769.
48. Lopez-Torres, D.; Elosua, C.; Villatoro, J.; Zubia, J.; Rothhardt, M.; Schuster, K.; Arregui, F. J. "Photonic crystal fiber interferometer coated with a PAH/PAA nanolayer as humidity sensor". *Sensors Actuators, B Chem.* **2017**, 242, 1065–1072.
49. Y. Tajitsu, H. Ohigashi, M. D. "Pockels effects of ferroelectric thin films of vinylidene fluoride and trifluoroethylene copolymers". *J. Mater. Sci. Lett.* **1997**, 6, 1378–1380.
50. Melnichuk, M.; Wood, L. T. "Direct Kerr electro-optic effect in noncentrosymmetric materials." *Phys. Rev. A - At. Mol. Opt. Phys.* **2010**, 82, 1–9.
51. Weinberger, P. "John Kerr and his effects found in 1877 and 1878". *Philos. Mag. Lett.* **2008**, 88, 897–907.
52. Saleh, B. E. A.; Teich, M. C. "Electro-Optic Modulators". *Fundam. Photonics* **1991**, 696.
53. Hisakado, Y.; Kikuchi, H.; Nagamura, T.; Kajiyama, T. "Large electro-optic Kerr effect in polymer-stabilized liquid-crystalline blue phases". *Adv. Mater.* **2005**, 17, 96–98.

54. Ascorbe, J.; Corres, J. M. “Magnetic Field Sensors Based on Optical Fiber”. In *Fiber Optic Sensors: Current Status and Future Possibilities*; Matias, I. R.; Ikezawa, S.; Corres, J., Eds.; Springer International Publishing: Cham, **2017**; pp. 269–299.
55. Bennett, H. S.; Stern, E. A. “Faraday effect in solids”. *Phys. Rev.* **1965**, 137.
56. Sedlar, M.; Matejec, V.; Paulicka, I. “Optical fibre magnetic field sensors using ceramic magnetostrictive jackets.” *Sensors Actuators, A Phys.* **2000**, 84, 297–302.
57. Layeghi, A.; Latifi, H.; Frazão, O. “Magnetic Field Sensor Based on Nonadiabatic Tapered Optical Fiber With Magnetic Fluid”. *IEEE Photonics Technol. Lett.* **2014**, 26, 1904–1907.
58. Clark, C. A. “The dynamic magnetostriction of nickel-cobalt alloys.” *Br. J. Appl. Phys.* **1956**, 7, 355.
59. Ascorbe, J.; Corres, J. M.; Arregui, F. J.; Matias, I. R. “Magnetic field sensor based on a single mode-multimode-single mode optical fiber structure”. In *2015 IEEE Sensors - Proceedings*; **2015**.
60. Shukla, S.; Sharma, N. K.; Sajal, V. “Theoretical Study of Surface Plasmon Resonance-based Fiber Optic Sensor Utilizing Cobalt and Nickel Films”. *Brazilian J. Phys.* **2016**, 46, 288–293.





# Capítulo 5. Conclusiones y líneas futuras

## 5.1. Conclusiones

A lo largo de este trabajo se han desarrollado estructuras ópticas para la fabricación de sensores construidos sobre fibra óptica siguiendo tres líneas bien diferenciadas, pero con una característica en común, que consiste en generar estructuras ópticas mediante el mismo material que es sensible a la variable que se pretende medir. En primer lugar se construyeron mediante recubrimientos en punta de fibra dos tipos de estructuras, interferómetros Fabry-Pérot y redes de difracción de Bragg. La segunda línea la constituyeron sensores basados en redes de difracción de periodo largo o *long-period gratings* (LPGs) inscritas mediante la ablación láser de un recubrimiento depositado sobre fibra estrechada con ácido. En último lugar se utilizaron, como fenómeno óptico, las resonancias de modos con pérdidas o *lossy mode resonances* (LMRs).

Para la generación de todas estas estructuras se empleó principalmente como técnica de deposición el *sputtering* (DC o *pulsed DC*). Esta técnica de deposición física de vapor (PVD) permite depositar metales y óxidos metálicos semiconductores, ofreciendo la posibilidad de controlar de manera precisa el espesor y las características ópticas del material depositado mediante el ajuste de los parámetros del proceso. A continuación se detallarán los principales resultados correspondientes a cada línea de investigación, resaltando las diferencias respecto a investigaciones anteriores.

Los primeros resultados están basados en la generación de sensores mediante recubrimientos en punta de fibra. El estudio inicial lo constituyeron los interferómetros Fabry-Pérot mediante recubrimientos de óxido de estaño, con aplicación en la medición de humedad así como en la detección de gases. Esta estructura ofrece ventajas como la sencillez del proceso de fabricación, la robustez de la estructura y el tamaño del dispositivo resultante. La sensibilidad de los

interferómetros depende, en general, del índice de refracción del material y sus variaciones, así como de la longitud de la cavidad. Los dispositivos fabricados aquí demostraron una sensibilidad a la humedad relativa es de  $1,26 \text{ nm}/\%HR$  en longitud de onda y de  $2,5\pi$  radianes si se analiza en fase mediante la transformada rápida de Fourier. En cuanto a su comportamiento para la detección de gases se obtuvieron sensibilidades de  $4 \text{ pm/ppm}$  para variaciones en la concentración de amoniaco entre 0 y 500 ppm, y la sensibilidad aumentó hasta  $10 \text{ pm/ppb}$  cuando se realizaron pruebas frente al óxido nítrico variando desde 0 hasta 375 ppb. Estos experimentos, así como otros presentes en la literatura, dan muestra de la buena sensibilidad de los óxidos metálicos hacia variaciones en la concentración de múltiples gases, pero a su vez demuestran la poca especificidad que presentan.

Este estudio sirvió como fase preliminar para el estudio posterior de una nueva estructura, utilizando también recubrimientos en punta de fibra. Los siguientes dispositivos fueron fabricados mediante la variación periódica de los parámetros del proceso de *sputtering*, construyendo así una red de difracción de Bragg, que genera una banda de reflexión a una longitud de onda que depende del índice del material, así como del espesor de cada periodo. El hecho de cambiar las condiciones del proceso, presión y/o concentración de oxígeno, permite obtener diferentes propiedades ópticas para un mismo material. Este efecto se ha comprobado tanto para el óxido de estaño como para el óxido de indio. Aunque la generación de redes de Bragg mediante la deposición alterna de capas con distintas propiedades ópticas ya había sido realizada, nunca antes había sido llevada a la práctica utilizando un único material y, en general, su enfoque no era el de la fabricación de sensores. Esta estructura se caracterizó como refractómetro y como sensor de humedad, obteniendo los resultados que se detallan a continuación.

A los cambios de índice de refracción exterior, este tipo de dispositivos demostró una sensibilidad de  $173 \text{ nm/RIU}$  en el rango  $1,33$  a  $1,44$  RIUs, con un rango dinámico de  $20 \text{ nm}$ . Sin embargo, el

rango dinámico ante variaciones de humedad, que principalmente afectan al índice de refracción del material, fue de 30 nm, lo que conlleva una sensibilidad de 430 pm/%HR. El hecho de que el desplazamiento total sea mayor ante variaciones de humedad conduce a considerar que esta estructura ofrece su mayor potencial cuando el parámetro a medir afecta directamente al material que la conforma y no cuando el cambio se produce en el medio que rodea al material. De hecho, los cambios producidos por distintos índices de refracción del medio exterior son debidos a la alta porosidad del material, que también es la responsable de su buen comportamiento como sensor de humedad.

Teniendo en cuenta todos estos resultados, se planteó la posibilidad de introducir defectos, contruidos con el mismo o con otro material, en la red de difracción, para así intentar contrarrestar la poca especificidad de este tipo de materiales e intentar construir un dispositivo que sirva para la detección y cuantificación de múltiples gases. El defecto genera una interferencia destructiva dentro de la banda de reflexión, cuya posición exacta dependerá del espesor y del índice del defecto. La posibilidad de implantar dicho defecto ha sido confirmada, tanto con el mismo material de la red de difracción o cambiando de material. Sin embargo, no ha sido posible finalizar el estudio de la detección múltiple de gases, aunque se prevé que sería conveniente el uso de materiales con comportamientos más diferenciados.

La siguiente estructura estudiada está basada en redes de difracción de periodo largo o LPGs. Las LPGs ofrecen una serie de ventajas para su empleo como plataforma sensorica ya que permiten la interacción con el medio exterior generando bandas de atenuación bien definidas y con una anchura espectral pequeña. Aquí, las LPGs fueron construidas mediante la ablación periódica láser de un recubrimiento delgado depositado previamente sobre SMF estándar estrechada con ácido. Este procedimiento aúna los distintos métodos estudiados para el aumento de la sensibilidad de LPGs fabricadas por técnicas convencionales. En comparación con otros métodos que utilizan

*tapers* como base donde generar el *grating*, esta estructura mantiene la propagación monomodo, además de utilizar recubrimientos delgados de menor espesor (20-85 nm) que influirán en los tiempos de respuesta. También se considera que una de las mejores opciones para fabricar estructuras de este tipo con materiales que presentan pérdidas y utilizando fibra estándar. Otra ventaja es la generación de dispositivos independientes de la polarización, lo que no ocurre cuando se fabrican sobre *D-shape fibers* o depositando a través de una máscara.

Al igual que en el resto de estructuras estudiadas anteriormente, se realizó un análisis de su comportamiento ante variaciones de índice de refracción exterior y ante variaciones de humedad. Se comprobó que la sensibilidad dependía fuertemente del periodo, habiéndose obtenido valores de 3900 nm/RIU en el rango 1,321 a 1,386 RIUs, para una LPG de periodo 200  $\mu\text{m}$  en un recubrimiento de 55 nm de espesor, mientras que la sensibilidad aumentó hasta 6040 nm/RIU en el rango 1,347 a 1,389 al disminuir el periodo a 160  $\mu\text{m}$  aproximadamente y con un espesor de 65 nm. El rango dinámico de esta estructura para estas variaciones es de unos 180 nm.

Para su utilización como sensor de humedad se consideró mejor aumentar lo máximo posible el espesor, que ya se ha visto que influye positivamente en la sensibilidad. Se obtuvo una respuesta distinta según el rango de humedad estudiado. Para valores de humedad entre 25 y 75 %HR la respuesta lineal presentaba una pendiente de tan solo 70 pm/%HR, mientras que para valores superiores (hasta 90 %HR) la sensibilidad alcanzó 488 pm/%HR. Esta diferencia en el comportamiento se achaca a un cambio en el punto de trabajo: al verse incrementado el índice efectivo del recubrimiento se pasa de una zona donde la banda de atenuación tiene una pendiente determinada a otra donde la pendiente es diferente, ya que la posición de la longitud de onda de la banda no sigue una línea recta. Los valores obtenidos son comparables a los conseguidos con LPGs convencionales mediante otro tipo de recubrimientos, pero supera, en general, la sensibilidad obtenida mediante una LPG recubierta con un óxido metálico y en

particular la obtenida mediante óxido de estaño. Además, la sensibilidad cruzada a la temperatura en el rango 20-75% HR es de 0,82 % HR/°C, mientras que para valores superiores de humedad este valor disminuye hasta 0,11 % HR/°C. Estos coeficientes mejoran los obtenidos mediante otras técnicas, resaltando de esta manera que se cumple el objetivo de fomentar la sensibilidad de la LPG hacia un parámetro específico y disminuir la sensibilidad cruzada causada por el propio principio de funcionamiento y asociada al proceso de fabricación.

El último fenómeno óptico explicado ha sido el de las resonancias de modos guiados con pérdidas (LMRs). En primer lugar se estudió la posibilidad de generar LMRs sobre fibra óptica monomodo estándar (SMF-28) estrechada con ácido fluorhídrico. Este proceso se realizaba de manera estática, lo que puede provocar que la retirada de material no sea homogénea en toda la sección transversal de la fibra. A pesar de esto, no se observaron problemas a la hora de generar LMRs o LPGs. Se ha comprobado que si el ácido no entra en contacto con el buffer de la fibra, esta mantiene sus propiedades mecánicas en buenas condiciones.

Las principales contribuciones sobre LMRs, especialmente hasta el año 2010, utilizaban fibra multimodo de 200  $\mu\text{m}$  de núcleo, cuya principal desventaja está basada, precisamente, en la propagación de múltiples modos, que conduce a una mayor anchura espectral de la banda de atenuación. Desde ese año, se comenzó a trabajar con fibra monomodo, primero estrechándola con métodos físicos (calor y tensión mecánica), en cuyo caso se obtiene un segmento (*taper*) donde hay interacción entre el campo evanescente de la luz y el medio exterior, pero donde se pierden las condiciones de propagación monomodo, y después, mediante el uso de fibra pulida lateralmente (*D-shape*) que mantiene la propagación monomodo. Tanto la fabricación de tapers como de fibra *D-shape* conllevan un cuidadoso proceso de fabricación que requiere equipamiento específico, lo que al final repercute en su coste. Además, la ventaja asociada a la *D-shape*, que consiste en ser capaz de separar la contribución transversal

magnética (TM) y transversal eléctrica (TE), y obtener resonancias con una anchura espectral de unos pocos nanómetros (7 nm), requiere el uso de luz polarizada, lo que encarece el montaje necesario y dificulta el proceso de medición. Sin embargo, el proceso para estrechar la fibra con ácido tiene un bajo coste asociado y el dispositivo resultante es insensible a la polarización de la luz.

Mediante el uso de los LMRs se diseñaron y desarrollaron refractómetros, sensores de humedad relativa y sensores de campo eléctrico y magnético. En su aplicación como refractómetro, la sensibilidad máxima teórica si se trabaja con el primer LMR es de 7920 nm/RIU, mientras que experimentalmente se obtuvo una sensibilidad de 3681 nm/RIU para el tercer LMR con una anchura espectral inferior a los 50 nm. Atendiendo a su comportamiento como sensor de humedad, se obtuvieron sensibilidades cercanas a 2 nm/%HR. Los tiempos de respuesta son inferiores a los de un sensor electrónico de humedad (HIH 4000).

Finalmente, se ampliaron las líneas de aplicación de los LMRs a dispositivos sensibles a campo magnético y como plataforma para la generación de filtros sintonizables eléctricamente. Los sensores de campo magnético construidos sobre fibra óptica suelen estar basados en la rotación de Faraday o en el efecto Kerr magnético, lo que implica el uso de luz polarizada y montajes ópticos relativamente grandes. Por otro lado, existen sensores magnéticos que utilizan fluidos magnéticos que no funcionan a altas frecuencias. El uso de recubrimientos delgados se consideró como una alternativa que podía superar estos inconvenientes. En la exploración de los LMRs como sensores de campo magnético, que se fabricaron sobre tapers recubiertos asimétricamente, se obtuvieron sensibilidades de 6 nm/T.

Para la generación de dispositivos sintonizables eléctricamente también se optó por utilizar otro tipo de fibra con mayor rigidez mecánica. Se empleó fibra multimodo con cladding de plástico y 200  $\mu\text{m}$  de diámetro del núcleo. En este caso, el LMR actúa como plataforma óptica y es generado por un material que a la vez actúa como electrodo, haciendo innecesario el uso de otras estructuras

ópticas, como LPGs, que generen la banda de atenuación. El proceso inicial seleccionado para el recubrimiento de la capa sensible fue el electro-spinning, con el que se consiguieron sensibilidades de 1 nm/V. Modificando el método y haciéndolo por dip-coating se consiguió un mayor control del espesor depositado, así como una mejora en la morfología del recubrimiento, lo que acabó por posibilitar el ajuste de la sensibilidad de este tipo de dispositivos. La mayor sensibilidad obtenida fue de 1,2 nm/V, con una respuesta lineal en el rango 80-130 V.

Finalizando las conclusiones relativas a los LMRs, se ha obtenido una estructura que no requiere un equipamiento específico para la modificación de la fibra y permite mantener la propagación monomodo a la vez que habilita la interacción entre el medio exterior y el campo evanescente de la luz. Esto mejora la anchura espectral de la banda de atenuación con respecto a los LMRs obtenidos sobre fibra MMF de 200  $\mu\text{m}$  de núcleo, reduciendo el FWHM desde valores superiores a 400 nm hasta valores inferiores a 100 nm. Las mejoras en la sensibilidad, aunque existan, no son sustanciales, pudiendo estar además asociadas a otros factores, como el método de deposición o los parámetros del proceso. Además, la sensibilidad aumenta cuando el LMR está localizado en la mayor longitud de onda posible, con lo que las comparaciones pueden ser, a veces, poco realistas. Se ha ampliado el campo de aplicación de los LMRs a su uso como sensores de campo magnético, con resultados que no superan los obtenidos anteriormente por otros autores, pero que dejan un amplio margen para seguir investigando. También se utilizó este fenómeno como plataforma para sensores de campo eléctrico o filtros sintonizables eléctricamente por primera vez con buenos resultados.

Comparando las tres estructuras desarrolladas, las resonancias de modos con pérdidas son la que mejores resultados ofrecen en términos de sensibilidad y con un proceso de fabricación relativamente sencillo. El proceso más sencillo se considera que es el de fabricación de sensores mediante recubrimientos en punta, que, además, genera la estructura más robusta y, aunque ofrece unas sensibilidades menores,

estas son suficientes para realizar ciertas medidas con precisión. Sin embargo, estos sensores interferométricos no son adecuados para medición de variables asociadas a cambios de refracción del medio exterior. Finalmente, la estructura más complicada de fabricar es la de las LPGs mediante ablación láser. Requiere un control preciso del espesor del recubrimiento, del diámetro de la fibra y de la longitud del periodo y su sensibilidad final es inferior a la de los LMRs, aunque lo puede compensar, cuando se optimice, gracias a su menor FWHM que permite una mayor resolución.

## 5.2. Líneas futuras

Una vez analizadas las conclusiones, es posible plantear las líneas futuras hacia las que puede encaminarse la investigación utilizando las estructuras aquí planteadas. Se incluyen aquí estudios complementarios a los ya realizados, que proporcionarían un mayor conocimiento de las posibilidades existentes, pudiendo ofrecer a la vez nuevos campos de aplicación para estos dispositivos.

Los sensores desarrollados en punta de fibra ofrecen grandes posibilidades comerciales para diversos campos de aplicación, como pueden ser el sector de la alimentación o el farmacéutico para la medición de variables como la humedad o la concentración de oxígeno en envases herméticos. Centrándose en los *gratings* generados en punta de fibra, se considera que pueden ser útiles para la generación de sensores multiparámetro, tanto por multiplexación como mediante la implantación de múltiples defectos construidos con materiales diferentes. También sería posible seguir investigando otros materiales que generen el *grating* y que presenten una mayor selectividad hacia el parámetro que se quiere medir. Por otro lado, resultaría de interés el hecho de generar el *grating* y conseguir mantener la propagación monomodo, ya que mejoraría la anchura espectral de la banda de reflexión, aumentando de este modo la resolución del sensor obtenido. Una posibilidad que habría que estudiar sería la generación de la red de difracción sobre *tapers* en punta.

La siguiente estructura generada, las LPGs obtenidas mediante ablación láser, también ofrece posibilidades para seguir investigando. La más inmediata consiste en disminuir la longitud del periodo, pero no es la única. Al igual que en los LMR, el uso de materiales con mayor índice de refracción se espera que conduzca a un aumento de la sensibilidad. La ventaja de esta estructura es que no es necesario que cumplan los requisitos de los LMRs, más restrictivos que los requeridos para la ablación láser, lo que conlleva una mayor variedad de materiales disponibles. Además, se podrían usar láseres de distintas longitudes de onda para materiales que no presenten absorción a la longitud de onda del láser utilizado en este trabajo. En cualquier caso, no se descarta la generación de esta estructura, LPGs sobre CE-SMF, mediante recubrimientos a través de máscaras de amplitud ya que facilitarían la fabricación.

En cuanto al proceso de ataque químico con ácido sería posible mejorarlo, en el sentido de, en caso de que no esté ocurriendo, conseguir que el material se retire homogéneamente en todo el perímetro de la fibra. Para lograrlo debería incorporarse algún sistema rotativo, lo cual no es fácil teniendo en cuenta que se está trabajando con un ácido. En ningún caso se ha observado que esto influya de manera determinante en la obtención de LMRs o LPGs, pero sería deseable comprobarlo.

Con respecto a los sensores basados en LMRs uno de los mayores retos consiste en ser capaces de disminuir la anchura espectral de la resonancia manteniendo la simplicidad del proceso de fabricación. Con este objetivo, una posibilidad consiste en disminuir el perímetro de la fibra recubierto de manera que no recubra completamente la sección transversal de la fibra, en cuyo caso un número menor de modos se acoplarían al recubrimiento.

Otro reto es continuar aumentando la sensibilidad y para conseguirlo se plantean dos opciones diferentes. La primera consiste en la investigación de materiales con mayores índices de refracción y que mantengan los requisitos para la generación de LMRs. La otra opción consiste en trabajar con fibras especiales, en concreto con

fibras de plástico, que ofrecen un menor índice lo que las convierte en las candidatas perfectas para incrementar la sensibilidad cuando se realicen mediciones en medios acuosos.

Finalmente, y fijándose en las aplicaciones, existen ciertas aplicaciones que requieren un mayor estudio, por ejemplo los sensores de campo magnético, ya que han sido poco explorados y ofrecen un elevado margen de mejora y tienen un gran interés comercial. Tanto los sensores de campo eléctrico como de campo magnético podrían beneficiarse del estudio de nuevos materiales.

En líneas generales, los sensores de fibra óptica tienen aún un largo camino por recorrer, especialmente a la hora de desarrollar sensores para aplicaciones como la biología, la detección de contaminantes en agua y la medición de variables relacionadas con el sector eléctrico, donde pueden abaratar costes respecto a la tecnología existente o mejorar la fiabilidad de los datos obtenidos, además de ser capaces de medir en lugares donde los sensores actuales resultan demasiado grandes y son excesivamente invasivos.

# Chapter 6. Conclusions and future research lines

## 6.1. Conclusions

Throughout this work several optical structures have been studied towards optical fiber sensors (OFSs) development. Three different research lines have been followed, keeping a common characteristic which is the fact of generating the optical structure using the same material that will be used as the sensitive layer. In the first research line, OFSs were generated by coating the end facet of a standard optical fiber. Two different optical phenomena have been studied using this structure, Fabry-Pérot interferometers and fiber Bragg gratings (FBGs). The second research line, it was constituted by the development of long-period gratings (LPGs) built by the periodic laser ablation of the coating of a cladding etched single mode optical fiber (CE-SMF). Finally, lossy mode resonances were used as the optical phenomena to be measured in the third research line.

Sputtering (DC or pulsed DC) was selected as the main technique for the fabrication of these devices. This physical vapour deposition process enables to deposit metals and some semiconductor metallic oxides easily and it offers the possibility of having fine control of the thickness and the optical properties of the material just by controlling adequately the parameters of the process.

After the development of this thesis some interesting conclusions can be extracted for each of the chapters addressed. They are reviewed in the following lines, remarking the main differences and advantages with respect to previous research.

First results obtained were based on the generation of OFS by coating the end facet of a standard optical fiber. The initial study was constituted by Fabry-Pérot interferometers, which were fabricated using tin oxide and were applied for humidity sensing and for gas

detection. This structure offers some advantages, such as an easy fabrication process, robustness and a low-sized final device. The sensitivity of these interferometers depends on the refractive index of the material and its changes, as well as the cavity length. Tin oxide Fabry-Pérot interferometers have shown a sensitivity towards humidity of 1.26 nm/%RH if the wavelength shift is analyzed and a sensitivity of  $2.5\pi$  radians if the phase shift is analyzed using the fast Fourier transformation. Regarding their behaviour towards gas detection, sensitivities of 4 pm/ppm were obtained for ammonia concentration ranging from 0 to 500 ppm, and the sensitivity was increased by a factor of ten when the tested gas was nitric oxide (0-375 ppb). These experiments, as well as others from literature, show the good sensitivity of metallic oxide towards different gases concentration, but they also show the poor specificity of these materials.

Previous results were useful as a preliminary study for the fabrication of the following structure, developed also by coating the end facet of an optical fiber. Next devices were generated by the periodic modification of the parameters of the sputtering process, obtaining by this way a Bragg grating (FBG) that generates a reflexion band located at certain wavelength that depends on the refractive index of the material and the length of each period. Changing the parameters of the process, pressure and/or oxygen concentration enables to obtain different optical properties for a material. This effect has been checked for tin oxide and indium oxide and both materials enable the easy fabrication of this structure. Although the development of distributed Bragg reflector by the alternate deposition of several layers with different optical properties had already been fabricated, it had not been done never before using only one material. Besides, distributed Bragg reflectors are not generally used towards optical fiber sensors development. These devices have been studied as refractometers and as humidity sensors.

For changes on the external refractive index, this FBG show a sensitivity of 173 nm/RIU for the 1.33-1.44 RIUs range, with a

dynamic range of 20 nm. However, the dynamic range is increased for humidity changes, which will mainly affect the refractive index of the material. The dynamic range for humidity changes was 30 nm, which leads to a sensitivity of 430 pm/%RH. The fact of having a greater dynamic range for humidity changes leads to think that this structure shows its better performance when the parameter that is being measured affects directly to the material of the grating and not when the change takes place in the surrounding medium. In fact, the changes caused by the external refractive index are due to the high porosity of the material, which is also responsible of the good performance as humidity sensor.

Taking into account previous results, the idea of inserting a defect, using the same or another material as that used for the FBG, inside the grating, was implemented, to try to compensate the lack of specificity of metallic oxides. The implanted defect generates a destructive interference inside the reflected band, whose exact position will depend on the refractive index and thickness of the defect. The possibility of implanting this defect has been checked, using the same material or even changing to another material. However, it has not been possible to finish the study towards multiple gases detection, although materials with much more different behaviours between them are supposed to be needed.

The next structure that has been developed and studied in this work is based on long-period gratings. LPGs provide some advantages for its employment as a sensing platform because they enable interaction of the coupled modes with the surrounding medium through an attenuation band with low spectral width. Here, LPGs were generated by the periodic laser ablation of an overlay previously deposited onto a chemically CE-SMF. This procedure combines the different methods studied for the enhancement of the sensitivity of LPGs fabricated by conventional methods. Comparing this structure with others that used tapered optical fiber, the device developed here keeps single mode propagation and it requires thinner coatings (20-85 nm) which will have an effect on the response times. It is considered as

one of the best possible structures to work with lossy materials. Another advantage is related to the obtaining of a polarization insensitive device, which does not happen when using D-shaped fibers or when a taper is coated through an amplitude mask.

In the same manner as previously studied structures, the behaviour of this device versus external refractive index changes and humidity changes was analyzed. The sensitivity has a strong dependence on the length of the period, and it presents values of 3900 nm/RIU in the 1.321-1.386 RIUs range for an LPG with a 204  $\mu\text{m}$  written into a coating of 50 nm thickness, whereas the sensitivity increases until 6040 nm/RIU in the 1.347-1.389 RIUs range when the length of the period was 160  $\mu\text{m}$  and for 70 nm thickness coating. The dynamic range of this structure was of 180 nm.

A new LPG was fabricated for the development of a humidity sensor. The thickness of the coating was 85 nm and the length of the period was 100  $\mu\text{m}$ . For humidity ranging from 25 to 75% RH the response shows a linear behaviour with a slope of 70 pm/%RH, whereas for greater humidity values (until 90%RH) the sensitivity increases until 488 pm/%RH. This difference on the performance is attributed to a change on the working point. These results compete with conventional LPGs coated with other material, but they improve the results obtained by a conventional LPG coated with metallic oxides, tin oxide among them. Furthermore, the cross thermal sensitivity is 0.82 %RH/ $^{\circ}\text{C}$  in the 20-75 %RH range and it decreases to 0.11 %RH/ $^{\circ}\text{C}$  for greater humidity values. These coefficients improve those ones obtained by other techniques, remarking that the sensitivity can be made more selective towards the parameter of interest, whereas the cross thermal sensitivity associated to the working principle and to the fabrication process is diminished.

Finally, the possibility of generating LMRs onto CE-SMF, etched with hydrofluoric acid, was studied. The chemical etching was carried out in a static way, which may cause that the removal of material is not homogeneous throughout the cross section of the fiber. In spite of that, LMRs and LPGs were generated without observing real

problems. It has been checked that it is important to keep the buffered section of the fiber away from the acid to keep the mechanical properties of the fiber.

Main research dealing with LMRs, at least until year 2010, uses multimode fiber (MMF), which has a core of 200  $\mu\text{m}$  of diameter, as the supporting platform. The main disadvantage related with this kind of fiber is related, precisely, with the multimode propagation which leads to spectrally wider attenuation bands. Then, more efforts were done trying to develop OFS based on LMRs using SMF, firstly by tapering it by physical methods (heat and strain). In this case, the tapered section provides strong interaction between the evanescent field of the light and the external medium, but the conditions for single mode propagation are no longer sustained. D-shaped fibers were studied in the next step in order to keep single mode propagation. However, tapered optical fibers as well as D-shaped fibers involve a careful fabrication process which requires specific equipment, and that has an effect on the final cost. Besides, in order to take advantage of the ability of D-shaped fibers to separate transversal electric (TE) and transversal magnetic (TM) contributions, and to obtain resonances with lower spectral width, it is required the use of polarized light and it leads to more expensive setups and it makes the measuring process more difficult. On the other hand, the cost associated to etching the fiber is lower and the final device is polarization insensitive.

Refractometers, humidity sensors and electric and magnetic field sensors were designed and developed using LMRs. As a refractometer, the maximum theoretical sensitivity is 7920 nm/RIU when working with the first LMR. The sensitivity decreases until 5811 nm/RIU if the second LMR is used, whereas the experimentally obtained sensitivity for the third LMR was 3681 nm/RIU, having a spectral width lower than 50 nm. Regarding the behaviour of this structure when it is subjected to changes on the relative humidity, the sensitivity reaches values rounding 2 nm/%RH. The response times

are lower than those of an electronic and commercially available humidity sensor (HIH 4000).

Finally, new applications for LMR-based sensors were studied and magnetic and electric field sensors were developed using LMRs as the sensing platform. Magnetic field optical fiber sensors used to be based on the Faraday effect or on the magneto-optic Kerr effect, both of them affecting the polarization state of the light. This fact implies the use of expensive and big-size setups. On the other hand, there are some magnetic field sensors based on magnetic fluids that are not able to work at high frequencies. The use of a ferromagnetic thin-film coating was considered as an alternative that could overcome these limitations. In the exploratory study of LMR-based magnetic field sensors, developed onto asymmetrically coated tapered SMF among other structures, sensitivities of 6 nm/T were obtained.

For the fabrication of electrically tunable wavelength filters, a more mechanically robust optical fiber was selected. It was used a plastic cladding MMF of 200  $\mu\text{m}$  of core diameter. The material generates the LMR at the same time as it acts as the inner electrode of the multilayer structure, making unnecessary the use of other optical phenomena, such as LPGs, for obtaining the attenuation band. The initial coating process used was the electrospinning technique and sensitivities of 1 nm/V were obtained. Changing the method to the dip-coating technique, greater thickness control was achieved, as well as a more homogeneous coating, which has finally lead to the possibility of adjusting the sensitivity of this kind of devices. The greater sensitivity obtained was 1.2 nm/V with a linear response in the 80-130 V range.

To sum up, regarding the LMR-based devices, a new structure has been developed without the need of any specific equipment for manipulating the fiber and this structure keeps single mode propagation requirements at the same time as it enables the interaction with the evanescent field of the light. This fact improves the spectral width of the attenuation band, although the improvements achieved on the sensitivity are not substantial, and they might be linked to other

factors, such as the deposition method or the parameters of the process. Besides, the sensitivity for a given LMR increases if it is located at the greater wavelength possible. The application field of LMR-based devices has been widened and magnetic and electric field sensors have been developed, although there is still room for improvements in terms of sensitivity and resolution.

Comparing the three structures developed, the lossy mode resonances are the ones that offer the best results in terms of sensitivity and with a relatively simple manufacturing process. The simplest process is considered to be the development of sensors by means of tip coatings, which, in addition, generates the most robust structure and although it offers lower sensitivities, these are sufficient to perform certain measurements with precision. However, these interferometers are not suitable for measuring variables associated with changes in the refractive index of the external medium. Finally, the most complicated structure to manufacture is that of LPGs by laser ablation. It requires precise control of the thickness of the coating, the diameter of the fiber and the length of the period, and its final sensitivity is lower than that of the LMRs. However, this kind of LPGs can compensate this slightly lower sensitivity with their smaller FWHM, which allows to have more resolute measurements.

## **6.2. Future research lines**

Once the conclusions remarks have been analyzed, it becomes possible to suggest some future lines towards which research could move, using the optical structures studied here. It will be suggested some supplementary studies that can provide a greater understanding of the working principle of the developed devices, helping in the search of new application fields for the optical fiber sensors.

As for the process of chemical etching with hydrofluoric acid it would be possible to improve it, in the sense that the material was removed homogeneously throughout the perimeter of the fiber. To achieve this, a rotating system should be incorporated, which is not easy considering that one is working with an acid. In no case has it

been observed that this has a decisive influence on the obtaining of LMRs or LPGs, but it would be desirable to verify this fact.

With regard to LMR-based sensor, one of the greater challenges consists in being able to obtain narrower resonances, keeping the fabrication process simple.

With this goal in mind, the first option will be to decrease the width of the overlay, in such way that it does not take up all the transversal section of the fiber. In that case, the number of modes that will be coupled to the coating would decrease. This can be done by laser ablation, using the same laser as the one used in chapter 4, although the final device will need a setup that uses polarized light.

Another challenge is to continue with the progressive increase of the sensitivity of this kind of devices and there are at least two different ways to achieve it. The first way consist in the employment of materials with higher refractive indices and which meet the requirements for LMR generation. Another option would be to work with special optical fiber, specifically plastic optical fibers (POFs). POFs can be made of materials with lower refractive index than that one of the silica, which made them the perfect structure for obtaining an increased sensitivity when the measurements are done in water.

Finally, with regard to the application fields, there are some applications that might require further study, such as magnetic field sensors. The study of magnetic sensors in this thesis has been made in an exploratory research and they offer several opportunities to be improved and they present great commercial interest, especially for the electric companies. The electric and magnetic field sensors will benefit from a deeper research of employable materials.

Optical fiber sensors developed by coating the end facet of an optical fiber, they also show a lot of commercial interest for several markets, such as the food manufacturing and packaging industry as well as in the pharmaceutical sector. This kind of sensors will be extremely useful for measuring humidity or oxygen concentration in airtight or hermetic packages. Focusing on the Bragg gratings

generated onto the tip of the optical fiber, they might find application in the multi-parameter sensing, by multiplexing them or by the generation of a grating with multiple defects built with different materials. It will be also possible to research other materials that enable the grating generation and present greater specificity towards certain parameter of interest. Finally, it will be interesting to generate the grating keeping the single mode propagation. This fact will improve the spectral width of the reflected band, increasing consequently the resolution of this kind of sensors. This might be achieved using adiabatically tapered optical fiber tips.

The other structure that has been studied, LPGs obtained by laser ablation, also present opportunities to keep research on it. The simpler method consists in decreasing the length of the period, but it is not the only one. In the same way as LMR-based devices, using materials with higher refractive index should lead to enhanced sensitivities. The advantage of this structure is that the employed material does not need to meet the requirements for LMR generation, which are much more restrictive than those ones required for laser ablation. For that reason, there is a much wider variety of available materials for the development of this kind of LPGs. Besides, lasers emitting light at different wavelengths can be used if the selected material does not present absorption at the wavelength of the laser used in this work. These LPGs can be also developed onto CE-SMF by coating it through an amplitude mask, which will make easier the fabrication process.

In general terms, optical fiber sensors have still a long way to go, especially when developing sensors for biological purposes, detection of water contaminants and the measurement of parameters related to the electric sector, where they can reduce the price of the current technology, improve the reliability of the obtained data or decrease significantly the size of the required equipment.



# ANEXO 1. Lista de publicaciones

En este anexo se presenta la lista de los artículos que han sido publicados en revistas internacionales como resultado de las investigaciones llevadas a cabo en este trabajo. Así mismo, se adjunta la lista de contribuciones en congresos científicos de ámbito internacional.

## A1.1 Capítulos de libro en edición internacional

1. Ascorbe, Joaquin, et al. "High Sensitivity Optical Structures for Relative Humidity Sensing." *Sensors for Everyday Life*. Springer, Cham, **2017**. 55-79.
2. Ascorbe, J., and J. M. Corres. "Magnetic Field Sensors Based on Optical Fiber." *Fiber Optic Sensors*. Springer, Cham, **2017**. 269-299.

## A1.2 Publicaciones en revistas internacionales

1. Corres, Jesus M., et al. "Tunable electro-optic wavelength filter based on lossy-guided mode resonances." *Optics Express* 21.25 (**2013**): 31668-31677.
2. Ascorbe, Joaquin, et al. "Optical fiber current transducer using lossy mode resonances for high voltage networks." *Journal of Lightwave Technology* 33.12 (**2015**): 2504-2510.
3. Ascorbe, J., et al. "High sensitivity humidity sensor based on cladding-etched optical fiber and lossy mode resonances." *Sensors and Actuators B: Chemical* 233 (**2016**): 7-16.
4. Ascorbe, Joaquín, et al. "Fabrication of Bragg Gratings on the End Facet of Standard Optical Fibers by Sputtering the Same

- Material." *Journal of Lightwave Technology* 35.2 (2017): 212-219.
5. Del Villar, Ignacio, et al. "Optical sensors based on lossy-mode resonances." *Sensors and Actuators B: Chemical* 240 (2017): 174-185.
  6. Ascorbe, Joaquin, et al. "Recent developments in fiber optics humidity sensors." *Sensors* 17.4 (2017): 893.
  7. Ascorbe, Joaquin, et al. "Humidity sensor based on bragg gratings developed on the end facet of an optical fiber by sputtering of one single material." *Sensors* 17.5 (2017): 991.
  8. Elosua, Cesar, et al. "Micro and nanostructured materials for the development of optical fibre sensors." *Sensors* 17.10 (2017): 2312.
  9. Ascorbe, Joaquin, et al. "Temperature Compensated Strain Sensor Based on Long-Period Gratings and Microspheres." *IEEE Photonics Technology Letters* 30.1 (2018): 67-70.
  10. Gallego, E. E., et al. "Nanofabrication of phase-shifted Bragg gratings on the end facet of multimode fiber towards development of optical filters and sensors." *Optics & Laser Technology* 101 (2018): 49-56.

### **A1.3 Contribuciones en congresos internacionales**

1. Ascorbe, J., et al. "Low voltage transducer based on the changes in the wavelength of the attenuation band." *SENSORS, 2014 IEEE. IEEE, 2014.*
2. Ascorbe, J., et al. "Optical fiber humidity sensor based on a tapered fiber asymmetrically coated with indium tin oxide." *SENSORS, 2014 IEEE. IEEE, 2014.*
3. Del Villar, Ignacio, et al. "Nanocoated optical fibre for lossy mode resonance (LMR) sensors and filters." *Transparent*

*Optical Networks (ICTON), 2015 17th International Conference on. IEEE, 2015.*

4. Ascorbe, J., et al. "Magnetic field sensor based on a single mode-multimode-single mode optical fiber structure." *SENSORS, 2015 IEEE. IEEE, 2015.*
5. Ascorbe, J., et al. "Humidity sensor based on lossy mode resonances on an etched single mode fiber." *Sensing Technology (ICST), 2015 9th International Conference on. IEEE, 2015.*
6. Ascorbe, J., et al. "High sensitivity extrinsic Fabry-Pèrot interferometer for humidity sensing." *Sensing Technology (ICST), 2015 9th International Conference on. IEEE, 2015.*
7. Lopez-Aldaba, Aitor, et al. "SnO<sub>2</sub>-MOF-Fabry-Perot humidity optical sensor system based on fast Fourier transform technique." *Sixth European Workshop on Optical Fibre Sensors*. Vol. 9916. International Society for Optics and Photonics, **2016**.
8. Lopez-Torres, Diego et al. "Detection of Volatile Compounds with ITO films deposited onto suspended core optical fibre", *The 16th International Meeting on Chemical Sensors (IMCS 16)*, **2016**.
9. Ascorbe, J., et al. "Magnetic field optical sensor based on Lossy Mode Resonances." *SENSORS, 2016 IEEE. IEEE, 2016.*
10. Elosúa, César, et al., "Micro and Nano structured Coatings for the Development of Optical Fibre Sensors", in *6th International Conference on Materials and Applications for Sensors and Transducers*, **2016**.
11. Ascorbe, J., et al. "Cladding etched single mode optical fiber refractometer based on Lossy Mode Resonances." *Sensing*

*Technology (ICST), 2016 10th International Conference on. IEEE, 2016.*

12. Elosúa César et al, “Optical fibre sensors for environmental and bio medical applications”; in II Conferencia Internacional sobre complejos metálicos solubles en agua, **2017**
13. Ascorbe, J., et al. "Study of ammonia and nitric oxide sensing performance of a Fabry-Perot interferometer." *SENSORS, 2017 IEEE. IEEE, 2017.*
14. Ascorbe, J., et al. "Refractive index sensing performance of a Bragg grating built up on the tip of an optical fiber by reactive sputtering." *SENSORS, 2017 IEEE. IEEE, 2017.*

#### **A1.4 Patentes**

1. Inventores: Joaquín Ascorbe, Jesús M. Corres, Francisco J. Arregui, Ignacio R. Matías  
Título: "Dispositivo fotónico eléctricamente sintonizable basado en resonancia originada por modos guiados con pérdidas"  
Nº solicitud: 201330866 Nº publicación: ES 2 527 147 B1  
País de prioridad: España  
Fecha de prioridad: 18 de diciembre de 2015  
Entidad titular: Universidad Pública de Navarra



